

Pokroky matematiky, fyziky a astronomie

Ivo Kraus

Mřížkové poruchy plasticky deformovaných kovů z hlediska rentgenografických metod

Pokroky matematiky, fyziky a astronomie, Vol. 9 (1964), No. 5, 293--298

Persistent URL: <http://dml.cz/dmlcz/139494>

Terms of use:

© Jednota českých matematiků a fyziků, 1964

Institute of Mathematics of the Academy of Sciences of the Czech Republic provides access to digitized documents strictly for personal use. Each copy of any part of this document must contain these *Terms of use*.



This paper has been digitized, optimized for electronic delivery and stamped with digital signature within the project *DML-CZ: The Czech Digital Mathematics Library* <http://project.dml.cz>

MŘÍŽKOVÉ PORUCHY PLASTICKY DEFORMOVANÝCH KOVŮ Z HLEDISKA RENTGENOGRAFICKÝCH METOD

IVO KRAUS, Praha

Ve fyzice pevných látek hrají důležitou úlohu mřížkové poruchy, které ve většině případů silně ovlivňují vlastnosti materiálů. Zpravidla se hovoří jen o poruchách atomových rozměrů. To nejsou však jediné typy poruch; v technické praxi se obyčejně jedná o daleko rozsáhlejší změny krystalické mříže. V našem článku si povšimneme poruch v elasticky a plasticky deformovaných kovových materiálech, projevujících se jako tak zvaná vnitřní pnutí, z hlediska metod rentgenové difrakce.

Klasifikaci zbytkových pnutí v polykrystalických materiálech je možno provést buď podle geometrických kritérií na základě velikosti objemů, ve kterých jsou pnutí v rovnováze, nebo podle toho, jak ovlivňují polohu, šířku, případně intenzitu difrakčních linií na rentgenogramech.

Pnutí 1. druhu (makroskopická pnutí) jsou v rovnováze v makroskopicky velkých objemech materiálu srovnatelných s velikostí celého zkoumaného kusu materiálu (strojní součásti). Vznikají, je-li materiál buď namáhán vnějšími silami, nebo při nestejněměrném tváření či ochlazování. Jestliže se makroskopická vnitřní pnutí v materiálu skutečně vyskytují, potom při odejmutí části materiálu dojde k porušení rovnováhy mezi zbývajícími částmi a materiál se deformuje (zprohýbání součástí, vznik trhlin při opracování materiálu, který má tato pnutí).

Pnutí 2. druhu (mikroskopická pnutí) jsou v rovnováze v mikroskopicky velkých objemech materiálu srovnatelných s velikostí jednotlivých krystalitů nebo jejich částí. Vznikají v materiálu při tváření za studena, je-li překročena mez pružnosti, při tuhnutí, při proměnném zatížení, při změně teploty, u látek feromagnetických magnetickými vlivy apod.

V technické praxi jsou makroskopická vnitřní pnutí téměř vždy doprovázena mikroskopickými vnitřními pnutími. Příkladem materiálu, který by měl prakticky pouze makroskopická pnutí, je tyč (předchozím žiháním dokonale zbavená všech vnitřních pnutí) namáhaná ve směru osy silou, jejíž velikost nepřekročí v žádném místě mez pružnosti příslušného materiálu. Jestliže by se však taková tyč deformovala plasticky, pak po odstranění deformující síly by sice rovněž vznikla pnutí 1. druhu (opačného znamení než deformující napětí vyvolané působením vnější síly), ale kromě nich i vnitřní pnutí 2. druhu, místně proměnná.

Pnutí 3. druhu jsou v rovnováze v objemech jedné nebo několika základních buněk krystalu. Původ těchto napětí je v mřížkových poruchách spočívajících ve statických vysunutích atomů z normálních poloh. Jedním druhem těchto poruch jsou dislokace. Podobný zjev, ale časově rychle proměnný, je vysunutí atomů vlivem tepelného pohybu.

Pnutí 2. a 3. druhu sice nemohou způsobit změnu tvaru součásti, mají však velký

vliv na mechanