## УСПЕХИ ФИЗИЧЕСКИХ НАУК

## НЕКОТОРЫЕ РЕНТГЕНОГРАФИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ИЗУЧЕНИЯ ПЛАСТИЧЕСКИ ДЕФОРМИРОВАННЫХ МЕТАЛЛОВ

## Д. М. Васильев и Б. И. Смирнов

За последние десятилетия изучение структуры деформированных металлов с помощью рентгеновских лучей получило широкое распространение, и в этой области были достигнуты значительные успехи. Однако в нашей литературе до сих пор отсутствует систематическое изложение основных результатов. В известном обзоре Гринафа<sup>1</sup> рассматриваются работы, опубликованные лишь до 1951 г., и в настоящее время он в значительной степени уже устарел. Обзорные доклады Барретта и Гинье на конференции в Детройте <sup>2</sup> содержат весьма краткое изложение ряда вопросов.

Настоящий обзор в основном посвящен изучению искажений структуры пластически деформированных металлов, проявляющихся в изменении положения рентгеновских дифракционных линий, формы и ширины этих линий, а также их интегральной интенсивности. Однако, так как зачастую при изучении микронапряжений используются методы, первоначально разработанные для изучения макронапряжений, возникающих при макроупругом нагружении, мы кратко рассмотрим и эти методы.

В обзоре не излагаются работы, касающиеся различных способов изучения мозаичной структуры и ее влияния на свойства металлов, поскольку эта проблема недавно была рассмотрена в статье Херша<sup>3</sup> Кроме того, мы сочли возможным не излагать подробно всю методику гармонического анализа профиля дифракционной линии, так как это сделано в обзорной работе Уоррена <sup>4</sup>, а остановились только на некоторых принципиальных вопросах этой методики, имеющих важное значение при практической работе.

# 1 СМЕЩЕНИЕ РЕНТГЕНОВСКИХ ДИФРАКЦИОННЫХ ЛИНИЙ ПРИ МАКРОУПРУГИХ ДЕФОРМАЦИЯХ

Из уравнения Вульфа-Брэгга

$$2d\sin\vartheta = \lambda,\tag{1,1}$$

где  $\lambda$  — длина волны излучения, видно, что изменение межплоскостного расстояния d вызывает изменение угла дифракции  $\vartheta$ , т. е. смещение рентгеновской линии. На возможность использования этого обстоятельства впервые было указано в работе Иоффе и Кирпичевой  $^5$ , которые предложили определять константы упругости монокристаллов путем измерения постоянной решетки нагруженного образца

Лестер и Аборн 6 нашли, что при растяжении тонкого стального образца межплоскостные расстояния для плоскостей, перпендикулярных к оси образца, линейно увеличиваются с ростом приложенного напряжения. Аксенов 7 рассмотрел в общем виде изменение формы дифракционного кольца для линейного и объемного напряженных состояний с учетом анизотропии кристаллитов в поликристаллическом образце. Однако, несмотря на ценные результаты, полученные Аксеновым, громоздкий математический аппарат теории чрезвычайно затруднял возможность практического использования полученных формул.

Закс и Вертс  $^8$  применили съемку в области больших углов дифракции на плоскую пленку. Они показали, что при нагружении дюралюминиевого образца имеет место прямая пропорциональность между рентгенографически определяемым напряжением  $\sigma_r$ , и напряжением  $\sigma_m$ , определяемым обычным «механическим» путем. Отклонение от прямой пропорциональности наблюдалось только после достижения макроскопического предела текучести.

 $^{\circ}$  Вефер и Мёллер  $^{9}$  дали формулу для определения суммы главных напряжений

$$\sigma_1 + \sigma_2 = -\frac{E}{\mu} \frac{d \perp - d_0}{d_0} , \qquad (1,2)$$

где E,  $\mu$  — известные упругие постоянные,  $d_{\perp}$ ,  $d_{\rm 0}$  — межплоскостные расстояния для плоскостей, параллельных оси образца, соответственно

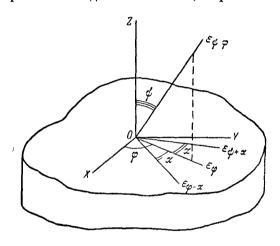


Рис. 1. Схема измерения напряжений способом угловых снимков;  $\epsilon_{\psi,\phi}$ — относительное изменение межплоскостных расстояний  $\Delta d/d$  в направлении  $\psi,\phi$ , измеряемое по смещению рентгеновских дифракционных линий.

в нагруженном и ненагруженном состояниях. При съемке с эталонным веществом авторы на стальных образцах получили точность  $\pm 6~\kappa s/mm^2$ . Ими, а также авторами работ  $^{10,11}$  тоже отмечалось наличие прямой пропорциональности между  $\sigma_r$  и  $\sigma_m$ . Барретт и Гензамер  $^{12}$  опи-

Барретт и Гензамер 12 описали способ раздельного определения  $\sigma_1$  и  $\sigma_2$  при известном их направлении и известном  $d_0$ . Глокер и Оссвальд 13 дали способ определения величины и направления  $\sigma_1$  и  $\sigma_2$  при известном  $d_0$ . Позднее было показано 14, что метод угловых снимков позволяет определить величину и направление  $\sigma_1$  и  $\sigma_2$  без знания  $d_0$ .

Наиболее общую формулу для определения нормального напряжения  $\sigma_{\phi}$ , действующего

напряжения  $\sigma_{\phi}$ , действующего по направлению  $\phi$  параллельно поверхности, дали Глокер, Гесс и Шаабер $^{15}$ 

$$\sigma_{\varphi} = \frac{E}{1+\mu} \frac{\varepsilon_{\psi_2, \varphi} - \varepsilon_{\psi_1, \varphi}}{\sin^2 \psi_2 - \sin^2 \psi_1}, \qquad (1,3)$$

где ф, ф — полярное расстояние и азимут направления, по которому измеряется деформация (рис. 1). Здесь

$$\varepsilon_{\psi_2, \varphi} - \varepsilon_{\psi_1, \varphi} \approx \frac{\varepsilon_{\psi_2, \varphi} - \varepsilon_{\psi_1, \varphi}}{d_{\psi_1, \varphi}}.$$
(1,4)

Формула (1,4) позволяет определить  $\sigma_{\phi}$  даже из одного «косого» снимка, так как при  $\psi_0 \neq 0$  из одной рентгенограммы получаются значения деформаций  $\epsilon_{\psi_2,\;\phi}$ ,  $\epsilon_{\psi_1,\;\phi}$ , отвечающие направлениям  $\psi_2 = \psi_0 + \eta$  и  $\psi_1 = \psi_0 - \eta$ , где  $\eta = 90^\circ - \vartheta$ .

Для определения  $\sigma_{\!\scriptscriptstyle \Phi}$  школой Глокера  $^{16}$  разработана удобная методика съемки с эталонным веществом, параметр которого известен. Для случая, когда линия эталонного вещества получается под меньшим углом дифракции, чем линия образца, и съемка идет при угле  $\psi_0 = 45^\circ$  на плоскую пленку, применяется формула

$$\sigma_{\varphi} = (\Delta_{-} - \Delta_{+}) C_{+-}. \tag{1.5}$$

Здесь  $\Delta_{\mp}$  — расстояния от линии эталона до линии образца на стороне пленки, где  $\psi=45^\circ\mp\eta$  соответственно,  $C_{+-}$ —постоянная, зависящая от длины волны излучения, параметра эталонного вещества и расстояния от образца до пленки. Для определения  $\sigma_1 + \sigma_2$  служит формула

$$-(\sigma_1 + \sigma_2) = (\Delta_0 - \Delta_\perp) C_{\perp 0}, \tag{1.6}$$

где  $\Delta_0$  — расстояние от линии эталона до линии образда в ненапряженном состоянии,  $\Delta_{\perp}$  — аналогичное расстояние в напряженном состоянии при  $\psi_0=0^\circ,~C_{\perp 0}$  — постоянная, аналогичная  $C_{+-}$ . Для съемок стальных образдов с серебряным эталоном Фукс <sup>17</sup> пред-

ложил пользоваться номограммами.

Васильев и Ващенко<sup>18</sup> для задних съемок на плоскую пленку дали формулу, не требующую знания параметра эталонного вещества

$$\frac{\Delta d}{d} = \cos^2 \theta \cdot \cos (180^\circ - 2\theta) \left( \frac{l_2 - l_1}{l_1} - \frac{l_{2\theta} - l_{1\theta}}{l_{1\theta}} \right). \tag{1.7}$$

Здесь  $l_1$  и  $l_2$  — расстояния от центра рентгенограммы до линии образца, отвечающие двум состояниям образца 1 и 2;  $l_{19}$  и  $l_{29}$ —те же расстояния для эталонного вещества. Для угловых снимков, в том случае, если приходится определять l отдельно для стороны  $\psi_0 + \eta$  и  $\psi_0 - \eta$ , Васильев 19 предложил пользоваться способом репера, находящегося на постоянном расстоянии от центра рентгенограммы.

Для определения величины и направления главных напряжений по Гизену, Глокеру и Оссвальду 14 необходимо производить угловые снимки при постоянном  $\psi_0$  и азимутах  $\phi$ ,  $\phi+90^\circ$  и  $\phi\pm\alpha$ . Другая методика предусматривает съемку при азимутах  $\varphi$ ,  $\varphi+\alpha$ ,  $\varphi-\alpha$  (см. рис. 1). Способ определения  $\sigma_1$  и  $\sigma_2$  из одного косого снимка<sup>21</sup> не получил практического применения вследствие своей малой точности ( $\pm 6~\kappa \Gamma/m m^2$ ), в то время как методика трех или четырех косых снимков дает точность  $^{22} \pm ^{2} \kappa \Gamma / \mu m^{2}$ и даже <sup>23</sup>  $0.5 \ \kappa \Gamma / M M^2$ .

В рассмотренных работах считалось, что перпендикулярное к поверхности напряжение от равно нулю. Однако в действительности эффективная глубина проникновения обычно применяемых рентгеновских лучей составляет несколько сотых миллиметра 24,25, так что при наличии больших градиентов напряжения по нормали к поверхности о⊥ уже не всегда можно принимать равным нулю. Этот вопрос впервые был рассмотрен Курдюмовым с сотрудниками <sup>26</sup>, а Ромбергом <sup>27</sup> даны формулы, отвечающие трехосному напряженному состоянию. При исследовании в кобальтовом излучении закаленных стальных цилиндров авторы <sup>26</sup> пришли к выводу, что  $\sigma_{\perp}$  не оказывает влияния на положение рентгеновских линий, а смещение линий, наблюдающееся при переходе от длинных цилиндров к коротким, обусловливается влиянием «концевого эффекта». Анализ «концевого эффекта» для плоской задачи дали Васильев и Цобкалло 28. Однако Шаабер 29 на алюминиевом сплаве с применением медного излучения обнаружил заметное влияние перпендикулярного к поверхности напряжения на положение рентгеновских линий.

При наличии трехосного напряженного состояния следует применять  $\phi$ ормулу 19

$$\sigma_{\varphi} - k\sigma_{\perp} = \frac{E}{1+\mu} \frac{\varepsilon_{\psi_2, \varphi} - \varepsilon_{\psi_1, \varphi}}{\sin^2 \psi_2 - \sin^2 \psi_1}, \qquad (1.8)$$

где  $\sigma_{\perp}$  — перпендикулярное к поверхности напряжение, k — коэффициент, учитывающий влияние  $\sigma_{\perp}$  на положение рентгеновских линий и зависящий от соотношения между эффективной глубиной проникновения рентгеновских лучей и размерами области, в пределах которой  $\sigma_{\perp}$  изменяется от нуля до наибольшего значения, отвечающего глубинным слоям изделия.

Если применяются формулы, в которые входит  $d_0$  и рентгеновские линии образца в напряженном состоянии являются расширенными, то необходимо учитывать взаимодействие близко расположенных компонент  $K_{\alpha}$ -дублета  $^{18, 30-32}$ . При больших размытиях смещение максимума рентгеновской линии достигает одной трети от расстояния между компонентами дублета, что в пересчете на напряжение дает для стали при съемке на кобальтовом излучении систематическую ошибку  $^{18}$  порядка  $50 \ \kappa \Gamma/mm^2$ .

Как отмечалось выше, прямая пропорциональность между  $\sigma_r$  и  $\sigma_m$  наблюдалась уже в первых работах  $^{8-11}$ . Однако, как показали Мёллер и Барберс  $^{33}$ , применение для вычисления  $\sigma_r$  упругих постоянных  $E_m$  и  $\mu_m$ , полученных из механических испытаний, приводит к расхождению между  $\sigma_r$  и  $\sigma_m$ . Авторы объяснили это тем, что при определении  $E_m$  и  $\mu_m$  образец ведет себя как квазиизотропный, в то время как при съемке в создании дифракционной картины принимают участие только определенным образом ориентированные кристаллиты, так что при вычислении  $\sigma_r$  необходимо применять значения  $E_r$  и  $\mu_r$ , отвечающие отражающим плоскостям. На железе «армко» они получили, что

$$\left(\frac{\mu}{E}\right)_{\mathbf{r}} \approx 1.2 \left(\frac{\mu}{E}\right)_{m}.$$
 (1.9)

Мёллер и Штрунк $^{34}$  сравнивали полученное в  $K_{\alpha}$  Со-излучении на образцах из стали отношение  $E_r/E_m$  с вычисленным по Фойгту $^{35}$  и не получили согласия между экспериментальными и расчетными данными.

Ровинский  $^{36}$ ,  $^{37}$  в ряде работ определял отношение  $\sigma_{\rm r}/\sigma_{\rm m}$ , считая, что оно равно отношению измеряемых в опыте деформаций  $\varepsilon_{\rm r}/\varepsilon_{\rm m}$ . Для стали с 0,23% С в  $K_{\alpha}$  Со-излучении это отношение оказалось равным 0,40 $\div$ 1,64, соответственно для крупно- и мелкозернистого состояний. Он считал, что кроме анизотропии отличие рентгеновских упругих характеристик от механических может обусловливаться также неоднородностью структуры, вызванной наличием включений с иными, чем у основного материала, упругими постоянными и наличием межкристаллитных прослоек, равно как и влиянием мозаичной структуры, препятствующей передаче внешних усилий к решетке.

Наиболее подробно отличие  $E_r$  и  $\mu_r$  от  $E_m$  и  $\mu_m$  может быть исследовано в том случае, если определять не отношение  $\mu/E$ , а каждую из постоянных в отдельности. С помощью угловых съемок раздельное определение  $E_r$  и и проволится с большой точностью <sup>38</sup>.

и  $\mu_r$  проводится с большой точностью <sup>38</sup>. По Фойгту <sup>35</sup> деформация в каждом зерне поликристаллического материала одинакова и равна макроскопической, а напряжения в различных зернах отличаются друг от друга. Среднее напряжение, равное приложенному напряжению  $\sigma_m$ , вычисляется путем суммирования по различно ориентированным зернам, тогда значения упругих констант  $E_z$  и  $\mu_z$  не зависят от индексов отражающей плоскости (hkl). В противоположность этому, по Рейсу <sup>39</sup>, напряжения, действующие во всех зернах, принимают-

ся одинаковыми и равными  $\sigma_m$ , а деформации в каждом зерне зависят от его ориентировки. Тогда  $E_\sigma$  и  $\mu_\sigma$  будут зависеть от индексов (hkl). Мёллер и Мартин  $^{40}$  сравнили найденные опытным путем на сталь-

Мёллер и Мартин <sup>40</sup> сравнили найденные опытным путем на стальных образцах значения  $E_{310}$  и  $\mu_{310}$  со значениями E и  $\mu$ , вычисленными по Фойгту и Рейсу, и не получили совпадения опытных и расчетных данных. Авторы рекомендуют пользоваться при рентгеновских измерениях значениями  $E_r$  и  $\mu_r$ , найденными непосредственно из эксперимента. Неерфельд <sup>41</sup> нашел, что для стальных образцов и Со- и  $CrK_{\alpha}$ -излучений вычисление  $E_r$  и  $\mu_r$  в виде

$$E_r = \frac{E_e + E_\sigma}{2} \,, \tag{1.10}$$

$$\mu_r = \frac{\mu_e + \mu_\sigma}{2} \tag{1.11}$$

дает значения, совпадающие с экспериментальными данными. Подобный вывод был сделан и в работах $^{42-44}$ . Значения  $E_r$  и  $\mu_r$  по Неерфельду вычислены для ряда материалов в работе $^{92}$ . Гаук и Гуммель  $^{45}$ , а также Мёллер и Брассе  $^{46}$  полагают, что для железного поликристаллического образца следует применять  $E_r$  и  $\mu_r$ , вычисленные по формулам

$$E_r = \frac{2E_e + E_\sigma}{3}$$
, (1.12)

$$\mu_r = \frac{2\mu_e + \mu_\sigma}{3} \ . \tag{1.13}$$

По-видимому, истинное значение  $E_r$  лежит между  $E_{\epsilon}$  и  $E_{\sigma}$ , а истинное значение  $\mu_r$  — между  $\mu_{\epsilon}$  и  $\mu_{\sigma}$ . Установление точного соотношения между значениями упругих постоянных по Фойгту и Рейсу и действительными значениями, определяемыми из эксперимента, имеет большое значение для выяснения характера распределения напряжений и деформаций в упруго напряженном поликристаллическом образце. Если же иметь в виду чисто практическую задачу определения макроскопических напряжений при помощи рентгеновских лучей, то применение упругих постоянных, рассчитанных, например, из наиболее простых соотношений (1,10) и (1,11), дает относительную ошибку, не превышающую для модуля упругости величины  $\pm \frac{E_{\epsilon}-E_{\sigma}}{E_{\epsilon}+E_{\sigma}}$ , что для практических целей в ряде случаев является вполне удовлетворительным.

#### 2. СМЕЩЕНИЕ РЕНТГЕНОВСКИХ ДИФРАКЦИОННЫХ ЛИНИЙ В ОБЛАСТИ МАКРОПЛАСТИЧЕСКИХ ДЕФОРМАЦИЙ

Как показывают эксперименты, описанные в предыдущем разделе, в макроупругой области сохраняется пропорциональность между макроскопическим напряжением  $\sigma_m$  и напряжением  $\sigma_r$ , определяемым рентгеновским путем. При соответствующем выборе упругих констант  $E_r$  и  $\mu_r$  будет иметь место соотношение

$$\sigma_m = \sigma_r. \tag{2.1}$$

Так как сдвиговая пластическая деформация не должна изменять в среднем параметра элементарной ячейки внутри отдельных слоев кристалла, разделенных плоскостями скольжения, то следовало бы ожидать наличия прямой пропорциональности или выполнения равенства (2,1) и в макропластической области.

Однако первые же работы, в которых измерялись напряжения в макропластической области, обнаружили отклонение от соотношения (2,1) (рис. 2), причем во всех случаях при переходе через макроскопический предел текучести  $\sigma_s$  имело место неравенство  $\sigma_r < \sigma_m$ . Такие результаты были получены при изгибании дюралюминиевых  $^8$  и стальных образцов  $^{11, 33}$ . Авторы объясняли нарушение соотношения (2,1) пачалом пластической деформации, не вдаваясь в механизм самого явления.

Болленрат, Гаук и Оссвальд  $^{47}$  при растяжении стальных образцов измеряли напряжения  $\sigma_r$  под нагрузкой и остаточные напряжения после

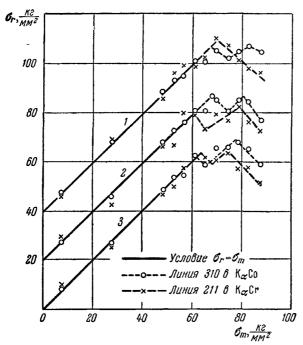


Рис. 2. Соотношение между  $\sigma_r$  и  $\sigma_m$ , полученное при изгибании стального образца <sup>41</sup>. Прямые I и 2 смещены по оси ординат соответственно на 20 и 40  $\kappa_2/MM^2$ ; измерения I, 2, 3 отвечают различным участкам образца.

макроразгрузки. Они установили, что при  $\sigma_m = \sigma_s$ о, резко падает и продолуменьшаться дальнейшем росте степени пластической деформации, несмотря на увеличение  $\sigma_m$ . После макроразгрузки на поверхности образца обнаруживались осевые остаточные сжимающие напряжения. Последовательное стравливание слоев разгруженном образце показало, что при переходе к глубинным слоям образца появляются растягивающие осевые и поперечные напряжения, причем наружная зона образца, находящаяся под действием сжимающих остаточных напряжений, простирается настолько глубоко, плошаль составляет приблизительно половину площади поперечного сечения образца. Авторы объясняют свои результаты тем, что кристаллиты, на-

ходящиеся на поверхности образца, имеют больше степеней свободы при пластическом деформировании и поэтому обладают меньшим сопротивлением деформированию, чем те, которые расположены глубже. Эти наружные слои будут недогружены, а внутренние — перегружены по сравнению с макроскопическим напряжением  $\sigma_m$ , так что после макроразгрузки в наружных слоях возникнут осевые сжимающие, а во внутренних — растягивающие напряжения. В последующей работе  $^{48}$  падение  $\sigma_r$  при переходе предела текучести было обнаружено и при сжатии. Любопытно отметить, что еще  $\Gamma$ ейн  $^{49}$  наблюдал на стальном растяну-

Любопытно отметить, что еще Геин <sup>48</sup> наблюдал на стальном растянутом образце эпюру остаточных напряжений, аналогичную полученной в работе <sup>47</sup>, однако объяснил ее происхождение иначе. Он полагал, что тонкий наружный слой образца, толщиной ≈0,1 мм, играет роль «жесткой оболочки», через которую передаются усилия от головок к остальной части образца. Эта «жесткая оболочка» при растяжении перегружена, и ее деформация будет больше средней, так что после разгрузки в ней появятся сжимающие напряжения.

Глокер и Газенмейер  $^{50}$  обнаружили на стали, что при съемке в  $K_{\alpha}$  Сонзлучении отклонение  $\sigma_r$  от  $\sigma_m$  наблюдается лишь при достижении предела текучести, в то время как при съемке на более мягком  $K_{\alpha}$ Сг-излучении это отклонение происходит уже при напряжениях  $(0,5\div0,7)$   $\sigma_s$ . Авторы считали, что их результаты являются подтверждением существования ослабленного поверхностного слоя, простирающегося на глубину, соизмеримую с эффективной глубиной проникновения  $K_{\alpha}$ Сг-излучения, т. е.

порядка 0,01 мм. В рассмотренных работах 47, 48, 50 применялась методика перпендикулярных съемок с боковой поверхности образца, находящегося под нагрузкой, причем предполагалось, что от измеряемых при помощи рентгеновских лучей деформаций можно перейти к напряжениям σ, по

формуле (1,2).

Иное объяснение этой проблеме давал сначала Вуд. В работе<sup>51</sup> он на прокатанных медных образцах обнаружил при перпендикулярной е онготато отмест изменение параметра и связал его с поглощением энергии при деформировании. В дальнейшем Вуд наблюдал аналогичные изменения на прокатанных образцах α-латуни 52, серебре, меди, никеле, алюминии и молибдене 53. Результаты на α-латуни были объяснены тем, что решетка ее после проката перестает быть кубической, а для других материалов тем, что при прокатке происходит «расширение» решетки, приводящее к уменьшению ее устойчивости. Эти работы подверглись критике со стороны Ровинского 54, который, показал, что на наклепанных медных порошках остаточного изменения

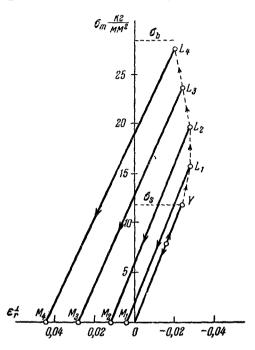


Рис. 3. Рентгеновская диаграмма 55 деформирования  $\sigma_m = \varphi(\epsilon_r^\perp)$ , полученная в излучении  $K_\alpha$  Со на линии 340 при растяжении стального образца.

Разгрузка из точек  $L_1$ ,  $L_2$ , . . . происходит по прямым, параллельным упругому участку кривой нагружения. Точки  $M_1$ ,  $M_2$ , . . . соответствуют остаточной микродеформации, обнаруживаемой в образце после макроразгрузки.

параметра не наблюдается, так что описанные эффекты могли обусловливаться влиянием остаточных макронапряжений, возникших при прокатке.

В работе  $^{55}$  Вуд и Смит исследовали изменения межплоскостных расстояний при простом растяжении для плоскостей (310) железного образца. Относительное изменение межплоскостных расстояний  $\frac{\Delta d}{d} = \varepsilon_r^{\perp}$  для плоскостей, почти параллельных боковой поверхности образца (при перпендикулярной съемке), откладывалось в функции приложенного напряжения  $\sigma_m$  (рис. 3). Зависимость  $\sigma_m = \phi\left(\varepsilon_r^{\perp}\right)$  была названа авторами «диаграммой деформации атомной решетки». В последующих работах Вуд и Смит получили подобные зависимости для меди  $^{56}$ , железа  $^{57}$ , алюминия  $^{58}$ , мягкой стали  $^{59}$ . Во всех случаях зависимость  $\sigma_m = \phi\left(\varepsilon_r^{\perp}\right)$  имела одинаковый характер (рис. 3). Авторы объяснили  $^{58}$  наблюдаемые явления тем, что решетка, кроме обычной упругой деформации, может претерпевать также

остаточную деформацию, появляющуюся при условии, что  $\sigma_m > \sigma_s$ , и имеющую знак, противоположный знаку макроскопической деформации, в чем проявляется «противодействие» решетки воздействию внешних сил.

В работе 60 Смит и Вуд на образцах из мягкой стали изучали зависимость  $\Delta d/d$  от угла между осью образца и нормалью к плоскости (310). Оказалось, что эта зависимость соответствует наличию в разгруженном образце остаточных осевых сжимающих напряжений. Таким образом. в итоге авторы пришли к выводу, ранее полученному другими исследователями 47, о возникновении в предварительно пластически деформированном путем растяжения образце остаточных сжимающих осевых напряжений. Однако причину появления этих напряжений Смит и Вуд видят не во влиянии ослабленного слоя, а в различном сопротивлении деформированию приграничных областей и внутренних частей зерен. При пластической деформации приграничные области имеют более высокий предел упругости и находятся под действием более высоких напряжений, чем внутренние части зерен. После макроразгрузки приграничные области будут находиться под действием остаточных напряжений того же знака, что и приложенные к образцу макронапряжения, а внутренние части зерен — под действием остаточных напряжений противоположного знака. Материал границ настолько сильно искажен, что не будет участвовать в создании рентгеновских дифракционных линий, отвечающих когерентной части рассеяния. Очевидно, по своей природе эти остаточные напряжения являются микронапряжениями.

В работе <sup>61</sup> Вуд еще раз исследовал зависимость  $\sigma_m = \varphi\left(\varepsilon_r^\perp\right)$  на образцах из мягкой стали в  $K_a$ Со- и  $K_a$ Сг-излучениях и получил, что после предварительного растяжения обнаруживаются как осевые, так и поперечные сжимающие микронапряжения. Оказалось, что в  $K_a$ Со-излучении рентгеновский предел текучести «совпадает» с  $\sigma_s$ , в то время как в  $K_a$  Сг-излучении он даже выше  $\sigma_s$ , что находится в противоречии с данными работы <sup>50</sup>.

Гринаф в своих работах 62 дал новую трактовку наблюдаемого при простом растяжении остаточного изменения межплоскостных расстояний. Он полагал, что это изменение вызывается обычными остаточными микронапряжениями Гейна — Мазинга, т. е. микронапряжениями, возникшими вследствие различного сопротивления пластическому деформированию отдельных зерен поликристаллического образца (остаточные напряжения второго рода). Гринаф обратил внимание на то, что процесс дифракции рентгеновских лучей имеет избирательный характер. Действительно, в создании дифракционной картины каждый раз участвуют не все кристаллиты, находящиеся в облучаемом объеме, а только те из них, ориентировка которых удовлетворяет уравнению дифракции. В результате линии с различными индексами hkl, отвечающие различно ориентированным кристаллитам, могут смещаться в разные стороны, если эти кристаллиты находятся под действием микронапряжений противоположных знаков. Практически, чтобы получить линии с различным hkl в области задних углов дифракции, приходится работать с различными излучениями.

Следовательно, если верна точка зрения Вуда  $^{60}$ , рентгеновские линии с различными hkl должны давать  $\Delta d/d$  только одного знака; согласно же Гринафу одна часть линий дает  $\frac{\Delta d}{d}>0$ , другая  $-\frac{\Delta d}{d}<0$ . Гринаф рассчитал величину относительного изменения межплоскостных расстояний, которая должна наблюдаться у предварительно пластически деформированных растяжением металлов с решеткой гранецентрированного куба для плоскостей, параллельных оси образца. Он получил, что линии 311,

400, 420 и 511/333 должны давать  $\frac{\Delta d}{d}>0$ , а линии 222, 331, 422:  $\frac{\Delta d}{d}<0$ .

Автор полагал, что полученные им на алюминиевых, медных и никелевых образцах экспериментальные результаты <sup>62</sup> находятся в удовлетворительном согласии с расчетами.

Таким образом, если ввести понятие о слабых A-областях, находящихся при пластическом деформировании под действием напряжений, меньших, чем макроскопические напряжения  $\sigma_m$ , и о сильных B-областях, на которые при деформировании действуют напряжения, большие  $\sigma_m$ , то рассмотренные гипотезы могут быть кратко сформулированы следующим образом. 1) Гипотеза ослабленного поверхностного слоя  $^{47}$ . A-области — тонкий поверхностный слой образца; B-области — внутренняя зона образца. 2) Гипотеза микронапряжений Гейна — Мазинга  $^{62}$ . A- и B-области — отдельные зерна поликристаллического образца, обладающие вследствие различной ориентировки соответственно меньшим и большим сопротивлением пластическому деформированию. 3) Гипотеза приграничных областей и внутренних частей зерен  $^{60}$ . A-области — области матрицы, участвующие в создании дифракционной картины когерентного рассеяния рентгеновских лучей; B-области — приграничные зоны, не участвующие в когерентном рассеянии.

1. Вообще говоря, эффект «ослабленного» поверхностного слоя может быть вызван следующими причинами: а) неучитываемый перекос образда при деформировании; б) неоднородность прочностных свойств по сечению образда, вызванная технологическими причинами (обезуглероживание стали при термической обработке, различная концентрация примесей по сечению, разная величина зерна по сечению и т. д.); в) влияние травителя (создание остаточных напряжений от травления, дибо создание микрорельефа); г) концентрация напряжений на поверхности, вызванная микрорельефом (риски от резда, от шлифовки, шлаковые включения и т. д.); д) более легкая деформируемость зерен, находящихся на поверхности («истинная» слабость поверхностного слоя).

О создании остаточных напряжений за счет травителя известно из работы Лиля <sup>63</sup>, наблюдавшего их рентгеновским способом на стальных образцах, подвергавшихся химическому и электролитическому травлению различными реактивами. Однако в более поздней работе Гаука, Мёллера и Брассе <sup>64</sup>, проводивших исследование на стальных образцах и широко менявших условия травления и термообработки, рентгеновский метод никаких остаточных напряжений после травления не обнаружил. Только в случае очень глубокого микрорельефа с неровностями порядка  $3 \cdot 10^{-2}$  мм было замечено снижение напряжений у образца, травление которого происходило под нагрузкой.

Что же касается большинства работ, в которых в той или иной мере затрагивался вопрос о существовании поверхностного ослабленного слоя, то четко разграничить возможное влияние остальных указанных причин не представляется возможным. Так, Болленрат, Гаук и Оссвальд <sup>47</sup> работали со сталью, содержащей 0,11% С, причем образцы отжигались в нейтральной атмосфере и перед испытанием травились в азотной кислоте. Такой же материал применялся в работах <sup>48,50</sup>, однако авторы работы <sup>47</sup> оценили глубину ослабленного слоя по крайней мере в 1 мм, в то время как в <sup>50</sup> она оценивается величиной 0,01 мм. Следует отметить, что авторы работы <sup>48</sup> обнаружили после рекристаллизации деформированных образцов наличие в поперечном сечении двух концентрических зон, резко отличающихся по величине зерна. Возможно <sup>71</sup>, что применявшаяся в работах <sup>47, 48, 50</sup> сталь с самого начала обладала макронеоднородностью по сечению.

Вуд перед испытаниями отжигал стальные образцы в вакууме. Финч  $^{65}$  такие же образцы отжигал либо в вакууме, либо в инертной среде с последующим травлением. Гаук  $^{66}$  отжигал стальные образцы в железных опилках с последующим травлением в соляной и азотной кислотах; во всех случаях никаких изменений рентгеновской картины при травлении деформированных образцов замечено не было. Эти результаты находятся в противоречии с данными работы Гринафа  $^{67}$ , который после растяжения на  $11\,\%$  предварительно отожженных в вакууме стальных образцов обнаружил путем электролитического удаления слоев и съемки в излучениях  $K_{\alpha}$  Со, Мп и Сг наличие остаточных сжимающих напряжений в тонком поверхностном слое глубиной около  $0,2\,$  мм.

Основываясь на простейшей модели ослабленного поверхностного слоя <sup>48</sup>, следовало бы ожидать, что в этом слое пластическая деформация под нагрузкой начнется ранее достижения макроскопического предела текучести σ<sub>s</sub>. Подобное явление наблюдалось лишь в ранее упоминавшейся работе 50. В остальных же работах, в которых изучалось изменение межплоскостных расстояний при растяжении 47, 60, 65, 68, 73, 74, 90 было получено, что «рентгеновский предел текучести» поверхностного слоя совпадает с о. Аналогичный результат был получен Глокером и Махераухом 69 при изгибе и кручении. Гендус и Вагнер 42, растягивая образцы из стали с 0,43% С, обнаружили при напряжениях, составляющих примерно половину макроскопического предела текучести, скачок рентгеновской деформации, имевший наибольшую величину для  $K_{\alpha}$ Cr-излучения и уменьшающийся при переходе к КаСо- и Мо-излучениям. На сталях с 0,16 до 0,76% С никакого отклонения от прямолинейной зависимости не наблюдалось. Рентгеновский предел текучести для всех сталей был весьма близок к макроскопическому пределу текучести  $\sigma_s$ .

Систематическое исследование причин остаточного изменения межплоскостных расстояний после макрооднородной пластической деформации проводил Ровинский с сотрудниками. В работе 70 на порошках из железа «армко», меди, латуни и бронзы не было замечено остаточных изменений параметра и авторы считали, что наблюдаемые в сплошных образцах изменения параметра есть следствие поликристаллического строения образца. Далее Ровинский 71 на стальных и алюминиевых образцах подверг проверке гипотезу ослабленного слоя, удаляя сердцевину пластически деформированных образцов. Автор пришел к выводу, что поверхностного ослабленного слоя не существует, а имевшие место в некоторых работах эффекты были обусловлены технологическими причинами, игравшими роль при изготовлении и термообработке образцов. В работе 72 специально исследовалось поведение поверхностных слоев стальных образцов при растяжении. Было показано, что преждевременного течения этих слоев не наблюдается. Такой же вывод был получен и в работе 73. В работе 74 на некоторых образцах был обнаружен эффект «сползания», т. е. преждевременного течения поверхностного слоя, в сильной степени зависящий от состояния поверхности. Однако из-за своей малости этот эффект практически не влияет на изменение межплоскостных расстояний. Авторы считают, что особые свойства поверхностного слоя являются следствием механической и термической обработки образца.

В ряде работ наличие сжимающих макронапряжений в тонком поверхностном слое изучалось известными механическими способами по изменению стрелы прогиба плоского образца при стравливании слоев. Давиденков и Тимофеева 75 на алюминиевых образцах, Гликман и Степанов 76 на стальных образцах при растяжении не обнаружили ослабленного слоя. В работе 77, проводившейся на стальных образцах, подвергавшихся перед растяжением отжигу под слоем чугунных опилок и травлению на глубину

до 0,2 мм, были обнаружены при малых степенях пластической деформации остаточные сжимающие напряжения, исчезающие при деформациях порядка нескольких процентов. Авторы видят причину появления остаточных напряжений не только в «истинной» слабости поверхностных слоев, но также и в возможном влиянии травления.

Давиденков, Терминасов и Ассур <sup>78</sup> нашли на алюминиевых образцах остаточные сжимающие напряжения после растяжения, причем рентгеновский и механический методы давали приблизительно одинаковые результаты. Впоследствии Давиденков <sup>79</sup> пришел к выводу о том, что основную роль в создании «ослабленного» слоя играло в работе <sup>78</sup> глубокое травление образцов перед пластическим деформированием. Результат, аналогичный <sup>78</sup>, был получен в <sup>80</sup>. В работе <sup>81</sup> механический способ не обнаружил остаточных напряжений в тонком поверхностном слое стальных образцов, растягиваемых на малые степени пластической деформации

2. Правильность гипотезы Гринафа  $^{62}$  проверялась в ряде работ. Так, Бейтмен  $^{82}$  на образцах из алюминия различной степени чистоты получила данные, не совпадающие с предсказаниями гипотезы Гринафа. Каплер и Реймер  $^{68}$  изучали на железных образцах зависимость  $\Delta d/d$  от угла  $\beta$  между нормалью к плоскости (hkl) и осью образца и пришли к выводу, что экспериментальная кривая удовлетворительно совпадает с кривой, рассчитанной по Гринафу, если увеличить ординаты теоретической кривой в 7-8 раз.

Угловую зависимость  $\Delta d/d$  изучал также Гаук  $^{66,83}$ . Он получил, что основной эффект у сталей и алюминиевого сплава обусловливается наличием микронапряжений, появившихся вследствие наличия «жестких» фаз  $Fe_3C$  и  $Al_2Cl$ . На этот эффект у некоторых образцов накладывается вторичный эффект, предсказываемый гипотезой Гринафа. Происхождение угловой зависимости  $\Delta d/d$  у чистого алюминия автор считает невыясненной.

Гипотезу Гринафа проверяли также Васильев и Ерашев <sup>84</sup>. Они получили зависимость  $\Delta d/d$  от угла между осью образца и плоскостью (hkl) и пришли к выводу о том, что гипотеза Гринафа не подтверждается. Так как опыты велись на образцах малых размеров, вырезаемых из предварительно деформированных больших образцов, угловая зависимость  $\Delta d/d$  не могла обусловливаться влиянием поверхностных эффектов. В работе <sup>85</sup> была получена угловая зависимость  $\Delta d/d$  на сжатых стальных образцах в  $K_{\alpha}$  Со-, Fe-, Cr- и Ті-излучениях. Во всех случаях гипотеза Гринафа не подтвердилась. Равным образом, не было получено подтверждения гипотезы Гринафа и в работах <sup>89</sup>, <sup>92</sup>, <sup>95</sup>, <sup>96</sup>, <sup>98</sup>. Следует отметить, что наблюдавшиеся в этих работах эффекты примерно на порядок больше, чем предсказываемые гипотезой Гринафа (рис. 4).

3. Перейдем теперь к рассмотрению третьей гипотезы 60. Ровинский 85, анализируя как результаты своих работ, так и работы других авторов, пришел к выводу о том, что эта гипотеза правильно объясняет наблюдаемые явления. Он полагал, что, помимо «сильных» границ зерен, аналогичную роль играют области, расположенные вблизи плоскостей скольжения. Микронапряжения, создаваемые механизмом 60, Ровинский назвал «ориентированными» микронапряжениями. Он считал, что «ориентированные» микронапряжения с ростом степени пластической деформации сначала растут, а затем их рост замедляется, так как они постепенно превращаются в обычные «дезориентированные» микронапряжения.

Гаук  $^{83}$ , анализируя зависимость  $\Delta d/d$  от угла между нормалью к плоскости (hkl) и нормалью к боковой поверхности образца, пришел к выводу, что для металлов, содержащих «жесткие» фазы, опытные результаты объясняются третьей гипотезой с той лишь разницей, что «сильными» областями являются не приграничные области, а «жесткие» фазы. Васильев

и Ерашев <sup>84</sup> также считали, что правильной является третья гипотеза. Они пришли к выводу о том, что после простого растяжения в образце возникает поле микронапряжений с компонентами  $\sigma_{1i}$  и  $\sigma_{2i} = \sigma_{3i}$ . Васильев <sup>87</sup> получил этот же вывод при анализе изменения размеров пластически деформированных образцов в процессе нагревания. Вачер и др. <sup>88</sup>, <sup>89</sup> считают правильной третью гипотезу. Они тоже обнаружили наличие компонент  $\sigma_{1i}$ ,  $\sigma_{2i}$  и  $\sigma_{3i}$ . Кроме того, было получено, что в растягиваемом

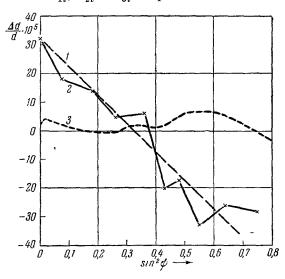


Рис. 4. Угловая зависимость относительного изменения нараметра, определяемого по смещению линии 400, полученной в  $K_{\alpha}$ Со-излучении, на медном образце, предварительно растянутом на 10%

 $\psi$  — угол между нормалью к боковой поверхности образца и нормалью к плоскости (400). I — пряман, соответствующая наличию осевого минронапряжения  $\overline{\sigma}_{12}$ ; 2 — экспериментальные точки, 3 — кривая, рассчитанная по Гринафу.

образце при переходе за предел текучести возникают сжимающие поперечные напряжения, составляющие 13% от осевых макронапряжений 89.

В работах 91, 92 Васильев угловых применил способ снимков малых плоских образцов, вырезаемых из пладеформированных стически образцов большего размера. Для расчета микронапряжений им употреблялись формулы, аналогичные формуле (1,8). Оказалось, что перпендикулярное к поверхности микронапряжение оказывает существенное влияние на положение рентгеновских линий. Анализ возможных соотношений между «ориентированными» микронапряжениями  $\overline{\sigma}_{i}$ , определяемыми из смещения рентгеновских линий, и «дезориентированнымикронапряжениями, определяемыми из расширения линий, показал, что соот-

ветствующая компонента расширения линий  $\beta_s$  (см. ниже) обусловлена колебаниями (дисперсией  $\Delta\sigma_i$ ) «ориентированных» микронапряжений около некоторого среднего значения  $\sigma_i$ , не равного нулю. Автор считает, что нет смысла применять термины «ориентированные» и «дезориентированные» микронапряжения, и что полная величина микронапряжений равна сумме среднего микронапряжения  $\sigma_i$  и дисперсии  $\Delta\sigma_i$ 

$$\sigma_{i} = \bar{\sigma}_{i} \pm \Delta \sigma_{i}. \tag{2,2}$$

Автор полагает, что при пластическом деформировании на A- и B-области образца действуют «структурные» напряжения  $\sigma_{st} \neq \sigma_m$  (рис. 5), что и приводит после снятия внешней нагрузки к появлению остаточных микронапряжений  $\sigma_{\iota}$ , причем связь между  $\sigma_m$ ,  $\sigma_{st}$ ,  $\sigma_{\iota}$ ,  $\Delta\sigma_{i}$  и дисперсией «структурных» напряжений  $\Delta\sigma_{st}$  задается соотношением

$$\sigma_{st} = \bar{\sigma}_{st} \pm \Delta \sigma_{st} = \sigma_m + \bar{\sigma}_i \pm \Delta \sigma_i \tag{2.3}$$

И

$$\Delta \sigma_{st} = \Delta \sigma_{t}. \tag{2.4}$$

Опыты с предварительно растянутыми и сжатыми образцами из меди, никеля, алюминия, железа, молибдена показали, что на области матрицы после растяжения действуют остаточные микронапряжения

$$\overline{\sigma}_{ti}^A < \overline{\sigma}_{2i}^A < 0, \tag{2.5}$$

а после сжатия

$$\overline{\sigma}_{2i}^A < \overline{\sigma}_{1i}^A < 0. \tag{2.6}$$

На «сильные» B-области (приграничные области) как после растяжения, так и после сжатия действуют растягивающие микронапряжения, значительно превышающие  $\sigma_m$ , так что и «структурные» напряжения  $\sigma_{st}^B$ , действующие при пластическом деформировании на B-области, будут в обоих

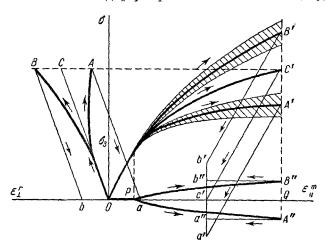


Рис. 5. Кривые деформирования образца, состоящего из слабых A- и сильных B-областей  $^{91}$ .

ОА и ОВ — рентгеновские кривые деформирования для спабых A-и сильных B-областей, ОС — прямая, отвечающая условию  $\sigma_r = \sigma_m$ , ОА' и ОВ' — кривые осевых средних структурных напряжений  $\overline{\sigma}_{st}$  для A- и B-областей, ОА" и ОВ" — кривые поперечных средних структурных напряжений  $\overline{\sigma}_{st}$  для A- и B-областей, ОА" и ОВ" — кривые поперечных средних структурных напряжений  $\overline{\sigma}_{st}$ . Заштрихованы зоны дисперсии структурных напряжений  $\Delta \sigma_{st}$ . После макроразгрузки в образце имеют место средние осевые и поперечные микронапряжения  $\overline{\sigma}_{1i}$  и  $\overline{\sigma}_{2i}$ , изображаемые соответственно отрезками a'c', b'c', a''c' и b''c' и определнемые из остаточного смещения рентгеновских линий по формуле (1,8). Дисперсия микронапряжений  $\Delta \sigma_i$  равна дисперсии структурных напряжений  $\Delta \sigma_{st}$  и определяется из компоненты расширения рентгеновских линий  $\beta_s$  по формулам (3,1) и (3,41).

случаях растягивающими. Это подтверждается работами  $^{92, \, 93}$ , в которых определялись  $\bar{\sigma_i}$  и  $\bar{\sigma_{st}}$  на цементите высокоуглеродистой стали.

В ряде работ Махерауха с сотрудниками  $^{94-98}$  на алюминии, алюминиевом сплаве и меди были получены такие же угловые зависимости  $\Delta d/d$ , как и в  $^{83, \, 91, \, 92}$ . В то время как эти последние работы подтвердили третью гипотезу, а представление о решающей роли поверхностного слоя было опровергнуто благодаря травлению или посредством вырезки малых образцов  $^{84, \, 91}$ , в работе  $^{97, \, 98}$  снова была привлечена гипотеза ослабленного слоя, котя проверка ее правильности путем удаления наружных слоев образца не производилась.

На основе представлений об «ориентированных» микронапряжениях  $^{60, 86, 91, 92}$  были рассмотрены также: изменение размеров пластически деформированных образцов при нагревании  $^{87}$ , релаксация алюминиевых и медных образцов  $^{99}$ , эффект Баушингера  $^{100, 101}$ , методика раздельного определения макро- и микронапряжений  $^{19}$ , кривая деформирования мягкой стали  $^{93}$ , механизм деформирования крупнокристаллических образцов  $^{102}$ , роль микронапряжений в упрочнении металлов  $^{103}$ .

Анализ рассмотренных в настоящем разделе работ позволяет сделать следующие выводы. Гипотеза «ослабленного» слоя  $^{47}$  не объясняет всех наблюдаемых явлений. В ряде случаев ослабленный слой либо отсутствует, либо его влияние пренебрежимо мало  $^{74}$ . Опыты с вырезкой малых образцов  $^{84, 91}$  показывают, что эффект изменения межплоскостных расстояний является объемным. Наблюдаемые «поверхностные» эффекты обусловлены, по-видимому, технологическими причинами  $^{71, 74}$ . Гипотеза Гринафа  $^{62}$  дает значения  $\Delta d/d$ , на порядок меньшие наблюдаемых; в лучшем случае этот эффект накладывается  $^{83}$  на основную зависимость, хорошо объясняемую гипотезой Вуда  $^{60}$ . Так как значения  $\Delta d/d$  (по Гринафу) почти не превышают ошибок эксперимента, окончательное суждение о существовании описанного им эффекта в настоящее время составить невозможно. Гипотеза слабых областей матрицы и сильных приграничных областей  $^{80}$  удовлетворительно объясняет наблюдаемые явления.

#### 3. ИЗУЧЕНИЕ РАСШИРЕНИЯ РЕНТГЕНОВСКИХ ЛИНИЙ

#### 3.1. Возможные причины размытия линий

Макроупругая деформация поликристаллического образца должна вызывать незначительное обратимое расширение рентгеновских линий, если отдельные кристаллиты, составляющие образец, обладают анизотронией упругих свойств. На это обстоятельство было указано Аксеновым и экспериментально подтверждено Лилем 113, Шаалем 105, Аксеновым и Мощанским 106, Брассе и Мёллером 107.

Значительно сильнее расширяются рентгеновские линии в результате иластической деформации. В первых работах, посвященных этому вопросу, эффект размытия целиком связывался с развитием микроискажений структуры, характеризующихся изменением межплоскостных расстояний  $\Delta d/d$ , и с возникновением микронапряжений (остаточных напряжений второго рода  $^{107-111}$ ), соответствующих этим микроискажениям  $^{109-119}$ . Относительное изменение межплоскостных расстояний  $\Delta d/d$  определялось из формулы

$$\beta_s = 4 \frac{\Delta d}{d} \operatorname{tg}\vartheta, \tag{3.1}$$

где  $\beta_s$  — расширение линии, вызванное пластической деформацией.

Сэответствующие микронапряжения о; подсчитывались либо по формуле Секито 114, выведенной в предположении линейного напряженного состояния:

$$\sigma_i = E \frac{\Delta d}{d} , \qquad (3.2)$$

либо по формуле Каглиотти — Закса <sup>111</sup>, полученной для случая всестороннего растяжения (сжатия):

$$\sigma_{i} = \frac{3}{\lambda} \frac{\Delta d}{d} = \frac{E}{1 - 2\mu} \frac{\Delta d}{d} , \qquad (3.3)$$

где у - сжимаемость.

С пругой стороны, Селяковым 120 и Шеррером 121 было показано, что если размер частицы (области когерентного рассеяния) в направлении, перпендикулярном к отражающей плоскости, равен D, то ширина рентгеновской линии будет определяться формулой

$$\beta_p = \frac{\lambda}{D\cos\vartheta} . \tag{3.4}$$

В противоположность гипотезе микронапряжений, Вуд 126-127 полагал, что расширение линии при пластической деформации обусловливается только измельчением областей когерентного рассеяния (блоков), причем каждому виду пластической обработки отвечает наименьший возможный размер блоков, по достижении которого рост пластической деформации не приводит к дальнейшему измельчению, так как происходит рекристаллизания уже в процессе пластического деформирования 126.

Критерием причины размытия линий в указанных работах служило наличие линейной зависимости  $\beta$  от величины  $tg\,\vartheta$  (уравнение (3,1)) или  $\lambda$  sec  $\vartheta$  (уравнение (3,4)). Так, Смит и Стикли 128 установили, что для вольфрама  $\beta$  линейно зависит от  $\operatorname{tg} \vartheta$ , в то время как зависимость  $\beta$  от  $\lambda\sec\vartheta$  дает отрицательную величину D для значений  $\lambda\sec\vartheta \longrightarrow 0.$  В противоположность этому, в работах 125, 127 наблюдалась зависимость β от λ согласно уравнению (3,4). Эта методика анализа причин расширения рентгеновских линий подверглась критике со стороны Вильямсона и Холла <sup>129</sup>, которые показали, что линейность зависимости β от tg ϑ или  $\lambda \sec \vartheta$  не может практически служить критерием природы расширения линий.

## 3.2. Поправка на геометрические условия съемки

Важное значение для получения надежных сведений о причинах расширения рентгеновских линий имеет способ нахождения «физической» ширины, т. е. способ исключения из общего расширения доли, вызванной инструментальными причинами.

В настоящее время наиболее распространенной является процедура поправок, предложенная Джонсом 130. Он показал, что если распределение интенсивности в опытной кривой описывается функцией h(x), причем интегральная ширина этой линии равна В, а соответствующие функции и интегральные ширины для «инструментальной» кривой и для «физической» кривой, обусловленной лишь несовершенствами в кристаллах, будут равны соответственно g(x), b и f(x),  $\beta$ , то с точностью до постоянного множителя

$$h(x) = \int_{-\infty}^{\infty} f(y) g(x - y) dy$$
 (3.5)

 $B = \frac{b\beta}{\int_{0}^{\infty} f(x) g(x) dx}.$ (3,6)

За эталон, т. е. образец, дающий д-кривую, обычно принимается отожженный образец из исследуемого материала.

Таким образом, для определения величины в необходимо знать вид  $f\left(x
ight)$  и  $g\left(x
ight)$ . Наиболее простой, но не всегда достаточно надежный способ нахождения  $\beta$  по известным B и b с помощью соотношения (3,6) заключается в подборе аналитических функций для f(x) и g(x). Связь

10 УФН, т. LXXIII, вып. 3

И

между B, b и  $\beta$  для различных функций h(x), g(x) и f(x), выбираемых разными авторами, представлена в таблице I, причем иногда удобнее эту

Таблица I Связь между В, b и β для различных случаев

Авторы	Вид функций g (x), f (a) и h(x)	Зависимость между В, в и в	Кривая на рис 6
Шеррер		$B = b + \beta$	1
Вуд и Речингер <sup>127</sup>	$(1+k^2x^2)^{-1}$	$B = b + \beta$	1
Уоррен и Биско <sup>122</sup>	$\exp\left(-k^2x^2\right)$	$B^2 = b^2 + \beta^2$	š
Джонс <sup>130</sup>	a) $g(x) = (1+x^2)^{-2}$ ,	$-\frac{\beta}{B} = 2p,  \frac{b}{B} = kp,$	2
	$f(x) = (1 + k^2 x^2)^{-1}.$	$p = \frac{2k^3 - k^2 + 1}{2(1 - k^2)}$	
	$g(x)$ определяется из опыта 6) $f(x) = (1 + k^2 x^2)^{-1}$ , в) $f(x) = \exp(-k^2 x^2)$	графики $\frac{\beta}{B} = f\left(\frac{b}{B}\right)$	4
Тэилор <sup>123</sup>		$\beta^2 = (B-b)(B^2-b^2)^{\frac{1}{2}}$	_
Шенинг, Никерк и Хоул <sup>121</sup>	$-g(x) = \frac{C_1}{(1+k_1x^2)^2},$ $h(x) = \frac{C_2}{(1+k_2x^2)^2}$	график $\frac{\beta}{B} = f\left(\frac{b}{B}\right)$	3
Лысак <sup>133</sup> ,	$g(x) = (1 + k_1 x^2)^{-2},$ $f(x) = (1 + k_2 x^2)^{-1}$	график $\frac{\beta}{B} = f\left(\frac{b}{B}\right)$	2

связь определять графически по зависимости  $\frac{\beta}{B} = f\left(\frac{b}{B}\right)$ , показанной на рис. 6. Следует иметь в виду, что в выражение (3,6) необходимо

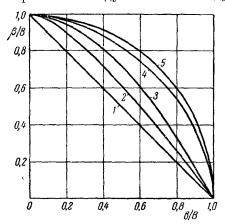


Рис. 6. Кривые для исправления ширины рентгеновских линий на инструментальное расширение. Обозначение кривых даны в таблице I.

нодставлять значения B и b, полученные уже после разделения  $K_{\alpha}$ -дублетов по одному из известных метонов  $^{36-32}, ^{130}, ^{131}$ .

Недостатком способа сравнения Джонса  $^{130}$  является невозможность совершенно точного подбора аналитических функций, описывающих реальный профиль рентгеновской линии. Выбор же различных функций может существенно изменить результаты, причем в более сильной степени для передних линий (т. е. больших b/B). Например, для b/B=0.8 значения  $\beta/B$  для кривых I и S (рис. 6) отличаются в три раза, тогда как для b/B=0.2 различие получается перядка 20%. Анализ погрешностей при использовании способа Джонса дан в работах  $^{132}$ ,  $^{133}$ .

В работе <sup>132</sup> (см. также <sup>134</sup>) Кохендорфер разработал абсолютный способ учета инструментальных ошибок, учитывающий влияние размера

диафрагмы коллиматора, щели фотометра,  $K_{\alpha}$ -дублета, «естественной ширины» спектральных линий, размера и формы образца, поглощения в образце. Абсолютный способ учета инструментальных ошибок был предложен также Берто  $^{135}$ .

Существенное повышение точности нахождения f-кривой может быть достигнуто при помощи гармонического анализа. Из теории преобразований Фурье известно  $^{136}$ , что если F(t) и G(t) являются трансформантами функций f(x) и g(x), т. е. являются коэффициентами рядов Фурье

$$f(x) = \sum_{-\infty}^{\infty} F(t) \exp\left(-2\pi i t \frac{x}{a}\right),$$

$$g(x) = \sum_{-\infty}^{\infty} G(t) \exp\left(-2\pi i t \frac{x}{a}\right),$$
(3.7)

 $-\frac{\mathbf{a}}{2}\div\frac{\mathbf{a}}{2}$ — интервал разложения, то трансформантой  $H\left(t\right)$  функции  $h\left(x\right)$  будет выражение  $F\left(t\right)G\left(t\right)$ , т. е.

$$H(t) = F(t) G(t). \tag{3.8}$$

Для нахождения коэффициентов  $H\left(t\right)$  и  $G\left(t\right)$  Шул <sup>137</sup> анпроксимировал профили рентгеновских линий функциями

$$g(x) = \exp(-m^2x^2),$$
 (3.9)

$$h(x) = \exp(-p^2x^2) + \tau \exp(-q^2x^2)$$
 (3.10)

и вычислил аналитически коэффициенты F(t). Однако этому способу свойственны указанные выше недостатки, связанные с необходимостью полбора аналитических функций.  $\S$ 

Стоксом  $^{138}$  был предложен свободный от этих недостатков численный метод нахождения коэффициентов H(t) и G(t), а следовательно и F(t), из экспериментальных h- и g-кривых с помощью штрипсов Липсона — Бевера. В отечественной литературе этот способ подробно изложен в книге Пинеса  $^{139}$ .

## 3.3. Раздельное определение эффектов расширения

Соотношения (3,5) и (3,6) могут быть легко использованы также для раздельного определения эффектов размытия, вызванных возникновением микроискажений и измельчением блоков. Действительно, если обозначить через s(x) и p(x) функции, описывающие распределение интенсивности в компонентах f-кривой, обусловленных соответственно влиянием микроискажений и измельчением блоков, а соответствующие интегральные ширины через  $\beta_s$  и  $\beta_p$ , то

$$f(x) = \int_{-\infty}^{\infty} s(y) p(x-y) dy$$
 (3.11)

И

$$\beta = \frac{\beta_s \beta_p}{\int\limits_{-\infty}^{\infty} s(y) p(y) dy}.$$
 (3,12)

Для того чтобы в явной форме найти связь между  $\beta$ ,  $\beta_s$  и  $\beta_p$ , из уравнения (3,12), необходимо задаваться видом s- и p-функций. Однако по сравнению с решением аналогичной задачи отыскания связи между

В, в и в здесь возникают дополнительные трудности, связанные с тем, что обычно «чистых» s- и p-кривых при изучении пластической деформации получить не удается, так как процессы дробления областей когерентного рассеяния сопровождаются развитием микроискажений. Вместе с тем, задаваясь тем или иным видом s- и p-функций, мы в известной мере предрешаем этим результат разделения.

Лысак <sup>140</sup> рекомендует отыскивать *s-* и *p-*функции на специально изготовленных образцах, дающих «чистые» эффекты только одного рода, в предположении, что в образце, где обе причины размытия присутствуют

одновременно, форма s- и p-кривых не изменится. Кохендорфер  $^{132}$ ,  $^{134}$  вместо интегральной ширины пользовался полушириной линии  $b_{1/2}$ , причем s-функцию брал в виде прямоугольника, а р-функцию в виде треугольника, что дает соотношение

$$b_{1/2} = \frac{b_p}{1 - \frac{b_s}{4b_p}} \quad \text{при} \quad b_s < 2b_p \\ b_{1/2} = b_s \quad \text{при} \quad b_s \geqslant 2b_p.$$
 (3,13)

и

Курдюмов и Лысак 141 принимали, что s- и p-кривые описываются функциями Гаусса; тогда

$$\beta^2 = \beta_s^2 + \beta_p^2. \tag{3.14}$$

Холл  $^{183}$  брал эти функции в виде  $(1+k^2x^2)^{-1}$ , что приводит к соотношению

$$\beta = \beta_s + \beta_p. \tag{3.15}$$

Лысак  $^{140}$  брал s-функцию в виде  $(1+k_1^2x^2)^{-2}$ , а p-функцию в виде  $(1+k_2^2x^2)^{-1}$ , в результате чего получается

$$\beta = \frac{(\beta_p + 2\beta_s)^2}{\beta_p + 4\beta_s} \,. \tag{3.16}$$

 $\Pi$ ля отыскания  $\Delta d/d$  и D необходимо иметь по крайней мере две рентгеновские линии, причем следует пользоваться двумя порядками отражения от одной плоскости в связи с возможной анизотропией  $\Delta d/d$  и D.

Дополнительно следует отметить еще и то обстоятельство, что при таком разделении эффектов блочности и микроискажений существенную роль играет не только выбор s- и p-функций, но и способ выделения геометрического фактора. Дело в том, что причина размытия и доля каждого из эффектов определяются отношением размытий двух линий  $\frac{\beta_2}{\beta_1}$ , причем в общем случае

$$\frac{\sec \vartheta_2}{\sec \vartheta_1} \leqslant \frac{\beta_2}{\beta_1} \leqslant \frac{\operatorname{tg} \vartheta_2}{\operatorname{tg} \vartheta_1} \,. \tag{3.17}$$

Но величина  $\beta_{2}/\beta_{1}$  будет сильно различаться в зависимости от выбранного способа определения в, так как переход от одного из них к другому в основном сказывается на малоугловых отражениях, т. е. на  $\beta_1$  (рис. 6). Таким образом, задаваясь определенным видом функций g(x) и f(x), при нахождении величины в, исследователь тем самым в известной мере предрешает окончательный результат определения  $\beta_s$  и  $\beta_p$ .

Описанный способ разделения эффектов предполагает в случае изотропных блоков независимость величины D от индексов отражающей плоскости. Однако, как показал недавно Хачатурян 167, это не совсем так. Он рассмотрел связь между размером блока мозаики  $L_{6\pi}$  и размером

области когерентного рассеяния D. Оказалось, что  $D=L_{6\pi}$  только при  $L_{6\pi}\overline{a}\gg d$ , где  $\overline{a}$ —средняя разориентация блоков. Во всех остальных случаях  $D>L_{6\pi}$  вследствие наличия когерентной связи между соседними блоками. При  $L_{6\pi}\overline{a}>d$ 

 $D \approx L_{6\pi} + \frac{d}{\sqrt{2\pi}\,\bar{a}} \ . \tag{3.18}$ 

Это обстоятельство приводит к тому, что размер области когерентного рассеяния зависит от индексов дифракции и угловая зависимость компоненты  $\beta_p$  является средней между законом sec  $\vartheta$  и tg  $\vartheta$ ; в результате этого разделение эффектов размытия за счет микроискажений и измельчения блоков мозаики при помощи соотношений (3,1) и (3,4) становится неоднозначным.

## 3.4. Разделение эффектов методом гармонического анализа формы линий

Уоррен и Авербах  $^{142-147}$  предложили способ анализа, основанный на изучении формы f-линий, а не только ее интегральной ширины \*). Ими было показано, что распределение интенсивности f-линии может быть описано выражением

$$f(2\vartheta) = K \sum_{n} A_n(l) \cos 2\pi h_3 n + B_n(l) \sin 2\pi h_3 n, \tag{3.19}$$

где  $h_3=\frac{2a_3}{\lambda}\sin\vartheta$ — текущая координата в обратном пространстве;  $A_n$  и  $B_n$ — коэффициенты разложения  $f(2\vartheta)$  в интервале  $-\frac{1}{2}<\Delta l<\frac{1}{2}$ ; N— полное число ячеек (в освещенном рентгеновскими лучами объеме образца); l— индекс отражающей плоскости в системе (00l) обратной решетки, выбранной так, что l совпадает с нормалью к отражающей плоскости;  $a_3$ — период вдоль нормали к отражающей плоскости, причем  $l=\frac{a_3}{a}\; l_0=$ 

 $=rac{a_3}{a}~\sqrt{\Sigma h_i^2}$ , где  $h_i$  — обычные индексы отражающей плоскости. Практически коэффициенты  $A_n$  и  $B_n$  определяются способом, описанным ранее  $^{138}$ .

Для большинства металлов и даже неметаллов <sup>149</sup> расширение линий после пластического деформирования симметрично. Поэтому поскольку до сих пор при проведении анализа смещение линий, рассмотренное выше, в расчет не принималось, а просто новое положение пика линии считалось за начало отсчета, коэффициенты  $B_n$  принимались равными нулю. Обозначим через  $A_n^s$  коэффициенты Фурье для функции q ( $ne_n$ ), описывающей распределение микроискажений (относительной деформации)  $e_n$  в структуре, а через  $A_n^p$ —для функции p(j), описывающей распределение частиц по размерам, где j—число ячеек в «колонне»; тогда, согласно уравнениям (3,8) и (3,11),

$$A_n = A_n^s A_n^p, (3,20)$$

причем

$$A_n^{\rm s} = \overline{\cos\left(2\pi l Z_n\right)},\tag{3.21}$$

$$A_n^p = \frac{1}{N} \int_{j=n}^{\infty} (j - n + 1) p(j) dj.$$
 (3.22)

<sup>\*)</sup> В нашей литературе этот способ изложен в работах 139, 148.

Здесь и в дальнейшем черта сверху означает среднее,  $Z_{m n}$  — компонент смещения, выраженный в долях оси решетки по нормали к отражающей плоскости, причем

$$\dot{Z}_n = ne_n. \tag{3.23}$$

Функция  $q\left(ne_{n}\right)$  находится из соотношения

$$q(ne_n) = \int_{0}^{\infty} A_n^{s} \cos(2\pi l_0 Z_n) dl_0$$
 (3.24)

Авербах и Уоррен показали, что если  $Z_n$  мал или если  $q\left(ne_n\right)$ вается функцией Гаусса

$$q(ne_n) \sim \exp{-\frac{e_n^2}{2\overline{e_n^2}}}, \qquad (3.25)$$

TO

$$A_n^s = \exp\left(-2\pi^2 l^2 n^2 \bar{e}_n^2\right).$$
 (3,26)

Вильямсон и Смоллмен 159 считают, что

$$q(ne_n) \sim \left(1 + \frac{e_n^2}{\overline{e}_n^2}\right)^{-1},$$
 (3,27)

что дает

$$A_n^s = \exp\left(-2\pi l n \bar{e}_n\right),\tag{3.28}$$

где  $e_n$  — полуширина функции распределения Коши (3,27). Кохендорфер и Вольфштиг  $^{150}$  показали, что при достаточно малых nлюбое «колоколообразное» распределение с достаточной для практических

Рис 7. Зависимость коэффициентов  $A_n^{\rho}$ от расстояния L

Уназан способ определения  $\overline{D}$  и способ нахождения коэффициента  $A_n^p$  при наличии эффекта

«загиба» кривой  $a^{3,166} A_n^p = f(L)$ 

целей точностью может быть заменено кривой Гаусса (3,25).

Еще ранее Берто было показано <sup>151</sup>, что

$$\frac{dA_n^p}{dn}\Big|_{n=0} = -\frac{1}{\bar{N}_3} \tag{3.29}$$

И

$$\frac{d^2 A_n^p}{dn^2} = \frac{p(n)}{N} , \qquad (3.30)$$

где  $N_3$  — среднее число ячеек в ко-

Таким образом, проводя касательную к кривой зависимости  $A_n^p$ от n в точке n=0, можно найти  $\overline{N}_3$ , т. е. и средний размер «колонны» (блока)  $\overline{D} = \overline{N}_3 a_3$  в направлении, перцендикулярном к отражающей плоскости. Если построить зависимость  $A_n^p$  от расстояния в решетке  $L=na_3,$  то касательная отсечет на оси абсцисс отрезок, равный  $\overline{D}$  (рис. 7).

Раздельное определение  $A_n^s$  и  $A_n^p$  осуществляется при помощи соотношения (3,20) с учетом того, что  $A_n^p$  не должно зависеть от l, так что зависимость  $A_n$  от l при l=0 дает значение  $A_n^p$ . Так как, согласно (3,20),

$$\ln A_n = \ln A_n^s + \ln A_n^p, \tag{3.31}$$

то в случае распределения (3,25) зависимость  $\ln A_n$  от  $l^2$  должна быть примолинейной, а при распределении (3,27) примая линия получится в зависимости от l. Очевидно, определить  $A_n^s$  и  $A_n^p$  при неизвестной функции  $q\ (ne_n)$  можно только в том случае, если имеются отражения по крайней мере от трех порядков; если вид функции  $q\ (ne_n)$  известен, достаточно иметь два порядка отражения от плоскости (hkl).

Брассе и Меллер  $^{152}$ , применив  $K_a$  Мо-излучение и сцинтилляционный счетчик, получили на стали, что после пластической деформации на 5% при малых n для функции q ( $ne_n$ ) имеет место распределение Коши; рост n приводит к распределению Гаусса. После деформирования до 20% функция распределения близка к гауссовой кривой. Шоенинг п Никерк  $^{153, 154}$  на напиленном порошке из серебра и сплошных серебряных образцах также нашли, что q ( $ne_n$ ) описывается функцией Гаусса. В настоящее время в подавляющем большинстве работ берется именно эта функция.

В работе <sup>155</sup> Пинес описал способ определения  $A_n^s$  и  $\overline{D}$  при помощи только одного порядка отражения от плоскости (hkl). Так как

$$\frac{dA_n}{dn}\Big|_{n=0} = \frac{dA_n^p}{dn}\Big|_{n=0} , \qquad (3.32)$$

то проведение касательной к кривой  $A_n$  в точке n=0 позволяет определить средний размер «колонн»  $\overline{D}$ . Далее, пренебрегая распределением частиц по размерам, с помощью соотношения (3,20) можно найти и коэффициенты  $A_n^s$ . Второй способ, указанный Пинесом, заключается в аппроксимации q  $(ne_n)$  и p(j) аналитическими функциями.

q  $(ne_n)$  и p(j) аналитическими функциями. Гаррод и Олд <sup>14</sup> также использовали одно отражение для разделения эффектов размытия. Оказывается, что зависимость

$$-\frac{\ln A_n}{n} = f(n) \tag{3.33}$$

при малых n представляет собой прямую, из наклона и пересечения с осью ординат которой определяется  $\overline{e_n^2}$  и  $\overline{N}_3$ .

 $\Gamma$ аук и  $\Gamma$ уммель  $^{45}$  указали на возможность определения  $\overline{e_n^2}$  и из графика

$$\frac{1 - A_n}{n} = f(n), \tag{3.34}$$

построенного только для одного порядка отражения. Аналогичный способ описан Шивриным  $^{156}$ .

Для оценки особенностей метода Уоррена — Авербаха существенное значение имеют работы Естабрука и Вильсона  $^{157}$ , Гаррода, Бретта и Макдональда  $^{158}$ , Вильямсона и Смоллмена  $^{159}$ . В этих работах было показано, что неточное измерение ординат профиля рентгеновской линии вблизи линии фона, т. е. как раз там, где опибки измерения возрастают, существенно влияет на величину коэффициентов Фурье при малом n, и следовательно, может привести к большим опибкам в определении D и  $\sqrt{\overline{e_n^2}}$ . По-видимому, это особенно относится к кривым, полученным фотометодом, где проведение линии фона не может быть сделано достаточно точно, причем обычно наблюдается тенденция к завышению линии фона.

Гаук и Гуммель  $^{45}$  на образдах из чугуна и стали, а также на порошье из коллоидального серебра определяли D и  $\sqrt{\bar{e}_n^2}$  методами Кохендорфера  $^{132}$ , Холла  $^{183}$  и Авербаха — Уоррена. Для всех образдов последний метод дал значения  $\bar{D}$  и  $\sqrt{\bar{e}_n^2}$  на порядок большие, чем первые два метода и значения  $\bar{D}$ , определенные объективным способом на образде

из коллоидального серебра. Авторы объясняют такой результат чрезмерной чувствительностью метода Уоррена — Авербаха к положению линии фона и считают, что определение D и  $\sqrt{\overline{e_n^2}}$  при помощи интегральной ширины следует предпочесть методу Авербаха — Уоррена.

Однако наряду с этим в целом ряде работ обнаружено удовлетворительное совпадение результатов определения D и  $\sqrt[4]{\overline{e_n^2}}$  способами, использующими интегральную ширину, и способом Уоррена — Авербаха (см. табл. II).

Кохендорфер и Вольфштиг  $^{150}$  показали, что применение по крайней мере двух порядков отражения существенно повышает надежность определения  $\bar{D}$  и  $\sqrt{\overline{e_n^2}}$  по сравнению со способами, использующими только один порядок.

Важное значение для оценки методов, использующих для определения  $\overline{D}$  и  $\sqrt{e_n^2}$  только один порядок отражения, имеет анализ эффекта «загиба», описанного в работах Уоррена с сотрудниками <sup>165, 166</sup>. Кривая зависимости  $A_n^p$  от n н должна иметь отрицательной второй производной, так как это, согласно соотношению (3,30), не имеет физического смысла. Однако в действительности на реальных кривых наблюдается недопустимый загиб кривой в области малых n (см. рис. 7). Это объясняется  $^{3, 166}$  почти неизбежным завышением линии фона при построении профиля рентгеновской кривой. Для исключения этих систематических ошибок рекомендуется находить значения  $A_0^p$  путем экстраполяции прямолинейного участка кривой  $A_n^p$  до пересечения с осью ординат с соответствующим пересчетом остальных коэффициентов.

Кроме того, еще ранее Берто  $^{135}$  показал, что аналогичное искажение прямолинейной формы кривой  $A_n^p$  на начальном участке может происходить из-за влияния «конечного суммирования», т. е. из-за ограничения интервала суммирования. Последний при правильном выборе должен по крайней мере втрое перекрывать ширину линии.

Указанные эффекты могут недопустимо исказить результаты определения  $\overline{D}$  и  $\sqrt{\overline{e_n^2}}$  при помощи одного порядка отражения. Так, Смирнов <sup>168</sup>, используя метод Пинеса <sup>155</sup>, обнаружил, что четко выраженной касательной к кривой  $A_n$  не наблюдается, а при увеличении интервала разложения в 12,5 раза экспериментально определяемые значения  $\overline{D}$  могут отличаться на порядок. Вагнер <sup>169</sup> полагает, что способами одной линии пользоваться вообще нельзя.

#### 3.5. Изменение величины блоков и микроискажений при деформировании металлов

В настоящее время в большом количестве работ 129, 146, 156, 159, 163, 170, 177, 179, 180-185,188 установлено, что после пластического деформирования металлов в образце возникают как микроискажения, так происходит и измельчение областей когерентного рассеяния. Оба эффекта заметно растут с увеличением пластической деформации лишь до известного предела, после чего их рост замедляется.

Ровинский 172, 173 полагает, что при больших степенях пластической

Ровинский <sup>172, 173</sup> полагает, что при больших степенях пластической деформации дальнейшее измельчение не происходит из-за эффекта «схватывания», т. е. укрупнения слишком мелких блоков уже в процессе деформирования. На рис. 8 показано изменение блоков и микроискажений, полученное Ровинским для стали. Видно различие в величине эффектов

Материал	Состояние	По Кохендорферу <sup>132</sup>		s (x) и p (x)—функции Коши 183		s (x) и p (x)—функции Гаусса 141		Гармонический анализ		Лите-
		D·108,	$\frac{\Delta d}{d} \cdot 10^{8}$	D·106,	$\frac{\Delta d}{d}$ . 103	D·108,	$\frac{\Delta d}{d}$ 103	D · 106, € cm	$\sqrt{\overline{e_n^2}}$ . 103	рату- ра
Кремнистая сталь 55 С <sub>2</sub>	Сжатие на 66,3%, напиленный по- рошок			20 ∞	2,28 $4,65$	3,3	2,35 $5,0$	2,8	2,1 4,6	162
Сталь 35 ХНМ	Растяжение до разрыва	3,5	0,67	_		7,5	1,8	3,0*)	1,3*)	160
Сталь Гадфильда	Сжатие 30%			6,0	0,7	_	_	4,0*)	1,5*)	161
Сталь 45	Сжатие 50% — на- грев при 450° С (10 мин.)					6,0	1,0	6,1*)	1,95*)	163
Сталь углероди- стая с 0,24% С	Растяжение 4%	>2	1,64	16	0,96	_		200 *)	2,5*)	45
Серый чугун	0,11	15	0,2	15	0,12		_	700	1,8	4.5
Сталь углероди- стая с 0,16% С	Нагружение в ма- кроупругой об- ласти	6,4	0,57			4,7	0,57	4,0	0,71	107
Вольфрам	Ненагруженный	9,8	0,16			5,9	0,72	2,7	0,41	10'
Серебро	Порошок			4,9 3,3	0,8 1,3	_		2,4 1,8	$\substack{2,5\\1,5}$	15
Никель	Порошок			23				5 (10) **)	7 (12)	25
Железо	Порошок							0,3(1,0)	3 (8)	15
Молибден	Порошок				,			$0,5$ ( $\infty$ )	4 (8)	15

<sup>\*)</sup> По одному порядку отражения. \*\*) В скобках указаны значения для случая распределения микроискажений по Коши, в остальных случаях—по Гауссу

в результате использования разных способов определенця  $\beta$ . Известны работы  $^{175-177}$ , в которых при больших степенях пластической деформации (порядка  $70 \div 80\,\%$ ) снова наблюдался рост  $\Delta d/d$ , сопровождающийся увеличением твердости H.

Обычно наблюдается  $^{176, 178, 179}$  прямая пропорциональность между величиной микроискажений  $\Delta d/d$  и твердостью материала H, отвечающей деформированному состоянию, равно как и между микроискажениями и пределом текучести в деформированном состоянии  $^{179-182}$ . Следует отметить, что предел текучести в деформированном состоянии практически

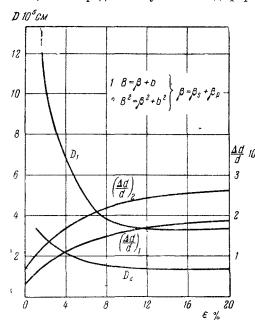


Рис 8 Зависимость D и  $\Delta d/d$  от степени деформации для стали 15  $^{173}$ .

совпадает с макроскопическим напряжением  $\sigma_m$ , действовавшим на образец перед разгрузкой. Подобная же прямолиненная зависимость наблюдается <sup>52</sup> <sup>112</sup>, <sup>113</sup> между общей шириной линии и характеристиками сопротивления пластическому деформированию  $\sigma_m$  и HПо Патерсону 180 при пластическом деформировании Al, Cu и Ni при  $\frac{\Delta d}{d}$   $0^3$  нормальных и пониженных температурах зависимость расширения линии от степени пластической деформации имеет такой же вид, как и кривая деформирования. Аналогичную зависимость наблюдали Давиденков и Смирнов 184 и Клявин и Смирнов 185 на N1, Mo, Fe и W (рис. 9).

В ранних работах на основании этих зависимостей делалось заключение о том, что микроискажения в значительной степени являются причиной упрочнения От этой прямолинейной точки зрения пришлось отказаться, так как

в ряде случаев <sup>115, 116 176 178, 186</sup> при отпуске пластически деформированных образцов микроискажения падают почти до нуля, в то время как твердость изменяется мало, либо даже растет

Курдюмов с сотрудниками <sup>176</sup>, <sup>178</sup>, <sup>186</sup> полагают, что микроискажения не являются непосредственной причиной высокой твердости и высокого сопротивления деформированию упрочненного металла, а служат лишь характеристикой предельной упругой деформации металла в микрообъемах.

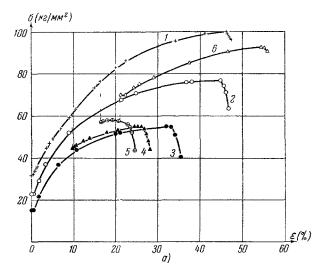
Васильев <sup>91, 92</sup> считает, что величина  $\Delta d/d$ , определяемая из компоненты расширения  $\beta_s$  по формуле (3,1), является мерой отличия «структурных» напряжений  $\sigma_{st}$ , действующих на отдельные области образца, от средних «структурных» напряжений  $\sigma_{st}$  (см. рис. 5).

«структурных» напряжений  $\sigma_{st}$  (см. рис. 5). Ровинский и Рыбакова  $^{172}$  нашли, что в значительном диапазоне деформаций имеет место соотношение

$$\frac{\Delta d}{d}D = \text{const} \to 4d. \tag{3.35}$$

Постоянство произведения  $\sqrt{\overline{e_n^2}}\ \overline{D}$  отмечают и Деспьюлс и Уоррен  $^{187}$ .

Ровинский и Рыбакова  $^{188}$  обнаружили на пластически деформированных стальных образцах прямую пропорциональность между пределом текучести в деформированном состоянии и величинами  $\left(\frac{\Delta d}{d}\right)^{1/2} D^{-1/2}$ , а также линейную зависимость твердости H от произведения  $\left(\frac{\Delta d}{d}\frac{1}{D}\right)^{1/2}$ .



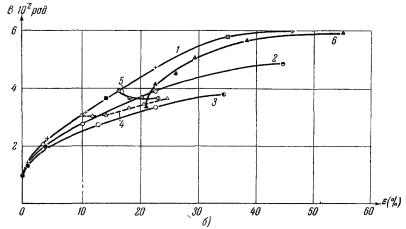


Рис. 9. Диаграммы растяжения никеля (a) и зависимость ширины рентгеновской линии 420 от степени деформации (b) при разных температурах  $^{185}$ .

I-2° K, 2-77° K; 3-300° K, 4 и 5-300° K после деформации при 4 2 K, 6-4, 2° K после деформации при 300° K

Последняя зависимость наблюдалась также в работе <sup>163</sup>.

Не обсуждая вопроса о роли измельчения областей когерентного рассеяния в упрочнении металлов при пластическом деформировании, рассмотренного в работах  $^{3, 161, 172, 178, 176, 177, 186, 189-191}$ , остановимся на возможности перехода от микроискажений  $\Delta d/d$  к соответствующим микронапряжениям. Как уже отмечалось, мысль о том, что знание микроискажений позволяет вычислить величину микронапряжений  $\sigma_i$ , высказывалась еще в первых работах, посвященных пластическому деформиро-

ванию. Другая крайняя точка врения вообще отрицает возможность определения напряжений в смысле теории упругости по данным о микроискажениях <sup>191</sup>. По теории дислокаций <sup>192</sup> поле микронапряжений есть не что иное, как дальнее поле дислокаций, созданных в процессе пластического деформирования.

Стокс и Вильсон 193 предположили, что микронапряжения  $\sigma_i$  распределены в поликристаллическом образце статистически изотропно. Если принять, что равновероятны все значения микродеформаций между нулем и наибольшим значением  $e_{\max}$ , то интегральная ширина  $\beta_s$  будет равна

$$\beta_s = 4e_{\max} \operatorname{tg} \vartheta, \tag{3.36}$$

что совпадает с выражением (3,1) при  $e_{\max} = \frac{\Delta d}{d}$ . В случае распределения микродеформаций, описываемого функцией Гаусса,

$$\beta_s = 2 \left(2\pi \overline{e^2}\right)^{1/2} \operatorname{tg} \vartheta. \tag{3.37}$$

В первом случае усреднение по всем направлениям с учетом только нормальных составляющих микронапряжений дало выражение

$$\beta_s \operatorname{ctg} \vartheta = A + B\Gamma,$$
 (3.38)

где A и B — функции микронапряжений и постоянных упругости,  $\Gamma$  — фактор ориентации для плоскостей (hkl). Во втором случае при усреднении принимались во внимание как нормальные, так и касательные компоненты тензора микронапряжений, что дало

$$\beta_s \operatorname{ctg} \vartheta = (A + B\Gamma)^{1/2}. \tag{3.39}$$

Авторы пришли к выводу, что малая точность экспериментальных данных не позволяет отдать предпочтение ни одному из обсуждаемых вариантов. хотя более вероятным кажется распределение Гаусса.

Блечман <sup>194</sup> рассмотрел различные варианты соотношения между микродеформациями и микронапряжениями. Для простейшей модели статистически изотролного распределения микронапряжений он получил:

$$e = (s_{11} + 2s_{12}) \sigma_i, \tag{3.40}$$

где  $s_{11}$  и  $s_{12}$  — известные упругие постоянные, что совпадает с выражением (3,3). Автор полагает, что эта простейшая модель должна давать хорошее совпадение с опытом у пластически деформированного вольфрама.

Васильев <sup>91</sup> полагает, что компонент  $\beta_s$  позволяет найти не полное микронапряжение  $\sigma_i$ , а лишь его дисперсию  $\Delta \sigma_i$  (см. выше). причем  $\Delta \sigma_i$  определяется как

$$\Delta\sigma_i = \frac{E}{1+2\mu} \frac{\Delta d}{d} , \qquad (3,41)$$

где  $\Delta d/d$  определяется из формулы (3,1).

Гипотеза статистически изотропного распределения микронапряжений проверялась Смитом и Стикли<sup>128</sup> на деформированных α-латуни и вольфраме, Стоксом, Паско и Липсоном — на медном порошке, Меганом и Стоксом <sup>196</sup> — на порошках из железа, никеля, меди, серебра, алюминия и свинца; Холлом <sup>183</sup>, использовавшим данные работ многих исследователей, Олдом и Гарродом <sup>43, 44</sup> — на порошках и сплошных деформированных железных образцах; Уорреном и Авербахом <sup>145</sup> — на α-латуни. Во всех случаях произведение микродеформации на соответствующий модуль упругости оставалось постоянным, что подтверждает гипотезу статистически изотропного распределения σ<sub>1</sub>.

Шиврин  $^{156}$  в опытах со среднеуглеродистой сталью не получил подтверждения этой гипотезы. Следует отметить, что Шиврин пользовался значениями  $E_{hkl}$ , вычисленными для монокристалла  $^{197}$ , в то время как, например, в работе  $^{44}$  модули упругости вычислялись по способу Неерфельда  $^{41}$ .

Васильев  $^{91}$ , на пластически деформированных растяжением или сжатием образцах малоуглеродистой стали не обнаружил зависимости расширения линии от угла между плоскостью (hkl) и осью деформации, что также находится в согласии с гипотезой изотропного распределения микронапряжений, или дисперсии микронапряжений, по терминологии автора.

Рассмотрим вопрос о количественной связи вычисляемых из расширения линий микронапряжений с макроскопическими характеристиками сопротивления деформированию. Каглиотти и Закс  $^{112}$  на моно- и поликристаллических медных образцах получили, что микронапряжения составляют  $0.25 \div 0.33$  от  $\sigma_m$ . Курдюмов и сотрудники  $^{176}$  у легированного феррита нашли, что микронапряжения равны 0.3 от предела текучести в деформированном состоянии и примерно равны пределу текучести в недеформированном состоянии. Сандлер  $^{179}$  на железных образцах обнаружил, что микронапряжения также равны 0.3 от предела текучести в деформированном состоянии. К такому же выводу пришел Хоткевич с сотрудниками  $^{181}$ . Смит и Стикли  $^{128}$  на  $\alpha$ -латуни и вольфраме получили, что микронапряжения равны временному сопротивлению металла; такой же результат получили Меган и Стокс  $^{196}$  на порошках из железа, никеля, меди, серебра, алюминия и свинца. Следует отметить, что еще Аркель  $^{109}$  предполагал равенство микронапряжений пределу текучести в деформированном состоянии. За исключением работы  $^{111}$  микронапряжения вычислялись по формуле (3,2), где брался либо «макроскопический» модуль упругости  $E_m$ , либо модуль  $E_{hyl}$ , вычисленный для монокристального образца.

В указанных выше работах в основном выяснялась физическая природа эффектов, приводящих к расширению рентгеновских линий. Кроме того, имеется ряд работ, в которых путем использования описанных методик изучались микроискажения и измельчение блоков в результате усталости 198-202, ползучести 160, 203, 204, облучения 205-209, поверхностного

наклепа <sup>210-213</sup>, кавитации <sup>214</sup>.

#### 4. ВЛИЯНИЕ ОШИБОК УПАКОВКИ НА ДИФРАКЦИЮ РЕНТГЕНОВСКИХ ЛУЧЕЙ

В последние годы было показано, что расширение рентгеновских линий и их смещение может происходить не только из-за рассмотренных выше причин, но также и вследствие ошибок упаковки в кристаллической решетке. При этом оказалось, что в различных типах кристаллических решеток ошибки упаковки влияют на изменение рентгенограмм по-разному. В настоящей работе будут рассмотрены лишь структуры с решетками транецентрированного (г. ц. к.) и объемноцентрированного (о. ц. к.) кубов \*).

## 4.1. Решетка г. ц.к.

Существует два вида плотноупакованных структур — г. ц. к. и г. п. у.; атомы в них уложены плотнейшим образом. Укладка атомов при плотной упаковке показана на рис. 10. Если имеется один слой плотноупакованных атомов (слой A), то атомы следующего слоя могут занимать либо

<sup>\*)</sup> Влияние ошибок упаковки в случае гексагональной плотноупакованной  $\mathfrak{r}(\mathbf{r}.\ \mathbf{u}.\ \mathbf{y}.)$  решетки см. в работах  $^4,^{215}.$ 

положения B, либо C. Оба эти расположения слоев дадут плотноупакованную структуру. Структура г. ц. к. получается из последовательности ABCABC... (рис. 11, a), когда четвертый слой располагается над первым,

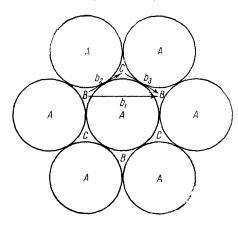


Рис. 10. Расположение атомов в плоскости плотной упаковки решетки г. ц к.

$$(\mathbf{b}_1 = \frac{1}{2} a \ [10\overline{1}], \ \mathbf{b}_2 = \frac{1}{6} a \ [2\overline{11}],$$

$$\mathbf{b}_3 = \frac{1}{6} a \ [11\overline{2}]).$$

тогда как в структуре г. п. у. третий слой расположен вертикально над первым слоем, т. е. соблюдается последовательность ABABAB... (рис. 11.6). В решетке г. ц. к. плотноупакованными являются плоскости (111), в г. п. у—плоскости базиса.

Отклонения от нормального порядка чередования атомных плоскостей являются ошибками в порядке их упаковки\*). В решетке г. ц. к. нарушенной является всякая последовательность из трех атомных плоскостей (111), которая не имеег порядок ABC или CBA. Примеры возможных ошибок упаковки приведены на рис. 11. Если слой B, следующий за слоем А, становится в поло-С, то будем иметь вую дефектную последовательность АВСАСАВС..., которая содержит четыре слоя решетки г. п. у. (рис. 11,  $\theta$ ). Такую ошибку называют <sup>216, 217</sup> ошиб-

кой типа вычитания (intrinsic fault), она образуется, если из правильной последовательности удалить один слой (в данном случае В). Если каждый последующий слой после первой ошибки будет смещен по тому же за-

кону, мы получим последовательность ABC(A)CBA..., которая представляет двойник в структуре г. ц. к. (рис.  $11, \partial$ ). Две последовательности ABC и CBAописывают решетку г. ц. к. одинаково хорошо, т. е. здесь имеется только одно нарушение CAC, которое называют ошибкой роста или двойниковой ошибкой (когерентной двойниковой границей). Наименьший возможный двойник содержит два слоя. В буквенных обозначениях это ABCACBCA, где слои BCACB образуют двойник. Такой дефект называют ошибкой упаковки типа внедрения (extrinsic fault); он образуется, если в правильную последовательность вставить еще одну плоскость (в данном случае C). Ошибки типа

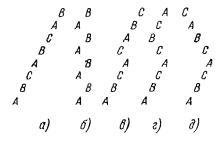


Рис. 11 Расположение атомов в плотноупакованных плоскостях.

а) Правильная решетка г ц к , б) правильная решетка г п у , в) ошибка типа вычитания (простая деформационная опибка), г) ошибка типа внедрения (двойная деформационная опибка), б) опибка роста, или двойникован опибка

вычитания и внедрения имеют по две двойниковые границы. Поскольку они получаются в результате пластической деформации, их часто называют деформационными ошибками.

Барретт <sup>218</sup> впервые обратил внимание на то, что при пластической деформации в некоторых металлах и сплавах появляются ошибки упа-

<sup>\*)</sup> В дальнейщем ощибки в укладке **плот**ноупакованных плоскостей мы часто будем называть просто ошибками.

ковки, которые могут приводить к расширению рентгеновских линий. Исходя из качественных результатов по изменению отношения расширений  $\frac{\beta_{200}}{\beta_{111}}$  после деформации, он пришел к выводу, что расширение от ошибок упаковки игнорировать нельзя.

Патерсоном  $^{219}$  задача о влиянии ошибок упаковки типа вычитания на ширину и положение рентгеновских линий была решена количественно в предположении, что каждый кристалл содержит ошибки только в одном ряду параллельных плоскостей, причем каждая ошибка распространяется на весь кристалл. Оказалось, что влияние ошибок упаковки зависит от индексов отражающей плоскости, причем, если h+k+l=3N, где N-1 целое число, то отражение не размывается и не смещается, если же h+k+1=3N+1, то получается размытое отражение, смещенное в сторону

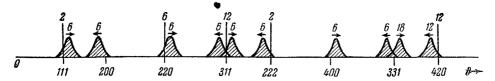


Рис. 12. Влияние деформационных ошибок на рентгенографическую картину 21

больших или меньших углов соответственно. Например, плоскости (111) и  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$  дают неразмытые и несмещенные компоненты, остальные же плоскости  $\{111\}$  — размытые, смещенные в сторону больших углов. Рассматривая, таким образом, все семейства (hkl), можно получить полную картину влияния ошибок упаковки. Схематически это показано на рис. 12, где вертикальные линии показывают не размытые, а заштрихованные площади — размытые компоненты. Стрелками показано направление смещения, а указанные цифры определяют число компонент.

Если обозначить вероятность нахождения ошибки упаковки в любом данном слое через  $\alpha$  (т. е. одна ошибка приходится на  $\alpha^{-1}$  плоскостей), то получаются следующие количественные соотношения  $^{219}$ :

1) расширение в отдельной компоненты симметрично, причем

$$\beta = 3 \frac{1 - [1 - 3\alpha (1 - \alpha)]^{1/2}}{1 + [1 - 3\alpha (1 - \alpha)]^{1/2}}; \tag{4.1}$$

2) для  $\lceil h + k + l \rceil = h_3 = 3N \pm 1$  смещение линии равно

$$\Delta \left( 2\vartheta^{0}\right) =\pm \frac{-270\sqrt{3}\cos^{2}\varphi}{\pi^{2}h_{3}} \alpha \operatorname{tg}\vartheta_{0}, \tag{4.2}$$

где ф — угол между нормалями к отражающей плоскости -и плоскости (111), на которой находится ошибка упаковки.

Максимальное размытие имеет место при  $\alpha=0.5$ . По мере дальнейшего увеличения  $\alpha$  расширение уменьшается, и положение линии приближается к отражению для совершенного кристалла двойниковой ориентации ACBACB... Можно получить значения  $\alpha$  и методом гармонического анализа. Согласно Патерсону, если рассматривать линию, состоящую из одного типа размытых компонент, то коэффициенты Фурье определятся выражением

$$A_n = \{ [1 - 3\alpha (1 - \alpha)]^{1/2} \}^n. \tag{4.3}$$

Тогда —  $\left(\frac{dA_n}{dn}\right)_{n=0}=\ln\left[1-3\alpha\left(1-\alpha\right)\right]^{1/2}$  отлично от нуля при  $\alpha\neq0$ , что означает, что влияние ошибок упаковки на кривую  $A_n=f(n)$  качественно подобно влиянию дисперсности. Можно определить  $\alpha$  и по смещению линий из соотношения

$$\frac{B_n}{A_n} = \pm \operatorname{tg} n \left[ \operatorname{arctg} \sqrt{3} \left( 1 - 2\alpha \right) + \frac{2\pi}{3} \right], \tag{4.4}$$

справедливого опять-таки, когда все компоненты имеют одинаковое распределение интенсивности (следует отметить, что при вычислении коэффициентов Фурье в качестве нулевой точки должен быть взят угол Вульфа — Брэгга  $\vartheta_0$ ). Влияние деформационных ошибок на дифракционную картину рассмотрено также Уорреном и Уоркойсом <sup>165</sup>.

Касаясь влияния двойниковых ощибок, Патерсон  $^{219}$  отмечал, что в этом случае размытие линий должно быть асимметричным. Более подробно одновременное влияние деформационных и двойниковых ошибок было рассмотрено позднее Гиверсом  $^{220}$  и Вагнером  $^{221}$ . Не останавливаясь на выводе, рассмотрим лишь полученные результаты. Для оценки количества двойниковых ошибок вводится величина  $\beta$ , аналогичная  $\alpha$  для деформационных ошибок. Оказывается, что для малых  $\alpha$  и  $\beta$  смещение линий определяется соотношением (4,2), полученным Патерсоном. Однако размытие становится песколько иным. В этом случае

$$-\left(\frac{dA_n}{dn}\right)_{n=0} = \frac{1}{2} \left(3\alpha + 2\beta\right),\tag{4.5}$$

или, так как обычно коэффициенты определяются в зависимости от L,

$$-\left(\frac{dA_L}{dL}\right)_{L=0} = \frac{3\alpha + 2\beta}{2d_{111}}\cos\varphi,\tag{4.6}$$

где  $d_{111}$  — межплоскостное расстояние для плоскостей (111). При этом оказывается, что размытие линий асимметрично, причем для малых  $\alpha$  и  $\beta$ 

$$\frac{B_n}{A_n} = \frac{\beta}{\sqrt{3}} \,. \tag{4.7}$$

(В данном случае при определении коэффициентов Фурье в качестве нулевой точки следует взять положение максимума смещенного пика; именно поэтому данное отношение характеризует асимметрию пика, а не смещение, как в (4,4).) Все эти выражения справедливы для одной отдельной компоненты.

. В случае поликристаллов (или порошков) мы наблюдаем наложение всех интерференционных линий системы hkl, т. е. для определения  $\alpha$  и  $\beta$  по размытию и смещению линий на рентгенограммах необходимо использовать усредненные выражения

$$-\left(\frac{dA_L}{dL}\right)_{L=0} = \frac{3\alpha + 2\beta}{2d_{111}} j \overline{\cos \varphi}, \tag{4.8}$$

$$\overline{\Delta (2\vartheta^{\circ})_{hhl}} = \overline{G}\alpha j \operatorname{tg} \vartheta_{0}, \tag{4.9}$$

где j — доля плоскостей  $\{hkl\}$ , подверженных влиянию ошибок упаковки

$$G = \pm \frac{270\sqrt{3}\cos^2\varphi}{\pi^4 h_3} = \pm 90\sqrt{3} \frac{h_3}{\pi^2 l_0^2}.$$
 (4,10)

Таблица III

В таблице III даны значения j,  $j \cos \varphi$  и  $j \overline{G}$  для некоторых плоскостей. Из этой таблицы видно, что определение  $\beta$  по асимметричному размытию линий является делом весьма трудным, так как асимметрия всегда возникает вследствие различного смещения разных компонент из-за деформационных ошибок. Единственным отражением, которое не становится асимметричным из-за деформационных ошибок, является пик 200, по которому и сле-

дует определять β.
В общем случае, когда происходит размытие как из-за присутствия опибок упаковки, так и вследствие дисперсности оказывается <sup>221</sup>,

$$-\left(\frac{dA_{L}}{dL}\right)_{L=0} = \frac{1}{\overline{D}} = \frac{1}{D_{p}} + \frac{3\alpha + 2\beta}{2d_{111}} \overline{\cos \varphi} \cdot j, \quad (4.11)$$

где  $\overline{D}$  — экспериментально определяемый («эффектив-

Значения  $_{7}$ ,  $_{1}$   $\overline{\cos \varphi}$  и  $_{1}\overline{G}$  для различных отражений  $_{166}$ 

hkl	2	j cos φ	$\jmath \overline{G}$
111	3/4	1/4	+3,95
200	1	$1/\sqrt{3}$	<del>7,90</del>
220	1/2	$1/\sqrt{6}$	+3,95
311	1/2	$\frac{1}{2}\sqrt{3/11}$	1,44
222	3/4	1/4	1,98

ный») размер блоков без учета ошибок упаковки, а  $D_{\rho}$  — истинный размер блоков. Если считать, что расширение, аналогичное наличию малых блоков и вносимое ошибками упаковки, как бы обусловлено неким фиктивным (кажущимся) размером

$$D_F = \frac{2d_{111}}{3\alpha + 2\beta} \frac{1}{I \cos \varphi} \,, \tag{4.12}$$

то имеем

$$\frac{1}{\overline{D}} = \frac{1}{D_p} + \frac{1}{D_F} \,. \tag{4.13}$$

В последние годы многие исследователи использовали полученные зависимости для изучения ошибок упаковки в деформированных металлах и сплавах. Значения  $\alpha$  и  $\beta$ , полученные различными авторами, приведены в таблице IV.

Видно, что во многих деформированных металлах и сплавах наблюдается значительная концентрация ошибок упаковки (до одной ошибки на 20 плоскостей), причем число их увеличивается с понижением температуры деформации и при увеличении содержания второго компонента в сплавах. В таблице IV для сравнения приведены также «эффективные» размеры блоков, полученные из опытов методом гармонического анализа, и значения, рассчитанные по формуле (4,12). Получается, что величины блоков, определяемые из опыта, почти целиком обусловлены эффектом ошибок упаковки. Это весьма важный результат, который говорит о том, что в материалах рассмотренного класса необходимо обязательно учитывать влияние ошибок упаковки на расширение линий. Однако в нашей литературе нам не известны работы, в которых учитывалось бы это влияние. Учет ошибок не производился <sup>228</sup> даже тогда, когда наблюдалась анизотропия в экспериментально определяемой величине блоков для сплава Cu +13 % Al. Между тем полученные в этой работе относительные размеры блоков  $\widehat{D}(111):\overline{D}(100):\overline{D}(110){=}1:0.5:0.6$  близки к отношению 1:0,43:0,6, получающемуся из-за ошибок упаковки.

11 УФН, т. LXXIII, вып. 3

Каким образом могут образовываться ошибки упаковки в структуре г.ц.к.? Можно представить себе три способа<sup>229</sup>:

а) Сдвиг по плотноупакованной плоскости. Считается, что макроскопическое скольжение в направлении [101] состоит из зигзагообразных

									Таолица		IV
Значения	α,	β,	$ar{D}$	и	$D_F$	для	металлов	$\mathbf{c}$	решеткой г. п	ζ.	к

Материал и его состав	α-103	β- 103	D <sub>F</sub> (111),	D (111), Å	Лите- ратура
Cu	7 4 4 3,3		1665	1000	222 224 223 226
Cu*)	11,7—13,3 12,5	29	465 180	450 155	226 22 <u>1</u>
N <sub>1</sub>	3 1,65				223 226
N <sub>1</sub> *) Ag*) Cu+20% Zn +30% Zn	5,5 10 25 25	24 50	170 95	160 90	227 221 221
+35% Zn +8% Al +7,1% Sn	25 50 39 51 34	17 66,5	70 60 145	70 65 128	225 221 221 165 224 226
Al	0	0		320	233
*) Опилки чаях—при 20°	получены пр С.	ои —1	96°С, в о	остальных	слу-

движений атомов типа  $B \to C \to B$  (рис. 10) попеременно в  $\bar{\mathbf{b}}_2 = \frac{1}{6}$  [ $2\bar{1}1$ ] и  $\bar{\mathbf{b}}_3 = \frac{1}{6}a$  [ $11\bar{2}$ ]. Скольжение в направлении  $\bar{\mathbf{b}}_2$  создает нарушения упаковки типа ABCACABC... Таким образом, если единичная дислокация,

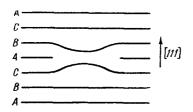


Рис. 13. Сидячая (полузакреа за пленная) дислокация.

лежащая в плоскости (111), разделится на две неполные дислокации (так называемые частичные дислокации Гейденрейха и Шокли) по реакции

$$\frac{1}{2}a[10\overline{1}] \rightarrow \frac{1}{6}a[2\overline{1}\overline{1}] + \frac{1}{6}a[11\overline{2}], \quad (4,14)$$

то между ними в плоскости скольжения образуется пластина ошибки упаковки. Дефект упаковки вместе со связывающими его дислокациями иногда называют растянутои дислокацией.

б) Удаление одной плотноупакованной плоскости и заполнение образовавшегося промежутка посредством сближения других плотноупакованных плоскостей (рис. 13). При этом получаются так называемые сидячие (полузакрепленные) дислокации. Практически это может происходить путем захлопывания полости из вакансий или путем деления единичных

дислокаций, например,

$$\frac{1}{2} a [110] \longrightarrow \frac{1}{3} a [111] + \frac{1}{6} a [11\overline{2}]. \tag{4.15}$$

в) Внедрение лишней плотноупакованной плоскости путем осаждения дислоцированных атомов на плоскости (111).

Из рассмотренных механизмов следует, что ошибка упаковки скорее будет занимать некоторую область на плоскости, а не всю плоскость, как это предполагалось при расчетах. В работе  $^{224}$  отмечается, что в реальном случае необходимо еще учитывать эффекты от поля напряжений полудислокаций, и считается в связи с этим, что физическая интерпретация  $\alpha$  еще до конца не ясна.

В кристаллах с решеткой о. ц. к. наиболее важными системами скольжения являются (110) [111] и (112). [111], но только в случае последней могут образовываться деформационные или двойниковые ошибки. Порядок упаковки плоскостей (112) можно записать как последовательность из

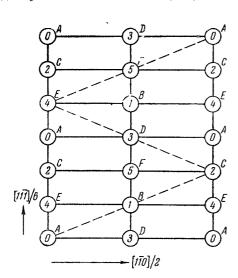


Рис. 14. Проекция структуры о. ц. к. на плоскость (112).

Число указывает номер слоя над нулевым слоем, а пунктиром показана последовательность в правильной решетке о. ц. к.

шести слоев в виде ABCDEFABCD... (рис. 14 и 15, a), причем слои смещены относительно друг друга на вектор с компонентами  $\frac{1}{6}$  [11 $\overline{1}$ ] и  $\frac{1}{2}$  [1 $\overline{1}$ 0].

Эта последовательность слоев полностью определяет порядок упаковки. Ошибка упаковки имеет место тогда, когда, скажем, за слоем D

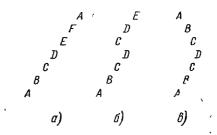


Рис. 15. Порядок упаковки плоскостей (112) в решетке о. ц. к. а) Правильная структура; б) деформационная опибка; в) двойниковая опибка.

вместо E следует опять C (рис. 15,  $\delta$ ). К такой последовательности, например, может привести зо наличие сидячей дислокации в решетке о.ц.к., образующейся по реакции

$$\frac{1}{2}a[111] \longrightarrow \frac{1}{3}a[112] + \frac{1}{6}a[11\overline{1}]. \tag{4.16}$$

Если ошибка упаковки следует на каждой последующей плоскости, образуется двойниковая ошибка (рис. 15,  $\epsilon$ ).

Влияние ошибок упаковки в структуре о.ц.к. на положение и форму линий на рентгенограммах было рассмотрено в работах Херша и Отта<sup>231</sup> и Гантерта и Уоррена<sup>166</sup>. Ими было показано, что в случае отдельного отражения от одной плоскости деформационные ошибки дают смещение пика и его размытие, тогда как двойниковые ошибки лишь размывают пик

и делают его асимметричным. Для поликристаллов (порошков) после усреднения влияния всех компонент оказывается, что смещение рентгеновских отражений близко к нулю, а асимметрия слишком мала, чтобы быть замеченной экспериментально.

Однако оба типа ошибок приводят к расширению отражений, зависящему от индексов плоскости. Если ввести орторомбические индексы

$$H = h - k$$
,  $K = \frac{1}{2}h + \frac{1}{2}k + \frac{1}{2}l$ ,  $L_0 = -h - k + 2l$ , (4.17)

то оказывается, что отражения размываются в случае  $k=3N\pm 1$ , где N- целое число, и остаются неразмытыми при k=3N. Для ноликристалла имеет место наложение размытых (b) и неразмытых (u) компонент, так что в результате получается эффект, аналогичный влиянию на размытие дисперсности с неким фиктивным размером

$$D_F = \frac{al_0}{1.5\alpha + \beta} \frac{\sum_b 1 + \sum_u 1}{\sum_b |L_0|}, \qquad (4.18)$$

где  $\alpha$  и  $\beta$  имеют прежний смысл, только в решетке о. ц. к. Величина  $(\sum\limits_{b}1+\sum\limits_{u}1)$  равна фактору повторяемости плоскости (hkl) в кубической решетке. В общем случае

$$-\left(\frac{dA_L}{dL}\right)_{L=0} = \frac{1}{\overline{D}} = \frac{1}{D_p} + \frac{1}{D_F}.$$
 (4.19)

Так как оба типа ошибок дают аналогичный эффект размытия, то вероятности  $\alpha$  и  $\beta$  определяются не раздельно, а лишь в комбинации  $(1,5\alpha+\beta)$ . Абсолютные и относительные величины  $D_F$  для первых трех отражений приведены в таблице V. Кроме того, авторами <sup>166</sup> были проведены расчеты относительных размеров блоков в различных направлениях в предположении, что они ограничены параллельными некогерентными границами по плоскостям (211) или (110); эти размеры также показаны в таблице V.

 ${\rm Tafnna} \ {\rm V}$  Абсолютные и относительные значения  $D_F$  и  $D_{\mathcal{P}}$ 

hkl	$D_{F~ m acc}$	$D_{F m oth}$	D <sub>р отн</sub> границы по (211)	D <sub>р отн</sub> гранины по (110)
110	$3a/V \bar{2} (1,5\alpha+\beta)$ $3a/4 (1,5\alpha+\beta)$ $3a/V \bar{6} (1,5\alpha+\beta)$	2,83	1,13	0,94
200		1,00	1,00	1,00
211		1,63	1,09	0,98

Относительные значения  $\overline{D}$  и величина  $(1,5\alpha+\beta)$ , полученные разными авторами для различных металлов с решеткой о.ц.к., приведены в таблице VI.

Оказывается, что в некоторых материалах ошибки упаковки дают существенный вклад в размытие линий. Так, например, в β-латуни расширение из-за ошибок упаковки в два раза больше, чем расширение за счет дисперсности. Смещения рентгеновских линьй не было замечено ни на одном из порошков металлов с решеткой о.ц.к.

Материал	Состояние	Ĩ	отн		$(1,5\alpha+\beta)^*)$	Jure- parypa
		110	200	211		
β-латунь Ta W Mo Fe	Опилки 20° С { через 2 недели через 1 год Опилки — 183° С Опилки 20° С Опилки 20° С Опилки 20° С Опилки 20° С Опилки — 196° С	2,25 2,26 1,7 1,0 1,0 2,0 1,7	1 1 1 1 1 1	1,0 1,2 1,0 1,2 1,23	0,024 0,042 0,046 0,046 0,042 0,012	166 232 146 187

 ${\rm T}_{\bf a} {\rm f}_{\bf n} {\rm u}_{\bf q} {\rm a} \ {\rm VI}$  Значения  $\overline{D}_{\rm orth}$  и (1,5 $\alpha+\beta$ ) для металлов с решеткой о. ц. к.

#### 5. ИЗМЕНЕНИЕ ИНТЕНСИВНОСТИ РЕНТГЕНОВСКИХ ЛИНИЙ

## 5.1. Возникновение представлений об искажениях третьего рода и первые работы

Впервые снижение интегральной интенсивности отражений высоких порядков было замечено Генгстенбергом и Марком<sup>234</sup>. Они обнаружили, что отношение интенсивностей отражений 200 и 400 у различных металлов после прокатки заметно увеличилось (до 40%). По мнению авторов, это указывало на резкое ослабление линии 400. Сжимая пластически кристалны сильвина, КСІ, те же авторы <sup>235</sup> нашли, что после деформирования абсолютная интенсивность отражений 2-го и 4-го порядков от грани куба (100) увеличивается, а 6-го, 8-го и 10-го порядков — уменьшается, причем на отражениях высших порядков эффект проявляется гораздо сильнее.

В результате своих опытов Генгстенберг и Марк пришли к выводу, что интенсивность отражений меняется из-за искажений в кристаллической решетке и что по крайней мере часть этих искажений заключается в нерегулярном смещении атомов из их нормальных положений в решетке. Они считали, что такой эффект смещения должен понижать атомный фактор рассеяния так же, как это происходит из-за теплового движения. Тогда изменение интенсивности отражений будет определяться множителем  $\exp{(-2M)}$ , где

$$M = \frac{8\pi^2}{3} \overline{u^2} \frac{\sin^2 \theta}{\lambda^2} , \qquad (5,1)$$

а  $\overline{u}^2$  является средней величиной квадрата отклонения атомов от идеальных положений в решетке в направлении, перпендикулярном к отражающей плоскости. Эти нерегулярные смещения атомов были названы «замороженным тепловым движением». В нашей литературе они получили название искажений третьего рода  $^{110}$ .

Влияние деформации на интенсивность рассеяния рентгеновских лучей металлами привлекло в дальнейшем значительное внимание исследователей. Бойд <sup>236</sup>, изучая напиленный порошок бериллия, не обнаружил снижения интенсивности линий по сравнению с отожженным образцом.

Бриндли и Спирс  $^{237,238}$ , напротив, получили понижение интенсивности линий у напиленных порошков никеля, меди и Си — Ве сплава по сравнению с интенсивностью химически приготовленных порошков. Эффект возрастал с повышением порядка отражения. Полученные результаты для меди представлены на рис. 16, a (сплошная кривая) в виде зависимости  $\frac{f_T'}{f_T}$  от  $\frac{\sin \vartheta}{\lambda}$ , где  $f_T'$  и  $f_T$  являются произведением атомного и теплового факторов для напиленных и химически приготовленных порошков соответственно.

Аналогичное ослабление интенсивности у деформированной меди. возрастающее с увеличением порядка отражения, было обнаружено и Ровинским  $^{239}$  (рис. 16, б). Но он считал, что снижение интенсивности,

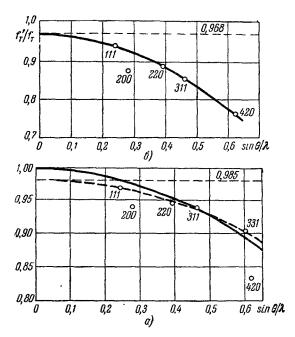


Рис. 16. Зависимость  $f_{\rm T}'/f_{\rm T}$  от  $\frac{\sin\vartheta}{\lambda}$  для меди.

найденное экспериментально, не может быть полностью представлено в виде характерной для температурного фактора показательной функции, а что есть еще снижение, одинаковое для всех линий, причем, по его мнению, это подтверждали и данные Бриндли и Спирса <sup>237</sup> (пунктирная кривая на рис. 16, a). Им было высказано предположение, TTO ослабление интенсивности отражений в результате деформации, характеризующееся экспоненциальным множителем, обуустойчивыми словлено  $\mathbf{He}$ смещениями атомов по отношению к положениям равновесия, а увеличением амплитепловых колебаний атомов в решетке деформированного металла (т. е. уменьшением характеристической температуры в). Искажения же третьего рода проявляются  $\mathbf{B}^{\hat{}}$ одинаковом

всех линий рентгенограммы снижении интенсивности. Последнее может быть объяснено тем, что часть вещества находится в практически аморфном состоянии. Аномальное поведение интенсивности отражений 200 и 420 (рис. 16) авторы <sup>237, 239</sup> связывали с анизотропией искажений, т. е. неодинаковым состоянием атомов в кристаллографических плоскостях. Позднее Ровинский <sup>240</sup> предположил, что такое поведение может быть обусловлено возникновением в решетке новой координации. В этой же работе он отмечал, что снижение интенсивности может быть обусловлено как уменьшением  $\theta$ , так и статическими искажениями решетки. Л. И. Васильев <sup>241</sup>, рассматривая этот вопрос, считал, что ожидать сколько-нибудь значительного изменения  $\theta$  в результате деформации нельзя.

В дальнейшем, исследуя родий, Бриндли и Риндли <sup>242</sup> обнаружили, что падение интенсивности при деформировании, наоборот, уменьшается с увеличением порядка отражения. Подобную зависимость они объяснили влиянием первичной экстинкции. Эффекта, который можно было бы

отнести на долю искажений решетки, замечено не было. В своей последующей работе <sup>243</sup>, сравнивая ранее полученные результаты<sup>237, 238, 242</sup>, они пришли к заключению, что и в случае Си и Ni имело место влияние экстинкции.

В работе Крицкой <sup>244</sup> кривая атомного фактора деформированного кобальта при сопоставлении с расчетной *f*-кривой недеформированного металла имела более низкое значение, убывающее с углом отражения по экспоненциальному закону. Атомный фактор плоскости (010) обладал аномально высоким значением.

В большинстве вышеперечисленных работ производилось абсолютное измерение интенсивности. Снижение относительной интенсивности отражений у деформированных металлов было обнаружено Брилем <sup>245</sup> на железе, Герприкеном и др. <sup>246</sup> на никеле и серебре, Уманским <sup>247</sup> на меди и алюминии, Ильиной и др. <sup>248</sup> на железе. В работе Боаса <sup>250</sup> после деформации золота интенсивность одних линий увеличивалась, других — уменьшалась, причем изменения не были связаны какой-либо закономерностью с углом отражения.

Сравнивая все упомянутые работы, можно видеть, что результаты, полученные в них, иногда различались очень сильно. Не до конца было ясно, какими причинами обусловлено изменение интенсивности в разных работах и какова зависимость изменения от угла отражения. Точная интерпретация, кроме того, была затруднена вследствие больших экспериментальных ошибок, присущих фотометоду, и неопределенности поправки на экстинкцию, попытка учесть которую была предпринята лишь в работе <sup>242</sup>. Однако вычисления скрытой энергии искаженной решетки по полученным в опытах смещениям атомов совпадали по порядку величины с энергией, определенной калориметрическим путем <sup>20,251</sup>. Поэтому в некоторых дальнейших работах было обращено особое внимание на исключение влияния экстинкции и точность экспериментов. Последнему способствовала новая методика регистрации рентгеновских лучей различного рода счетчиками, а также использование монохроматоров.

## 5.2. Дальнейшее развитие работ

а) Изучение деформированных металлов в виде порошков\*). Используя новую технику, Холл <sup>252\*</sup> заметил, что дифракционные линии от деформированных металлов имеют «хвосты», которые продолжаются гораздо дальше, чем считали ранее. Эти «хвосты» имеют малую интенсивность, но так как они распространяются на несколько градусов, интегральная интенсивность, представляемая ими, является достаточно большой. Холл считал возможным, что прежние исследователи могли не заметить этих хвостов и, следовательно, вследствие неправильного проведения линии фона их величины интегральной интенсивности линий от деформированных металлов были слишком малы, причем ошибка из-за этого эффекта будет возрастать с увеличением угла  $\vartheta$ .

Авербах и Уоррен<sup>253\*</sup>, исследуя порошок а-латуни, нашли, что интенсивность линии 400 после деформации не изменилась (рис. 17), линии с меньшим углом отражения увеличили свою интенсивность, а уровень интенсивности фона остался неизменным. Измеряя интенсивность линий при 350° С, они показали, что изменения, получающиеся в результате деформации, отличаются от изменений, к которым приводит тепловое движение (см. рис. 17). В первом случае линии расширяются и имеют очень

<sup>\*)</sup> Звездочкой обозначаются работы с применением регистрации рентгеновских лучей счетчиками.

длинные «хвосты», а уровень фона не изменяется. Во втором случае линии имеют гораздо меньшие «хвосты», уровень же фона заметно увеличивается. Считая, что увеличение интенсивности передних линий обусловлено уменьшением первичной экстинкции, влияние которой на отражение 400 уже пренебрежимо мало, авторы делают вывод, что деформация не меняет интенсивности линий. Аналогичные результаты были получены Мичелем и Хейгом 254\* на никеле. Деформация приводила к повышению

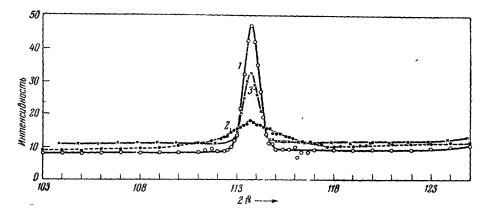


Рис. 17. Интенсивность отражения 400 латуни <sup>253</sup>. 1—огжиг при 350°, съемка—25°; 2—деформация при 25°; съемка—25°; 3—отжиг при 350°, съемка—350°.

интенсивности линий 111 и 200, а интенсивность линий 222 и 400 и уровень фона оставались неизменными.

Вагнер и Кохендорфер  $^{255*}$  измеряли интенсивность фона в очень большом интервале углов на монокристаллах Zn после растяжения до 32% и на поликристаллах Al и Ag после прокатки до 99%. Они установили, что изменения величины интенсивности не выходят за пределы погрешности опыта (+10%).

Авторы другой работы <sup>256\*</sup>, изучая дифракцию нейтронов на латуни, обнаружили, что с точностью до 1% интенсивность линий 111 и 200 после деформации остается постоянной. В этом случае использование нейтронов позволяло избежать влияния экстинкции. Не наблюдалось изменения интенсивности рассеяния рентгеновских лучей и на деформированном порошке вольфрама (0,75% тория)<sup>146\*</sup>.

Баттерман <sup>257\*</sup>, изучая порошок железа в недеформированном состоянии и после деформации в шаровой мельнице, установил, что атомный фактор рассеяния в обоих случаях одинаков и совпадает с теоретическим атомным фактором.

Ильина и Крицкая  $^{258}$ , напротив, обнаружили, что интенсивность рентгеновских отражений 110 и 220 от деформированного железа слабее, чем от недеформированного. Интенсивность отражений сравнивалась с интенсивностью линии 111 меди, подмешанной в порошок железа. В этой же работе, а также в другой  $^{259}*$ , применяя жесткое излучение (Мо), позволяющее проследить на большом числе отражений изменение интенсивности при деформировании металлов, авторы приходят к выводу, что их исследование полностью подтвердило существование закономерности  $\exp\left(-A\sum h_i^2\right)$  в ослаблении интенсивности, и что причиной ослабления является наличие искажений третьего рода. Следует отметить, что авторы наблюдали эффект увеличения определяемых искажений с возрастанием длины волны применяемого излучения.

Холл и Вильямсон <sup>260</sup>\*, исследуя алюминий, наблюдали повышение интенсивности передних линий при деформировании, а более высокоиндицированные интерференции своей интенсивности не меняли. Уровень фона после деформирования повышался. Повышение интегрального фона точно совпадало с уменьшением общей интенсивности пиков при учете поправки на экстинкцию. Суммарная интенсивность оставалась постоянной в пределах 1%. Авторы делают вывод, что вся экстинкция — вторичная. После внесения поправки на экстинкцию систематического изменения ослабления интенсивности с увеличением угла в не замечено; уменьшение для всех линий имеет среднюю величину порядка 7%.

Вейс<sup>261</sup> критиковал применяемые до него поправки на экстинкцию и получил новые, которые были пересмотрены и изменены Лэнгом<sup>262</sup>. Последний использовал поправки в следующем виде:

для первичной экстинкции

$$\left(\frac{f_{\rm b}}{f_{\rm T}}\right)^2 = 1 - g_1 f_{\rm T}^2 K_{\alpha} \tag{5.2}$$

и для вторичной

$$\left(\frac{f_{\theta}}{f_{\mathrm{T}}}\right)^{2} = 1 - g_{2} f_{\mathrm{T}}^{2} \frac{K_{\alpha}}{\sin 2\theta} , \qquad (5.3)$$

где  $f_{\rm T}$ — атомный фактор рассеяния, вычисленный теоретически,  $f_{\rm 0}$ — экспериментально полученная величина атомного фактора, не исправленная на экстинкцию;  $g_1$  и  $g_2$ — коэффициенты первичной и вторичной экстинкции, зависящие от размеров и углового распределения блоков,  $K_{\rm 0}$ — поляризационный фактор, который для монохроматического излучения, отраженного от кристалла под углом  ${\rm 0}$ , имеет вид

$$K_{\alpha} = \frac{1 + \cos^2 2\alpha \cos^4 2\theta}{1 + \cos^2 2\alpha \cos^2 2\theta} . \tag{5.4}$$

Применяя свои поправки к результатам работы  $^{260*}$ , Лэнг пришел к выводу  $^{262}$ , что ни одна из формул (5,2) и (5,3) полностью не оправдывает различия между наблюдаемыми и вычисленными интенсивностями для Cu и Al.

Вильямсон и Смоллмен  $^{263}$  пересмотрели данные работ $^{253*,\ 260*}$  с учетом новых поправок на экстинкцию. Они получили, что в случае AI и  $\alpha$ -латуни экстинкция преимущественно первичная, и после деформации имеется уменьшение интенсивности линий порядка  $(3\pm1)$ %. для AI и  $(6\pm2)$ % для  $\alpha$ -латуни. Авторы отмечают трудности при изучении интенсивности деформированных металлов, возникающие вследствие сильного размытия оснований дифракционных пиков, возможного их наложения и изменения фона.

Кохановской  $^{264}$  был предложен еще один метод определения искажений третьего рода, исключающий влияние микроабсорбции и дающий возможность принять во внимание — в первом приближении — влияние первичной экстинкции, используя формулу Вильхинского. Метод основан на измерении интенсивности трех, подходящим образом выбранных дифракционных линий, причем считается, что размеры блоков во всех направлениях одинаковы и что уменьшение интенсивности линий деформированных металлов определяется функцией exp (—2M). Подобная методика использовалась и в работах  $^{177}$ ,  $^{265}$ .

Поскольку не было единого мнения о природе экстинкции в деформированных металлах (в то время как учет ее обязателен при решении вопроса об изменении интенсивности из-за искажений в решетке), Батсурь, Ивероновой и Ревкевич <sup>266</sup>\* этот вопрос был детально рассмотрен для порошковых образцов, отожженных при разных температурах. Для учета

экстинкции использовались формулы (5,2) и (5,3). Оказалось, что при отжиге выше температуры рекристаллизации следует учитывать первичную экстинкцию, а в деформированных или отожженных при низкой температуре образцах основную роль играет вторичная экстинкция.

Этими же авторами недавно было показано  $^{267}$ \*, что, кроме уже отмеченных факторов, на изменение интенсивности линий должно влиять и наличие ошибок упаковки. Кристалл с одной ошибкой в последовательности слоев (111) можно представить себе состоящим из двух частей, сдвинутых друг относительно друга по осям X и Y на  $-\frac{1}{3}$  и  $\frac{1}{3}$  соответственно (оси X и Y— гексагональные оси, совпадающие с направлениями [011] и [101] в кубическом кристалле). Тогда интенсивность рассеяния такого кристалла может быть записана в виде

$$I \approx \overline{FF^*} = F_0^2 \left[ \frac{\overline{N_1^2}}{N^2} + \frac{\overline{(N-N_1)^2}}{N^2} + \frac{\overline{2N_1(N-N_1)}}{N^2} \cos \frac{2\pi (H-K)}{3} \right] , \quad (5.5)$$

где H и K—индексы отражающей плоскости в гексагональных осях, N—полное число слоев в кристалле,  $N_1$ —номер «слоя», в котором произошло нарушение упаковки\*). Черта сверху означает необходимость усреднения по положению ошибки, т. е. по значению  $N_1$ . После усреднения получается

$$T = \frac{\overline{FF^*}}{F_2^2} = \frac{2}{3} + \frac{1}{3}\cos 2\pi \left(\frac{H - K}{3}\right),\tag{5.6}$$

т. е. T=1 для плоскостей с индексами H-K=3n, а для плоскостей с  $H-K\neq 3n$  T=0,5. Далее при подсчете  $T_{hkl}$  учитывается, что на

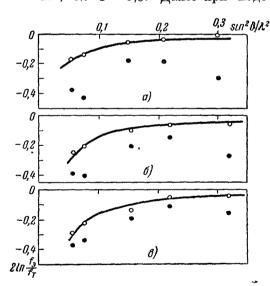


Рис. 18 Зависимость  $2 \ln \frac{f_0}{f_{\rm T}}$  от  $\frac{\sin^2 \theta}{\lambda^2}$  (см.  $^{267}$ ). a) Сплав Сп-Sn; б) медь сраву после деформации; медь после вылеживания в течение месяца при  $20^\circ$ .

дебаевское кольцо попадают отражения от плоскостей всей группы индексов  $\{hkl\}$ . В результате получается, что  $T_{111}=0.62; T_{200}=T_{400}=0.5; T_{202}=0.75; T_{311+222}=0.72.$  Если доля кристаллов, содержащих нарушение упаковки, равна  $\alpha$ , то интенсивность дебаевского кольца записывается в виде

$$I_{hhl} = I_{0hhl} (1 - \alpha + \alpha T).$$
 (5,7)

При этом оказывается, что даже при малом содержании опибок упаковки ( $\alpha = 0,2 \div 0,3$ ) изменение интенсивности весьма заметно.

На рис. 18 приведены кривые  $2 \ln \frac{f_0}{f_T} = \Phi \left( \frac{\sin^2 \theta}{\lambda^2} \right)$  для сплава Cu - Sn, отожженного в течение 10 минут при 218° С (a), и для двух образдов деформированной

меди: сразу же после деформации (б) и после вылеживания в течение месяца при 20° С (в). Экспериментальные точки (сплошные кружки) явно

<sup>\*) «</sup>Слоем» считается тройная группа слоев, образующих ячейку.

не укладываются на плавные кривые. Полые кружки были получены после введения поправки на наличие ошибок упаковки. Видно, что после исправления экспериментальные точки хорошо ложатся на теоретические кривые. При этом оказывается, что для сплава Cu-Sn  $\alpha=0.5$ , а для меди 0.35 и 0.2 соответственно  $(\delta)$  и  $(\epsilon)$ .

Ослабление интенсивности за счет искажений третьего рода в Cu—Sn авторами 267\* обнаружено не было. В меди же оказалось, что эти искажения могут быть, но могут и не быть обнаружены. Результат зависит от условий деформации напиливанием, исходного состояния материала и его чистоты. Кроме того, вылеживание при комнатной температуре может приводить к полному снятию искажений. Авторы считают, что искажения третьего рода снимаются при низких (даже комнатных) температурах, а может быть, и в процессе самой пластической деформации в материалах с низкой температурой рекристаллизации. В материалах с более высокой температурой рекристаллизации напряжения являются более устойчивыми. Измеренные в никеле статические смещения оказались порядка 0,1Å.

Таким образом, при рассмотрении результатов работ, выполненных и в последние годы, обнаруживается, что подчас они различаются очень сильно; даже более того, различная обработка одних и тех же результатов приводит к разным выводам. Основной причиной этого, видимо, является неоднозначность учета эффекта экстинкции. Прежде всего, как это было видно, трудно установить, какова экстинкция — первичная или вторичная, а во-вторых, выбрать наиболее правильную формулу ноправки. К тому же, по-видимому, часто обе экстинкции одновременно могут играть существенную роль.

Обобщая результаты, полученные в рассмотренных работах, можно сказать, что интенсивность рентгеновских линий у деформированных порошков \*) может изменяться в результате ряда причин, а именно: 1) фрагментации кристаллов, приводящей к изменению экстинкции; 2) возникновения искажений в решетке, связанных со смещением атомов из положений равновесия (искажений третьего рода); 3) возникновения ошибок упаковки слоев (ошибок деформации). Кроме того, к кажущемуся уменьшению интенсивности линий может привести неправильное проведение линии фона при неточном определении «хвостов» дифракционных линий. Неучет хотя бы одного из этих факторов может привести к неправильным выводам. В качестве примера важности учета экстинкции могут служить

Таблица VII Отношения интенсивностей <sup>267</sup>

Состояние образцов	$\frac{\gamma_1}{\gamma_2} = \left(\frac{I_{400}}{I_{200}}\right)_{\text{OTH}} / \left(\frac{I_{400}}{I_{200}}\right)_{\text{Де}} \Phi$		
	без поправки исправлено на эк		
Деформация	1,0 1,16 1,16 1,26	1,0 1,04 0,98 1,04	

результаты работы  $^{267*}$ . В таблице VII приведено отношение интенсивностей линий  $\frac{I_{400}}{I_{200}}=\gamma_1$  отожженных образцов меди, разделенное на такое же отно-

<sup>\*)</sup> Если считать, что в результате приготовления в них нет преимущественной ориентировки.

шение  $\gamma_2$  для деформированных образцов. Пара линий выбрана таким образом, чтобы отношение их интенсивностей не зависело от числа ошибок упаковки. Видно, что в результате отжига экспериментально измеренная величина отношения  $\frac{\gamma_1}{\gamma_2}$  увеличивается. Если отвлечься от возможного влияния экстинкции, то можно прийти к заключению о снятии при отжиге искажений третьего рода. Однако после введения поправки на экстинкцию оказывается (графа 2), что отношение остается постоянным. Возвращаясь в связи с этим к первым работам, рассмотренным в разделе 5.1, следует отметить, что анализ полученных в них результатов проводился без учета возможного влияния экстинкции (кроме работы  $^{242}$ ).

Безусловно, и в последних работах вопрос о поправках на экстинкцию решен не полностью. Так, Херш в работе з подчеркивает, что экстинкционные поправки для интегральной интенсивности вычислены только для кристалла бесконечных размеров, отражающие плоскости которого параллельны его поверхности, что, конечно, не имеет места в реальных кристаллах. Что касается формулы Экштейна для первичной экстинкции, используемой в работах  $^{262, 263, 266, 267}$ , то она получена для пика дифракционной кривой при рассеянии на сферической частице, а не для интегральной интенсивности. Херш считает, что применение этой формулы может быть удовлетворительным лишь для очень малых и очень больших углов. Кроме того, дальнейшие трудности заключаются в том, что любые несовершенства в областях порядка размера блока будут уменьшать экстинкцию. Такими несовершенствами могут быть: дислокации, распределенные беспорядочно или в виде скоплений; микроискажения, т. е. непостоянство параметра; скопление примесей и включений; группы вакансий и субмикротрещинок; ошибки упаковки. Пока не ясно, будут ли в этих случаях экстинкционные поправки иметь такой же вид, как для блоч-

б) Изменение интенсивности линий при деформировании сплошных поликристаллических образцов. Поскольку к концу сороковых годов казалось твердо установленным, что иластическая деформация приводит к возникновению искажений третьего рода, появился ряд работ, в которых величина их связывалась с механическими характеристиками металлов 199, 249, 268-274. Среднеквадратичные смещения  $\overline{u}^2$  (искажения третьего рода) определялись следующим образом. Если в результате деформации интенсивность линии вместо  $I_0$  становится равной I, согласно уравнению (5,1), имеем:

$$\overline{u^2} = \frac{3}{16\pi^2} \ln \frac{I_0}{I} \frac{\lambda^2}{\sin^2 \vartheta} . \tag{5.8}$$

При этом измерялись не абсолютные значения  $I_0$  и I, а их отношение к интенсивности эталона или фона. Можно судить о величине  $\overline{u^2}$  и по изменению отношения интенсивностей двух линий. Тогда

$$\overline{u^2} = \frac{3a^2}{4\pi^2 \left(\sum h_{12}^2 - \sum h_{11}^2\right)} \ln\left(\frac{I_1}{I_2} \frac{I_{02}}{I_{01}}\right), \qquad (5,9)$$

где значки 1 и 2 относятся к различным отражениям.

Использование формул (5,8) и (5,9) справедливо лишь тогда, когда все изменение интенсивности линий обусловлено только искажениями третьего рода. Однако, как уже отмечалось, на интенсивность линий и их отношение существенное влияние оказывает изменение экстинкции при деформировании и образование ошибок упаковки. Более того, в случае деформации сплошных образование интенсивность линий может меняться из-за образования преимущественной ориентировки — текстуры. На это было

обращено особое внимание в работах <sup>275-277</sup>. Смирновым <sup>277</sup> было показано, что вследствие развития текстуры интенсивность различных отражений может меняться по-разному: увеличиваться, уменьшаться или оставаться неизменной. Естественно, что при совместном влиянии текстуры и экстинкции очень трудно выделить изменение интенсивности, которое следует отнести за счет искажений третьего рода, тем более, что эффект последних, видимо, гораздо меньше, чем воздействие первых двух факторов <sup>267, 277</sup>.

Из всего вышесказанного вытекает, что изменение интенсивности отдельно взятой линии или изменение отношения интенсивностей двух линий, если не исключено влияние текстуры, экстинкции и ошибок упаковки, не может характеризовать искажений третьего рода. Между тем, в целом ряде уже отмеченных работ 199, 234, 247, 268-274 \*), а также в работах, которые продолжают появляться после выяснения рассматриваемого вопроса 278-281, не учитывается ни экстинкция, ни текстура. В других же работах 1777, 249, 277, 282, 283, использующих отношение интенсивностей отражений двух порядков \*\*), исключается только влияние текстуры. Таким образом, выводы подавляющего большинства работ, выполненных на деформированных сплошных поликристаллах, о величине искажений третьего рода и их изменении со степенью деформации нельзя признать обоснованными. Иверонова и др. 267 считают, что вопрос о связи этих искажений с изменением механических свойств в большой степени остается открытым, и его надо решать заново.

Изучалось также изменение интенсивности рентгеновских отражений кристаллических образцов после воздействия на них различного рода облучений <sup>205</sup>. Полученные результаты очень разнообразны: в одних случаях интенсивность понижается, в других — повышается, в третьих — остается неизменной.

## 5.3. Статические и динамические искажения

Как уже отмечалось, в принципе в деформированных металлах или сплавах изменение интенсивности рентгеновских интерференций может происходить как по причине нерегулярных смещений атомов из положения равновесия (статические искажения или искажения третьего рода), так и из-за изменения характеристической температуры  $\theta$  (динамические искажения).

Метод разделения этих факторов был предложен в работах <sup>248, 285</sup>. В общем случае интенсивность определяется выражением

$$I = I_0 \exp(-2M_1) \exp(-2M),$$
 (5.10)

в котором

$$M_1 = \frac{6\hbar^2}{mk\theta} \left[ \frac{\Phi(x)}{x} + \frac{1}{4} \right] \frac{\sin^2 \theta}{\lambda^2} , \qquad (5.11)$$

где  $x=\frac{\theta}{T}$ ,  $\Phi$ — дебаевская функция, m— масса атома,  $\hbar$  и k— известные постоянные. Поскольку первый член в выражении (5,10) зависит от температуры, а второй— нет, их можно разделить посредством съемки образцов при разных температурах  $T_1$  и  $T_2$ . Тогда

$$\ln \frac{I_1}{I_2} = \ln \frac{I_{01}}{I_{02}} - \frac{12I^2}{mk\theta} \left[ \frac{\Phi(x_1)}{x_1} - \frac{\Phi(x_2)}{x_2} \right] \frac{\sin^2 \theta}{\lambda^2}.$$
 (5,12)

<sup>\*)</sup> Следует подчеркнуть, что к таким работам относится и работа Генгстенберга и Марка  $^{234}$ , в которой, как считалось, искажения третьего рода были обнаружены впервые.

<sup>\*\*)</sup> Это отношение свободно от влияния текстуры не при всяком виде деформации и даже не при всякой схеме съемки <sup>275</sup>. Способы исключения влияния текстуры для одного порядка отражения описаны в работах<sup>275</sup>, <sup>284</sup>.

При откладывании  $\ln \frac{I_1}{I_2}$  в функции  $\frac{\sin^2 \vartheta}{\lambda^2}$  получается прямая, наклон которой дает возможность определить множитель, стоящий перед  $\frac{\sin^2 \vartheta}{\lambda^2}$ , т. е. и  $\vartheta$ . Далее, зная  $\vartheta$ , можно определить величину M, т. е. и  $u^2$ .

В результате исследований <sup>248</sup>, <sup>286</sup> были получены данные, говорящие о том, что в деформированных чистых металлах (Fe, Mo) искажения решетки являются статическими. В твердых растворах <sup>240</sup>, <sup>285-297</sup> возможны как статические, так и динамические искажения, причем оба вида искажений могут изменяться в результате деформирования. Учитывая этот результат, следует заметить, что в работах, выполненных на деформированных сплавах <sup>238-253</sup>, вычисленные интенсивности могут не совпадать с опытными, исправленными на экстинкцию, из-за изменения характеристической температуры.

Вышеупомянутый метод разделения основан на предположении о справедливости поправки Дебая — Валлера, в которой для всех отражений характеристическая температура одинакова. Между тем, имеются указания  $^{298}$ ,  $^{299}$  о том, что в этой поправке величина среднеквадратичных смещений атомов при тепловом движении является не только функцией в и T, но и функцией кристаллографического направления. Это может внести ошибку в определение характеристической температуры по отношению интенсивностей отражений от различных плоскостей. Недавно Кривоглазом  $^{300}$  было показано, что данный способ разделения не всегда возможен и по другой причине. Оказывается, что при изменении статических смещений  $\overline{u^2}$  одновременно с этим происходит изменение и амплитуды колебаний атомов, так что вклад обоих эффектов не является аддитивным, как это считалось ранее.

Изменение характеристической температуры, определенной описанным методом, при образовании сплавов и их деформировании обычно связывали  $^{288-297}$  с изменением сил межатомной связи. Однако в некоторых работах в последнее время высказываются мнения, что закон Дебая—Валлера справедлив лишь для одноатомных веществ  $^{301}$  и что наблюдаемое изменение  $\theta$  связано с некоторыми перераспределениями расположения атомов в твердом растворе  $^{302}$ , т. е. определяемые рентгенографическим методом значения  $\theta$  в этом случае нельзя считать показателем сил межатомного взаимодействия.

## 5.4. Вопросы классификации искажений структуры деформированных металлов и соответствующих этим искажениям внутренних напряжений

Основы классификации искажений структуры и внутренних напряжений были изложены в работах <sup>108-111</sup>. По этой классификации все искажения структуры, равно как и соответствующие этим искажениям остаточные напряжения, разделялись на первый, второй и третий роды. Впоследствии от термина «напряжения третьего рода» пришлось отказаться и сохранить только термин «искажения третьего рода», так как в объеме, соизмеримом с объемом элементарной ячейки, понятие «напряжение» в смысле теории упругости, как на это указал Закс <sup>303</sup>, не может применяться. Делингер в работе <sup>192</sup> снова возвращается к термину «остаточные напряжения третьего рода», полагая, что эти напряжения создаются ближними полями дислокаций, созданных пластической деформацией.

В последнее время в связи с рядом работ, изложенных в разделах 2—5 настоящего обзора, возникла необходимость в некотором видоизме-

нении принятой ранее классификации. Так, например, смещение рентгеновских линий не может служить однозначным критерием существования в образце только остаточных напряжений первого рода, так как оно будет иметь место и вследствие действия напряжений второго рода. Равным образом, в результате серьезного улучшения методики измерения интенсивности оказывается, что установленная на основе ранних работ четкая связь между искажениями третьего рода и изменением интенсивности рентгеновских линий во многих случаях не подтверждается, так что существующие оценки величины искажений третьего рода, развиваюшихся в металле при пластическом деформировании, могут оказаться завышенными и, во всяком случае, нуждаются в серьезном пересмотре. Точно так же, по-видимому, требует пересмотра и вопрос о связи скрытой энергии деформирования с искажениями третьего рода. Подводя итоги дискуссии о классификации, имевшей место на страницах журнала «Заводская лаборатория» 304-309, Давиденков 310 следующим образом сформулировал определение остаточных напряжений:

- 1. Напряжениями первого рода, или макронапряжениями, называются такие напряжения, которые уравновешиваются в объемах одного порядка с объемами тела и могут быть обнаружены разрезанием тела на части. На рентгенограммах они проявляются в смещении интерференционных максимумов, если оно может быть устранено соответствующим разрезанием тела.
- 2. Напряжениями второго рода, или микронапряжениями, называются такие напряжения, которые уравновешиваются в объемах одного порядка с объемами одного или нескольких кристаллитов. Рентгенографически они проявляются в размытии интерференционных максимумов, а также в смещении их, которое не может быть устранено разрезанием.
- 3. Искажения третьего рода представляют собой нарушение правильного расположения атомов в решетке; поскольку их рентгенографическое проявление до сих пор окончательно не установлено, в классификацию по рентгеновскому признаку они пока не включаются.

Как и всякая классификация, эта классификация оказывается неполной. Она, естественно, не включает в себя такие искажения структуры, как ошибки упаковки, описанные в разделе 4 настоящего обзора. Не исключена возможность, что в дальнейшем будут открыты и другие типы искажений структуры, влияющие на дифракцию рентгеновских лучей.

## 6. СВЕДЕНИЯ О ДИСЛОКАЦИЯХ, ПОЛУЧАЕМЫХ ИЗ ДИФРАКЦИИ РЕНТГЕНОВСКИХ ЛУЧЕЙ

# 6.1. Определение плотности дислокаций

а) По рентгенограммам Дебая—Шеррера. Для вычисления плотности дислокаций Вильямсон и Смоллмен  $^{311}$  использовали две величины, определяемые рентгенографически: размер блока D и ширину распределения микроискажений  $\xi = 2\frac{\Delta d}{d}$ . В первом случае, считая, что дислокации лежат на границах между блоками, их плотность определяется следующим образом. Общая длина дислокационной линии на один блок равна 6nD/2, где n— число дислокаций на поверхности блока. Так как число блоков в единице объема равно  $1/D^3$ , то плотность дислокаций будет

$$\varrho = \frac{3n}{D^2} \ . \tag{6.1}$$

При использовании этого уравнения величину n необходимо определять или задавать. Значение n=1 дает минимальную плотность дислокаций

и может быть отнесено к отожженным металлам и к металлам, очень сильно деформированным, когда расположение дислокаций становится почти беспорядочным  $^{311}$ . Что касается размера блоков D, то для определения  $\rho$  используются значения, полученные методом микропучка, измерением первичной экстинкции, по расширению дифракционных линий и их смещению (в последнем случае как расстояние между ошибками упаковки).

Можно определить плотность дислокаций и через микроискажения. Если известна среднеквадратичная деформация  $\overline{e^2}$  при каком-то распределении, то соответствующая скрытая энергия решетки равна

$$V = \frac{3E\overline{e^2}}{2} = \frac{3EA\xi^2}{2} , \qquad (6.2)$$

где A — коэффициент, зависящий от характера распределения микродеформаций и равный  $1/2\pi$  и  $\sim 2$  для распределений Гаусса и Коши соответственно. Энергия винтовой дислокации  $v_c$  при отсутствии взаимодействия с другими дислокациями равна

$$v_c = \frac{\mu b^2}{4\pi} \ln \frac{r}{r_0}$$
, (6.3)

где **b** — вектор Бюргерса, r — радиус кристалла, содержащего дислокацию и  $r_0$  — соответствующим образом выбранный  $^{230}$  предел интегрирования, обычно порядка  $10^{-7}$  cm. Так как в действительности дислокации взаимодействуют, то упругая энергия изменяется в среднем в F раз,  $\mathbf{r}$ . е.

$$\mathbf{v} = v_c F. \tag{6.4}$$

Тогда плотность дислокаций, полученная таким путем,

$$\varrho = \frac{V}{v} = \frac{k}{F} \frac{\xi^2}{b^2} \,, \tag{6.5}$$

где

$$k = 6\pi E A/\mu \, \ln \left( \frac{r}{r_0} \right) \, .$$

Проведенный в работе <sup>311</sup> расчет дает k = 16.1 для г.ц.к. металлов с вектором Бюргерса **b**, направленным вдоль [110], и k = 14.4 для о.ц.к. металлов **c b**, направленным вдоль [111].

В данном случае значение F опять-таки необходимо определять или задавать. Простейшим предположением является F=1. Моделью, в которой приближенно F=1, является сетка, в которой с каждым ребром блока совпадает дислокация; тогда расстояние между дислокациями максимально и взаимодействие минимально. Кроме того, для этой модели, очевидно, n=1. Критерием правильности этих предположений может служить соблюдение равенства  $\rho_p = \rho_s$ , где  $\rho_p$  и  $\rho_s$  обозначают плотности дислокаций, найденные по уравнениям (6,1) и (6,5) при условии n=1 и F=1. Значения  $\rho_p$  и  $\rho_s$ , вычисленные Вильямсоном и Смоллменом  $\rho_s$  по данным различных авторов, приведены в таблице VIII.

При оценке достоверности полученных значений  $\rho$  всегда необходимо помнить о той неопределенности, с какой получаются из опытов значения D и  $\overline{e^2}$  (см. пп. 3.3 и 3.4), а также о том, что при самом подсчете  $\rho_p$  и  $\rho_s$  делается еще ряд предположений. Вильямсон и Смоллмен <sup>311</sup> считают, что наиболее достоверными являются значения D, определенные из первичной

			Табли	ца VIII
Плотность		рассчитанная імежаномироми	и о размере	частиц

	Состояние	(F=1)	D, см		
Материал и его чистота			из экстинк- ции	китымгва ви йиний	(n=1)
AI (99,99%)	Отжиг, 500° Опилки, 20°	4,0.109	$\begin{array}{c c} 3,5 \cdot 10^{-4} \\ 2,6 \cdot 10^{-4} \end{array}$		$\begin{bmatrix} 2, 4 \cdot 10^7 \\ 4.5 \cdot 10^7 \end{bmatrix}$
Al коммерческий	Опилки, 20° Опилки, —183°	$\begin{array}{c} 2,4\cdot 10^{10} \\ 3,2\cdot 10^{11} \end{array}$	$ \begin{array}{c ccccccccccccccccccccccccccccccccccc$		$7.10^{7}$ $6.10^{8}$
Fo gapuros	Отжиг, 675° Опилки, 20°	3,7.1011	1,2.10-4	10-5	2·108 3·1010
Fe «армко»	Опилки, 20 Опилки, —183°	6,9.1011		10-5	3.1010
Мо коммерческий	Отжиг, 1860° Опилки, 20°	5,8.1011	2.10-4	10-5	$\begin{array}{c} 7 \cdot 10^{7} \\ 3 \cdot 10^{10} \end{array}$
а-латунь	Отжиг, 350° Опилки, 20°	1,2÷3·1012	1,35.10-4	1,2.10-6*)	$\begin{bmatrix} 2, 4 \cdot 10^8 \\ 2, 5 \cdot 10^{12} \end{bmatrix}$
*) Расстояние между ошибками упаковки.					

экстинкции. Однако Херш <sup>3</sup> полагает вследствие неудовлетворительности экстинкционных поправок сомнительным то, что этот метод может дать реальные сведения о природе и степени совершенства хорошо отожженного металла.

б) По расширению кривой вращения на двойном кристалл-спектрометре. Наиболее надежные рентгеновские данные о распределении дислокаций, по мнению Херша 3, получаются посредством измерения разориентировки блоков методом двойного кристалл-спектрометра. Если совершенный кристалл вращается около своего отражающего положения, он отражает рентгеновские лучи лишь в области нескольких секунд. Реальные кристаллы часто имеют кривую вращения гораздо большей угловой ширины (порядка минут). Иногда кривая вращения состоит даже из нескольких пиков, что, несомненно, свидетельствует о наличии нескольких разориентированных блоков. Чаще всего она представляет собой один пик, но шире, чем ожидается из теории.

Если имеются данные о разориентировке, то по ним можно оценить распределение и плотность дислокаций. Известно  $^3$ , что если угол разориентировки на границе равен  $\alpha$ , причем  $\alpha$  мало, то плотность дислокаций определяется выражением  $^*$ )

$$N_D = \frac{a}{bD} \ . \tag{6.6}$$

Если величина  $\alpha$  неизвестна, можно оценить верхний и нижний пределы илотности дислокаций. Предполагая кристалл изогнутым однородно, в илоскости, перпендикулярной к оси изгиба, имеем  $\alpha = \frac{D}{T} \gamma$ , где T — ширина области, изогнутой на наблюдаемый угол  $\gamma$ , т. е. T обычно

<sup>\*)</sup> В данном случае определение плотности дислокаций отличается от  $\varrho$  в уравнении (6,1). Для случая<sup>311</sup> изотропного распределения дислокаций  $\varrho$ =3 $N_D$ .

<sup>12</sup> УФН, т. LXXIII, вып. 3

равно размеру зерна или диаметру облучаемой площади кристалла (что меньше). Тогда

$$N_D = \frac{\gamma}{bT} . ag{6.7}$$

Верхний предел находится из предположения, что субкристаллики разориентированы около среднего положения, причем их нормали распределены по закону Гаусса. Тогда  $^3$   $\alpha \sim \frac{\gamma}{3}$  и

$$N_D \sim \frac{\gamma}{3bD}$$
 (6,8)

Если величина D неизвестна, верхний предел для случая произвольного распределения дислокаций оказывается равным  $^3$ 

$$N_D = \frac{\gamma^2}{9b^2} \ . \tag{6.9}$$

Плотность дислокаций, рассчитанная по уравнению (6,9), и некоторые другие результаты приведены в таблице  $I\lambda$ .

. Таблица IX Предельные илотности дислокаций в кристаллах  $^{8}$ 

-		•	
Кристалл и его состояние	Y	$N_D^{ m Bepxh}/cm^2$	$N_D^{ m HИЖH}/cм^2$
Аl (99,999%), рекристал- лизация (величина зерна 30 мк)	3′	3·10 <sup>8</sup>	1,3.107
Al (99,993%), изогнут и отожжен	~ 2'	108 (плотность внутри суб- зерна)	5:106
Си (99,999%), рекристал- лизация (величина зерна 30 мк)	}	2.107	4.106
NaCl, из расплава	4"	8·10 <sup>4</sup>	
NaCl, полирован	4'	3.108	
Fe, усы <sup>313</sup>		106	

Сравнение плотности дислокаций, рассчитанной по формуле (6,9), с плотностью, определенной по числу ямок травления, на германии дает хорошее совпадение<sup>312</sup>.

в) Обобщение данных о плотности дислокаций. Сравнение данных о плотности дислокаций, определенных различными методами, показывает, что в недеформированных кристаллах плотность дислокаций лежит между  $10^4$  и  $10^8\,cm^{-2}$ , причем для подавляющего большинства образцов, полученных разными методами, плотность выше  $10^6\,cm^{-2}$ . В результате деформации плотность дислокаций увеличивается до  $10^8 \div 10^{11}\,cm^{-2}$ , причем она зависит от типа и чистоты металла, а также от вида, степени и температуры деформации. Отжиг деформированных кристаллов приводит к уменьшению плотности дислокаций. О точном распределении дислокаций как в недеформированных, так и в деформированных металлах известно пока еще очень мало.

## 6.2. Непосредственное наблюдение дислокаций

Описанные выше методы определения плотности дислокаций при плотностях менее  $10^6$  см<sup>-2</sup> являются уже не чувствительными. Лэнг, считая, что дислокация более легко может быть замечена по ее влиянию на интенсивность отражения от окружающей ее области, чем на угловую область отражения от сравнительно большого объема кристалла, предложил метод <sup>314</sup>, с помощью которого можно видеть отдельные дислокации.

Принципиальная схема метода показана на рис. 19. Первичный пучок рентгеновских лучей (р. л.), узкий в плоскости рисунка, проходит через кристалл I так, чтобы брэгговское отражение происходило от плоскостей, примерно перпендикулярных к поверхности кристалла. Отраженные лучи регистрируются на пленке 2. Получающуюся картину Лэнг назвал секционной микрорентгенографией (sectional topograph). Он считает, что дислокации при этом наблюдаются как области повышенной интенсивности отражения вследствие их влияния на распределение энергии между многократно отраженным первичным и дифрагированным пучками. Таким образом была получена 315 картина расположения дислокаций в кремнии толщиной 3 мм, которая очень хорошо совпала с картиной,

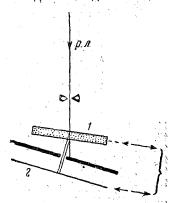


Рис. 19. Принципиальная схема метода Лэнга <sup>314</sup>. 1—присталл, 2—плениа 3—экран.

полученной методом прохождения инфракрасных лучей в той же части кристалла после осаждения меди на дислокациях. На рис. 20 показана

одна из картин, полученная Лэнгом на кремнии <sup>316</sup>.

Определив положение дислокаций в отдельных сечениях, можно построить пространственную картину их распределения. Для более быстрого получения этих сведений Лэнг 316 ввел одновременное перемещение пленки и образца параллельно их собственным поверхностям (рис. 19). Двумерная картина, получающаяся на пленке, является проекцией кристалла и его несовершенств. Она эквивалентна наложению многих секционных микрорентгенографий и была названа Лэнгом проекционной микрорентгенографией (projection topograph). Получая пару проекционных топографий (стереопару), соответственно для отражения от плоскостей (hkl) и  $(\overline{hkl})$ , можно опре-

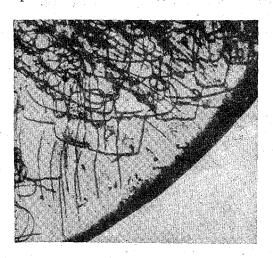


Рис. 20. Секционная микрорентгенография дислокаций в кремнии, полученная на отражении 220.

Плоскости (111) параллельны поверхности кристаллической пластинки.

делить трехмерную картину распределения дислокаций в объеме кристалла. Таким способом было получено распределение дислокаций в целом ряде самых различных материалов 317-319.

Методика Лэнга была использована Уэббом <sup>320</sup> для изучения «усов» NaCl. Непосредственное наблюдение дислокаций по отражению рентгеновских лучей проводилось также Бонзе и Капплером <sup>321,322</sup> и Ньюкирком <sup>323</sup>.

### ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

 G. Greenough, Progr. Metal. Phys. 3, 176 (1952).
 Internal Stresses and Fatigue in Metals. Proceedings of the Symposium. Ed. by G. M. Rassweiler and W. L. Grube. N. Y., Elsevier, 1959.
 P. Hirsch, Progr. Metal. Phys. 6, 236 (1956).
 B. Warren, Progr. Metal. Phys. 8, 147 (1959).
 A. Ф. Иоффе, М. В. Кирпичева, Philos. Mag. 43, 204 (1922).
 H. Lester, R. Aborn, Armi Ordnance 6, 120, 200, 283, 384 (1925).
 Г. И. Аксенов, Ж. прикл. физ. 6, 3 (1929); Вестн. металлопром., № 2—3, 101 (1931); ЖЭТФ 4, 6 (1934); ЖТФ 5, 721 (1935).
 G. Sachs, J. Weerts, Z. Phys. 64, 344 (1930).
 F. Wever, H. Möller, Arch. EHW 5, 215 (1931).
 М. Желдак, Г. Курдюмов, А. Протонов Заволск. лаборатория 1. G. Greenough, Progr. Metal. Phys. 3, 176 (1952). 10. М. Желдак, Г. Курдюмов, А. Протопопов, Заводск. лаборатория 3, 631 (1934). 11. H. Möller, J. Barbers, Mitt. K.-W. Inst. Eisenforsch. 16, 21 (1934). 11. H. Moller, J. Barbers, Mitt. R.-w. Inst. Eisenforsch. 16, 21 (1934).
12. C. Barrett, M. Gensamer, Physics 7, 1 (1936).
13. R. Glocker, E. Osswald, Z. techn. Phys. 16, 237 (1935).
14. F. Gisen, R. Glocker, E. Osswald, Z. techn. Phys. 17, 145 (1936).
15. R. Glocker, B. Heß, O. Schaaber, Z. techn. Phys. 19, 194 (1938).
16. R. Glocker, Materialprüfung mit Rontgenstralen, 4 Auft., Berlin, Springer 16. R. G 10 с к е г, Material prutung mit Hontgenstralen, 4 Auft., Berlin, Springer Verleg, 1949.

17. М. Н. Фукс, Заводск. лаборатория 19, 814 (1953).

18. Д. М. Васильев, З. А. Ващенко, ЖТФ 25, 765 (1955).

19. Д. М. Васильев, Заводск. лаборатория 25, 70 (1959).

20. Ч. С. Барретт, Структура металлов, М., Металлургиздат, 1948.

21. Н. Мöller, Н. Neerfeld, Mitt. K.-W. Inst. Eisenforsch 21, 289 (1939).

22. Н. Мöller, F. Gisen, Mitt. K.-W. Inst. Eisenforsch. 19, 57 (1937).

23. А. Тhum, K. Saul, C. Peterson, Z. Metallkunde 31, 352 (1939).

24. М. М. Уманский, М. П. Шаскольская, ЖТФ 16, 1283 (1946). 24. М. М. Уманский, М. П. Шаскольская, ЖТФ 16, 1283 (1946).
25. А. Schaal, Z. Metallkunde 41, 293 (1950).
26. М. П. Желдак, Г. В. Курдюмов, В. Ромберг, ЖТФ 7, 1736 (1937).
27. В. Ромберг, ЖТФ 7, 1728 (1937).
28. Д. М. Васильев, С. О. Цобкалло, ЖТФ 20, 86 (1950).
29. О. Schaaber, Z. techn. Phys. 20, 264 (1939).
30. W. Rachinger, J. Scient. Instrum. 25, 254 (1948).
31. L. Finch, Nature 163, 402 (1949).
32. А. Рароції, Rev. Scient. Instrum. 26, 423 (1955).
33. Н. Мöller, J. Вarbers, Mitt. K.-W. Inst. Eisenforsch. 17, 157 (1935).
34. Н. Мöller, G. Strunk, Mitt. K.-W. Inst. Eisenforsch. 19, 305 (1937).
35. W. Voigt, Lehrbuch der Kristallophysik, Leipzig, 1928.
36. Б. М. Ровинский, Инж. сб. Ин-тамех. АН СССР 1, 227 (1941); Изв. АН СССР, сер. техн., № 1—2, 87 (1942); ЖТФ 12, 607 (1942).
37. Б. М. Ровинский, Инж. сб. Ин-тамех. АН СССР 3, 66 (1946).
38. Е. Масherauch, Р. Мüller, Arch. ЕНW 29, 237 (1958).
39. А. Reuss, Z. angew. Math. und Mech. 9, 49 (1929). 38. E. Macherauch, P. Müller, Arch. EHW 29, 237 (1958).
39. A. Reuss, Z. angew. Math. und Mech. 9, 49 (1929).
40. H. Möller, G. Martin, Mitt. K.-W. Inst. Eisenforsch. 21, 261 (1939).
41. H. Neerfeld, Mitt. K.-W. Inst. Eisenforsch. 24, 61 (1942).
42. H. Hendus, C. Wagner, Arch. EHW 26, 455 (1955).
43. J. Auld, R. Garrod, Nature 169, 579 (1952).
44. R. Garrod, J. Auld, Acta Metallurgica 3, 190 (1955).
45. V. Hauk, C. Hummel, Z. Metallkunde 47, 254 (1956).
46. H. Möller, H. Brasse, Arch. EHW 26, 231 (1955).
47. F. Bollenrath, V. Hauk, E. Osswald, Z. VDI 83, 129 (1939).
48. F. Bollenrath, E. Osswald, Z. VDI 84, 539 (1940).
49. E. Heyn, Stahl und Eisen 37, 470 (1917).
50. R. Glocker, H. Hasenmeier, Z. VDI 84, 825 (1940).
51. W. Wood, Philos. Mag. 18, 435 (1934).
52. W. Wood, Philos. Mag. 19, 219 (1935).
53. W. Wood, Proc. Roy. Soc. A172, 231 (1939).
54. E. M. Ровинский, ЖЭТФ 8, 96 (1938).
55. W. Wood, S. Smith, Nature 146, 400 (1940).

- 56. S. Smith, W. Wood, Proc. Roy. Soc. A176, 398 (1940).
  57. W. Wood, S. Smith, Proc. Roy. Soc. A178, 93 (1947).
  58. W. Wood, S. Smith, J. Inst. Metals 67, 315 (1941).
  59. S. Smith, W. Wood, Proc. Roy. Soc. A181, 71 (1942).
  60. S. Smith, W. Wood, Proc. Roy. Soc. A182, 404 (1944).
  61. W. Wood, Proc. Roy. Soc. A192, 218 (1948).
  62. G. Greenough, Nature 160, 258 (1947); Proc. Roy. Soc. A197, 556 (1949).
  63. F. Lihl, Arch. Metallkunde 1, 16 (1946).
  64. V. Hauk, H. Moller, F. Brasse, Arch. EHW 27, 317 (1956).
  65. L. Finch, Nature 166, 508 (1950).
  66. V. Hauk, Naturwiss. 40, 507 (1953).
  67. G. Greenough, J. Iron—Steel Inst. 169, 235 (1951).
  68. E. Kappler, L. Reimer, Naturwiss. 40, 360 (1953); Z. angew. Phys. 5, 401 (1953). 69. R. Glocker, E. Macherauch, Z. Metallkunde 43, 313 (1952). 70. Б. М. Ровинский, Т. В. Тагунова, ЖТФ 17, 1137 (1947).
  71. Б. М. Ровинский, ЖТФ 20, 1497 (1950).
  72. Б. М. Ровинский, Н. В. Тыжнова, ЖТФ 20, 675 (1950).
  73. Б. М. Ровинский, В. Н. Мокеева, Изв. АН СССР, сер. техн., № 10, (1954).74. Б. М. Ровинский, В. Н. Мокеева, Физ. металлов и металловедение 5, 331 (1957). 75. Н. Н. Давиденков, В. Н. Тимофеева, ЖТФ 16, 283 (1946). 76. Л. А. Гликман, В. А. Степанов, ЖТФ 16, 661 (1946). 77. Л. А. Гликман, Т. П. Санфирова, В. А. Степанов, ЖТФ 19, 441 (1949).78. Н. Н. Давиденков, Ю. С. Терминасов, Е. Л. Ассур, ЖТФ 19, 1107 (1949). 79. Н. Н. Давиденков, Реф. ж. Механика, № 2, реф. № 1064 (1955) 80. T. Nishihara, S. Taira, Met. Fac. Engng. Kyoto Univ. 12, 90 (1955).
  81. H. Bühler, Arch. EHW 26, 51 (1955).
  82. C. Bateman, Acta Metallurgica 2, 451 (1954).
  83. V. Hauk Z. Metallkunde 46, 33 (1955). 83. V. Наик Z. Metallkunde 46, 33 (1955).
  84. Д. М. Васильев, А. Ф. Ерашев, Изв. АН СССР, сер. физ., 20, 659 (1956).
  85. Д. М. Васильев, ЖТФ 26, 2389 (1956).
  86. Б. М. Ровинский, ЖТФ 21, 1325 (1951).
  87. Д. М. Васильев, ЖТФ 26, 1358 (1956).
  88. С. Newton, H. Vacher, J. Inst. Met. 7, 1193 (1956).
  89. Н. Vacher, R. Liss, R. Meds, Acta Metallurgica 4, 532 (1956).
  90. Д. М. Васильев, В. А. Лихачев, Заводск. лаборатория 25, 747 (1959).
  91. Д. М. Васильев, ЖТФ 28, 2527 (1958).
  92. Д. М. Васильев, Физ. твердого тела 1, 1736 (1959).
  93. Д. М. Васильев, П. В. Кожевников, Физ. твердого тела 1, 1316 (1959).
  94. Е. Масhегаuch, Р. Мuller, Naturwiss. 44, 389 (1957).
  95. R. Glocker, E. Macherauch, Naturwiss. 44, 532 (1957).
  96. С. Leiber, E. Macherauch, Naturwiss. 45, 35 (1958).
  97. E. Macherauch, Naturwiss. 45, 125 (1958). 96. С. Leiber, E. Macherauch, Naturwiss. 45, 125 (1958). 97. E. Macherauch, Naturwiss. 45, 125 (1958). 98. E. Macherauch, P. Müller, Z. Metallkunde 49, 324 (1958). 99. Б. М. Ровинский, В. Г. Лютцау, ЖТФ 27, 345 (1957). 100. Д. М. Васильев, Некоторые проблемы прочности твердого тела, М., Изд. АН СССР, 1959, стр. 37. 101. Б. М. Ровинский, В. М. Синайский, Изв. АН СССР, сер. техн., 6, 137 (1959). 102. В. М. Ровинский, В. М. Синайский, Некоторые проблемы прочности твердого тела, М., Изд. АН СССР, 1959, стр. 49.
  103. Д. М. Васильев, Г. И. Арковенко, Физ. твердого тела 2, 543 (1960).
  104. Г. И. Аксенов, ЖЭТФ 4, 627 (1934).
  105. А. Schaal, Z. Metallkunde 36, 153 (1944). 106. Г. И. Аксенов, В. А. Мощанский, Изв. АН СССР, сер. физ., 21, 226 (1957).107. F. Brasse, H. Moller, Arch. EHW 29, 757 (1958). 108. G. Masing, Z. techn. Phys. 6, 569 (1925). 109. A. van Arkel, Physika 5, 208 (1925); Naturwiss. 13, 662 (1925). 110. Н. Н. Давиденков, Z. Мetallkunde 24, 25 (1932); Сб. «Рентгенография в применении к исследованию материалов», М., ОНТИ, 1936.
  111. Г. С. Жданов, Я. С. Уманский, Рентгенография металлов, ч. 2, М.,
- TOHTM, 1938.

  112. V. Cagliotti, G. Sachs, Z. Phys. 74, 647 (1932).

  113. F. Lihl, Phys. Z. 35, 460 (1934).

- 114. S. Secito, Sci. Repts. Toh. Univ. 16, 410 (1927). 115. U. Dehlinger, Z. Kristallogr. 65, 615 (1927). 116. C. Т. Конобеевский, Я. П. Селисский,
- Phys. Z Sowjetunion 4, 459 (1933).
- 117. A. van Arkel, W. Burgers, Z. Phys. 48, 690 (1928). 118. F. Havort, Phys. Rev. 52, 613 (1937). 119. W. Boas, Z. Kristallogr. 96, 214 (1937). 120. H. Я. Селяков, Z. Phys. 31, 439 (1925).

- 121. P. Scherrer, в книге: R. Zsigmondy, Kolloidchemie, 3 Aufl., 1920, стр. 387 122. В. Warren, J. Biscoe, J. Amer. Ceram. Soc. 21, 49 (1938). 123. А. Тауlor, Philos. Mag. 31, 339 (1941). 124. F. Schoening, J. van Niekerk, R. Haul, Proc. Phys. Soc. B65, 528
- (1952). W. Wood, Trans. Faraday Soc. 31, 1248 (1935); Proc. Roy. Soc. A172, 231 (1939);

- Nature 151, 585 (1943).
  126. W. Wood, Proc. Phys. Soc. 52, 140 (1940).
  127. W. Wood, W. Rachinger, J. Inst. Metals. 75, 571 (1949).
  128. C. Smith, E. Stickley, Phys. Rev. 64, 191 (1943).
  129. G. Williamson, W. Hall, Acta Metallurgica 1, 22 (1953).
  130. F. Jones, Proc. Roy. Soc. A166, 16 (1938).
  131. Д. М. Васильев, ЖТФ 26, 1994 (1956).
  132. А. Косhendorfer, Z. Kristallogr. 105, 393 (1944).
  133. Л. И. Лысак, Сб. трудов Лаб. металлофиз. АН УССР, № 6, 40 (1955).
  134. R. Glocker, Materialprüfung mit Rontgenstrahlen, 3 Aufl., Brl., Springer Verlag. 1949. Verlag, 1949.

135. F. Bertaut, Acta Crystallogr. 5, 117 (1952).
136. E. Titchmarsch, Introduction to the theory of Fourier Integrals, Oxford,

- 1937, см. перевод: Введение в теорию интегралов Фурье, М., ИЛ, 1948.
  137. С. Schull, Phys. Rev. 70, 679 (1946).
  138. А. Stokes, Proc. Phys. Soc. 61, 382 (1948).
  139. Б. Я. Пинес, Острофокусные трубки и прикладной рентгеноструктурный М., Гостехиздат, 1955.
- анализ, м., гостемвадат, 1955.

  140. Л. И. Л ы с а к, Сб. трудов Лаб. металлофиз. АН УССР «Вопросы физики материалов и металловедения», № 5, 1954, стр. 45.

  141. Г. В. К у р д ю м о в, Л. И. Л ы с а к, ЖТФ 17, 993 (1947).

  142. В. А v е г b а с h, В. W а г г е п, Л. Ард. Phys. 20, 885 (1949).

142. В. Averbach, В. Warren, J. Appl. Phys. 20, 885 (1949).
143. В. Warren, В. Averbach, J. Appl. Phys. 21, 595 (1950).
144. В. Warren, В. Averbach, J. Appl. Phys. 23, 497, 1059 (1952).
145. В. Warren, В. Averbach, Imperfection in Nearly Perfect Crystals, N. Y., John. Willey and Sons, 1952.
146. С. МсКееhan, В. Warren, J. Appl. Phys. 24, 52 (1953).
147. В. Warren, Acta Crystallogr. 8, 483 (1955).
148. А. И. Китайгородский, Рентгеноструктурный анализ мелкокристаллических и аморфных тел, М., Гостехиздат, 1952.
149. М. Раterson, Philos. Мас. 4. 451 (1949).

ческих и аморфных тел, м., Гостехиздат, 1952.

149. М. Paterson, Philos. Mag. 4, 451 (1949).

150. А. Kochendörfer, U. Wolfstieg, Z. Electrochem. 61, 83 (1957).

151. М. Bertaut, Compt. rend. 228, 492 (1949).

152. F. Brasse, H. Möller, Arch. EHW 30, 685 (1959).

153. F. Schoening, J. van Niekerk, J. Appl. Phys. 26, 726 (1955).

154. F. Schoening, J. van Niekerk, J. Appl. Phys. 3, 10 (1955).

155. Б. Я. Пинес, ДАН СССР 103, 601 (1955).

- 156. О. Н. Шиврин, Изв. вузов, сер. физ., 4, 72 (1959).
  157. J. Eastsbrook, A. Wilson, Proc. Phys. Soc. B65, 67 (1952).
  158. R. Garrod, J. Brett, J. Macdonald, Austr. J. Phys. 7, 77 (1954).
  159. G. Williamson, R. Smallman, Acta Crystallogr. 7, 574 (1954).
  160. М. Я. Фукс, Н. В. Слоновский, Л. И. Лупилов, Физ. металлов и металловедение 2, 328 (1956).
- 161. О. В. Богородский, Я. С. Уманский, Изв. АН СССР, сер. физ., 20, 614 (1956). 162. Е. Л. Гальперин, Ю. С. Терминасов, Кристаллография 2, 519 (1957).
- 163. О. Н. Шиврин, В. С. Шатин, Изв. вузов, сер. физ., 1, 128 (1959). 164. Тезисы пятого и шестого Всесоюзных совещаний по применению рентгеновских лучей к исследованию материалов (Ленинград, 1955 г.), М., изд. АН СССР,

- 165. B. Warren, E. Warekois, Acta Metallurgica 3, 473 (1955). 166. O. Guantert, B. Warren, J. Appl. Phys. 29, 40 (1958). 167. A. Г. Хачатурян, Кристаллография 4, 646 (1959). 168. Б. И. Смирнов, Физ. твердого тела, 1, 1072 (1959). 169. C. Wagner, Arch. EHW 29, 489 (1958).

- 170. U. Dehlinger, A. Kochendörfer, Z. Metallkunde 31, 231 (1939); Z. Kristallogr. 101, 134 (1939). 171. М. Я. Фукс, С. Дьяченко, Изв. АН СССР, сер. физ., 15, 106 (1951). 172. Б. М. Ровинский, Л. Рыбакова, Изв. АН СССР, сер. техн., 10, 1483

- 173. Б. М. Ровинский, Изв. АН СССР, сер. физ., 17, 333 (1953).
  174. Б. Я. Пинес, Н. Г. Березняк, ЖТФ 24, 329 (1954).
  175. J. Andrew, Н. Lee, J. Iron—Steel Inst. 165, 389 (1950).
  176. В. М. Голубков, В. А. Ильина, В. К. Крицкая, Г. В. Курдюмов, М. Д. Перкас, Проблемы металловедения и физики металлов 5, 433 (1958);
- М. Д. Перкас, проолемы металловедения и физики металлов 5, 433 (1950); Физ. металлов и металловедение 5, 465 (1957).
  177. Л. И. Лысак, Л. В. Тихонов, Физ. металлов и металловедение 7, 757 (1959); 9, 119 (1960).
  178. В. М. Кардонский, Г. В. Курдюмов, М. Д. Перкас, Физ. металлов и металловедение 7, 752 (1959).
  179. Н. И. Сандлер, сб. «Технология производства и свойства черных металлов», Харьков, т. 2, 1956, стр. 284.
  180. М. Разекской Металловедение 2, 823 (1954).
- 180. M. Paterson, Acta Metallurgica 2, 823 (1954).
- 181. В. Р. Голик, Г. А. Сиренко, В. И. Хоткевич, Физ. металлови металловедение 8, 235 (1959).
- 182. Г. А. Сиренко, В. И. Хоткевич, Физ. металлов и металловедение 8, 700 (1959).
  183. W. Hall, Proc. Phys. Soc. A62, 741 (1949).
  184. H. H. Давиденков, Б. И. Смирнов, Изв. АН СССР, сер. физ., 23, 624

- 184. Н. Н. Давиденков, Б. И. Смирнов, Изв. АН СССР, сер. физ., 25, 624 (1959), Исследования по жаропрочным сплавам 4, 147 (1959).
  185. О. В. Клявин, Б. И. Смирнов, Сб. «Некоторые проблемы прочности твердого тела», М.— Л., Изд. АН СССР, 1959, стр. 56.
  186. Г. В. Курдюмов, М. Д. Перкас, Л. Г. Хандрос, Физ. металлов и металловедение 7, 747 (1959).
  187. Ј. Despujols, B. Warren, J. Appl. Phys. 29, 195 (1958).
  188. Б. М. Ровинский, Л. М. Рыбакова, Изв. АН СССР, сер. техн., 4, 100

- (1959).
  189. L. Bragg, Nature 149, 511 (1942).
  190. L. Bragg, Proc. Cambr. Philos. Soc. 45, 125 (1949).
  191. Б. Я. Пинес, Лекции по структурному анализу, Харьков, 1957.
  192. U. Dehlinger, Z. Metallkunde 50, 126 (1959).
  193. А. Stokes, A. Wilson, Proc. Phys. Soc. 56, 174 (1944); Proc. Cambr. Philos. Soc. 40, 197 (1944); Phys. Rev. 70, 698 (1946).
  194. N. Blachman, Phys. Rev. 70, 698 (1946).
  195. A. Stokes, K. Pascoe, H. Lipson, Nature 151, 137 (1943).
  196. H. Megan, A. Stokes, J. Inst. Metals 71, 279 (1945).
  197. И. М. Лившиц, ЖЭТФ 8, 581 (1938).
  198. В. И. Иверонова, Т. П. Костецкая, ЖТФ 10, 304 (1940).

- 198. В. И. И веронова, Т. П. Костецкая, ЖТФ 10, 304 (1940). 199. Ю. С. Терминасов, ЖТФ 18, 517 (1948). 200. Ю. С. Терминасов, А. М. Торопов, Изв. вузов, черн. мет., 7, **7**5 (1959).
- 201. Л. А. Гликман, В. П. Тэхт, ДАН СССР 86, 699 (1952); Сб. «Некоторые проблемы прочности твердого тела», М., Изд. АН СССР, 1959, стр. 246. 202. Н. Мöller, М. Нетреl, Arch. EHW 25, 39 (1954). 203. W. Wood, Н. Тарѕеll, Nature 158, 415 (1946). 204. Б. М. Ровинский, Л. М. Рыбакова, Изв. АН СССР, сер. техн., 9,

- 1241 (1953).

- 205. А. И. Захаров, УФН 57, 525 (1955). 206. D. Keating, Phys. Rev. 97, 832 (1955). 207. G. Bacon, B. Warren, Acta Crystallogr. 9, 1029 (1956). 208. R. Smallman, B. Willis, Philos. Mag. 2, 1018 (1957). 209. И. В. Батенин, В. А. Ильина, В. К. Крицкая, Б. В. Шаров,
- Физ. металлов и металловедение 7, 243 (1959). 210. Ю. С. Терминасов, А. Г. Яхонтов, А. В. Полтавский, Изв. АН СССР, сер. физ., 20, 689 (1956). 211. Н. А. Петрова, М. Я. Шашин, В. В. Латш, Заводск. лаборатория 23,
- 1372 (1957). 212. Ю. Г. Мясников, Ю. С. Терминасов, Научн. Докл. Высш. Школь (Металлургия) 1, 154 (1959). 213. F. Lihl, H. Lawatsch, Arch. EHW 31, 173 (1960).
- 214. В. В. Гавранек, М. Я. Фукс, Д. Н. Большуткин, Физ. металлов и метадловедение 1, 494 (1955). 215. H. Houska, B. Averbach, Acta Crystallogr. 11, 139 (1958). 216. F. Frank, Philos. Mag. 42, 809 (1951).

- 217. R. Green, Phys. Rev. 102, 376 (1956), см. перевод в сб. «Пробл. совр. физ.», Дислокации в кристаллах, 9, 167 (1957).
  218. C. Barrett, Tr. AIMME 188, 123 (1950); Phys. Rev. 81, 311 (1951); Imperfection in Nearly Perfect Crystals, N.—Y., John Willey and Sons, 1952, стр. 97
  219. M. Paterson, J. Appl. Phys. 23, 805 (1952).
  220. R. Gevers, Acta Crystollagr. 7, 337 (1954).
  221. C. Wagner, Acta Metallurgica 5, 427, 477 (1957).
  222. G. Greenough E. Smith Proc. Phys. Soc. 868, 54 (1955).

- 222. G. Greenough, E. Smith, Proc. Phys. Soc. B68, 51 (1955). 223. J. Christian, J. Spreadborough, Philos. Mag. 1, 1069 (1956).
- 224. J. Christian, J. Spreadborough, 1905. Mag. 1, 1005 (1950).
  225. B. Warren, E. Warecois, J. Appl. Phys. 24, 951 (1953).
  226. R. Smallman, K. Westmacott, Philos. Mag. 2, 669 (1957).
  227. C. Wagner, Rev. Metallurgie 55, 1171 (1958).

- 228. Л. Н. Гусева, А. А. Бабарэко, ДАН СССР 124, 789 (1959). 229. В. Т. Рид, Дислокации в кристаллах, М., Металлургиздат, 1957.
- 230. А. Х. К оттрел, Дислокации и пластическое течение в кристаллах, М., Металлургиздат, 1958.
- 231. P. Hirsch, H. Otte, Acta Cristallogr. 10, 447 (1957). 232. F. Schoening, Acta Metallurgica 4, 510 (1956).

- 232. F. Schoening, Acta Metallurgica 4, 510 (1956).
  233. Ch. Wagner, Freibergen Forschung., № 35, 10 (1959).
  234. J. Hengstenberg, H. Mark, Naturwiss. 17, 443 (1929).
  235. J. Hengstenberg, H. Mark, Z. Phys. 61, 435 (1930).
  236. J. Boyd, Phys. Rev. 45, 832 (1934).
  237. G. Brindley, F. Spiers, Philos. Mag. 20, 882, (1935).
  238. G. Brindley, F. Spiers, Philos. Mag. 20, 893 (1935).
  239. Б. М. Ровинский, ЖЭТФ 7, 963 (1937).
  240. Б. М. Ровинский, ЖТФ 22, 55, 63 (1952).
  241. Л. И. Васильев, Труды Сиб. физ.-тех. ин-та, вып. 34, 283 (1955).
  242. G. Brindley, P. Rindley, Proc. Phys. Soc. 50, 501 (1938).
  243. G. Brindley, P. Rindley, Proc. Phys. Soc. 51, 432 (1939).
  244. В. К. Крицкая, Сб. «Пробл. металловед. и физ. металлов» 3, 297 (1

- 249. В. А. Ильина, Э. З. Каминский, В. К. Крицкая, Р. И. Энтин,

- 249. В. А. Ильина, Э. З. Каминский, В. К. Крицкая, Р. И. Энтин, там же 3, 178 (1952).
  250. W. Boas, Z. Kristallogr. 96, 214 (1937).
  251. R. Fricke, O. Lohrmann, W. Wolf, Z. phys. Chem. B37, 60 (1937).
  252. W. Hall, J. Inst. Metals. 77, 601 (1950).
  253. В. Averbach, В. Warren, J. Appl. Phys. 20, 1066 (1949).
  254. D. Michel, F. Haig, Philos. Mag. 2, 15 (1957).
  255. G. Wagner, A. Kochendörfer, Z. Naturforsch. 3a, 364 (1948); Ann. Phys. 6, 129 (1949).
- 256. R. Weiss, J. Clark, L. Corliss, J. Hastings, J. Appl. Phys. 23, 1379 (1952).
- 257. B. Batterman, Phys. Rev. 115, 81 (1959). 258. B. A. Ильина, B. K. Крицкая, ДАН СССР 87, 207 (1952); Сб. «Пробл.
- 258. В. А. Ильина, В. К. Крицкая, ДАН СССР 87, 207 (1952); Сб. «Пробл. металловед. и физ. металлов», 4, 425 (1955).
  259. В. А. Ильина, В. К. Крицкая, Г. В. Курдюмов, Физ. металловиметалловедение 5, 379 (1957).
  260. W. Hall, G. Williamson, Proc. Phys. Soc. B64, 937, 946 (1951).
  261. R. Weiss, Proc. Phys. Soc. B65, 553 (1952).
  262. A. Lang, Proc. Phys. Soc. B66, 1003 (1953).
  263. G. Williamson, R. Smallman, Proc. Phys. Soc. 68, 577 (1955).
  264. A. Kochanovska, Чехословацкий физ. ж. 4, 290, 463 (1954).
  265. Л. В. Тихонов, ДАН СССР 122, 389 (1959).
  266. Д. Батсурь, В. И. Иверонова, Г. П. Ревкевич, Кристаллография 4, 214 (1959).

- 267. Д. Батсурь, В. И. Иверонова, Г. П. Ревкевич, Изв. АН СССР, сер. физ., 23, 591 (1959).
- 268. Ю. С. Терминасов, Е. Б. Гасилова, в сб. «Применение рентгеновских
- лучей к исследованию материалов», М., Машгиз (1949), стр. 95. 269. С. О. Цобкало, В. В. Латш, Изв. АН СССР, сер. физ., 17, 373 (1953). 270. Т. Н. Смирнова, Ю. С. Терминасов, Изв. АН СССР, сер. физ., 20,
- 664 (1956). 271. Ю. С. Терминасов, Г. А. Феклистов, Изв. АН СССР, сер. физ., 20, 695 (1956).

- 272. В. М. Финкель, Физ. металлов и металловедение 2, 189 (1956).
- 273. Л. И. Лысак, Сб. трудов Лаб. металлофиз. АН УССР «Вопросы физ. металлов и металловедения» № 7, 3 (1956).
  274. Н. А. Петрова, М. Л. Шашин, В. В. Латш, Заводск. лаборатория 23,
- 1372 (1957). 275. Д. М. Васильев, ЖТФ 26, 695 (1956). 276. Г. В. Фукс, Г. В. Добровольская, Изв. АН СССР, сер. физ., 20, 679

- 277. Б. И. Смирнов, ЖТФ 27, 218 (1957); 28, 2693 (1958).
- 278. М. Ноlу, Чехословацкий физ. ж. 8, 108 (1958). 279. Ю. С. Терминасов, Г. А. Феклистов, НДВШ (Металлургия) 2, 196 (1958).
- 280. Ю. С. Терминасов, А. Г. Яхонтов, Металловедение и термическая обработка металлов (М., Машгиз) 5, 19 (1959).
  281. А. С. Никоненко, Физ. металлов и металловедение 7, 699 (1959).
  282. Л. С. Уманский, Д. М. Златоустовский, Металловедение и термитермателя объеблите металлов.
- ческая обработка металлов 3, 11 (1958).
- 283. В. Н. Ж данова, в сб. «Некоторые проблемы физики твердого тела», М., 1957. 284. В. М. Финкель, Изв. АН СССР, сер. физ., 23, 611 (1959); Изв. ВУЗ, Черная
- металлургия 3, 73 (1959). 285. В. И. Иверонова, З. И. Кузьмина, С. И. Футергендлер, Е. И. Детлаф, Изв. АН СССР, сер. физ., 15, 44 (1951). 286. В. А. Ильина, В. К. Крицкая, Сб. «Пробл. металловед. и физ. металлов»
- 288. Г. В. Курдюмов, В. А. Ильина, В. К. Крицкая, Л. И. Лысак, Изв. АН СССР, сер. физ., 17, 297 (1953).

- 289. В. К. Крицкая, Г. В. Курдюмов, Т. И. Стеллецкая, ДАН СССР
- 98, 63 (1954). В. И. Иверонова, А. А. Капнельсон, ДАН СССР 290. B. (1954).
- 291. В. И. И веронова, А. П. Звягина, А. А. Кацнельсон, Кристаллография 2, 414 (1957).
  292. В. К. Крицкая, Г. В. Курдюмов, Л. В. Тихонов, ДАН СССР 102,
- $271 \ (1955).$
- 293. В. К. Крицкая, Г. В. Курдюмов, Т. И. Стеллецкая, Сб. «Пробл. металловед. и физ. металлов» 4, 408 (1955).
   294. В. А. Ильина, В. К. Крицкая, Г. В. Курдюмов, Т. И. Стеллецкая, Изв. АН СССР, сер. физ., 20, 723 (1956).
   295. С. М. Николаева, Я. С. Уманский, Изв. АН СССР, сер. физ., 20,
- 631 (1956).
- 296. Н. И. Носкова, В. А. Павлов, Физ. металлов и металловедение 7, 400 (1959).
- 297. Г. П. Кушта, И. П. Михайлюк, Г. Ф. Королюк, Физ. металлов и металловедение 7, 299 (1959).
  298. R. Weiss, J. De Marco, G. Weremchuk, L. Corliss, J. Hastings,

- 299. К. Lonsdale, H. Grenville-Wells, Nature 177, 986 (1956).
  299. К. Lonsdale, H. Grenville-Wells, Nature 177, 986 (1956).
  300. М. А. Кривоглаз, Кристаллография 4, 813 (1959).
  301. И. Н. Францевич, В. С. Нешпор, Сб. «Вопросы поротковой металлургий и прочности материалов», Киев, АН УССР 5, 49 (1958).
  302. В. И. Иверонова, А. П. Звягина, Физ. твердого тела 2, 118 (1960).
- 303. G. Sachs, Handb. Metallphys. 3, 1 (1937).

- 303. G. Sachs, Handb. Metallphys. 3, 1 (1937).
  304. Н. Н. Давиденков, Заводск. лаборатория 25, 318 (1959).
  305. Н. П. Щанов, там же 25, 1224 (1959).
  306. Д. М. Васильев, там же 25, 1226 (1959).
  307. Е. М. Ровинский, там же 25, 1228 (1959).
  308. Е. В. Шаров, там же 25, 1230 (1959).
  309. В. М. Финкель, В. Ф. Белоруков, там же 26, 859 (1960).
  310. Н. Н. Давиденков, там же 26, 861 (1960).
  311. G. Williamson, R. Smallman, Philos. Mag. 1, 34 (1956).
  312. S. Kulin, A. Kurtz, Acta Metallurgica 2, 354 (1954).
  313. P. Gorsuch, J. Appl. Phys. 30, 837 (1959).
  314. A. Lang, Acta Metallurgica 5, 358 (1957).
  315. A. Lang, J. Appl. Phys. 29, 597 (1958).
  316. A. Lang, Acta Crystallogr. 12, 249 (1959).
  317. A. Lang, J. Appl. Phys. 30, 1748 (1959).
  318. F. Frank, A. Lang, Philos. Mag. 4, 383 (1959).
  319. A. Lang, G. Meyrick, Philos. Mag. 4, 878 (1959).

- 320. W. Webb, J. Appl. Phys. 31, 194 (1960); Growth and Perfection of Crystals, New York, 1938, 230.

  321. U. Bonse, E. Kappler, Z. Naturforsch. 13a, 348 (1958).

  322. U. Bonse, Z. Phys. 153, 278 (1958).

  323. J. Newkirk, Phys. Rev. 110, 1465 (1958).

#### ДОПОЛНИТЕЛЬНАЯ ЛИТЕРАТУРА •)

- 1. В. И. Иверонова, И. И. Попова, Г. П. Ревкевич, Влияние опибок в упаковке слоев на интенсивность дебаевских линий. - Кристаллография 5, 531 (19**6**0).
- 2. В. И. Иверонова, А. П. Звягина, Характеристическая температура, определенная рентгеновскими методами.—Изв. вузов (Физика) № 6, 105 (1960).
- О. Н. Шиврин, О применимости корректировочных формул для первичной и вторичной экстинкции. Кристаллография 5, 797 (1960).
   А. Г. Хачатурян, Влияние распределения блоков мозаики по размерам на рассеяние рентгеновых лучей. Кристаллография 5, 354 (1960).
- рассеяние рентиеновых лучеи.— пристаплографай 3, 554 (1500).

  5. Г. В. Курдюмов, Природа упрочненного состояния металлов.— Металловедение и термическая обработка металлов (М., Маштиз), № 10, 22 (1960).

  6. Я. Д. Вишняков, С. С. Горелик, Дефекты упаковия в холоднодеформи-
- рованных никеле и хроме. Физ. металлов и металловедение 10, 841 (1960)
- 7. Я. М. Головчинер, Вопросы методики определения напряжений II рода и размеров блоков мозаичности Заводск. лаборатория 26, 431 (1960).
- S Chandrasekhar, Extinction in X-ray Crystallography. Advances Phys. 9, 363 (1960).
- 9. S. Chandrasekhar, An experimental Method of Correcting for Extinction in
- S. Chandrasekhar, An experimental Method of Correcting for Extinction in Crystals.—Acta Crystallogr. 13, 588 (1960).
   A. Kochendorfer, F. Trimborn, Röntgenographische Ermittlung von Gitterstorungen an Karbonyleisenpulvern.—Arch. Eisenhuttenwes. 31, 497 (1960).
   K. Kolb, E. Macherauch, Nachweis einer makroskopischen Verfestigunsinhomogenität bei der Zugverformung reiner Nickels.—Naturwiss 46, 624 (1959).
   E. Macherauch, P. Müller, Rontgenographische Untersuchung der Eigenspannung an Stahlproben.—Arch. Eisenhuttenwes. 31, 555 (1960).

<sup>\*)</sup> Добавлена при корректуре.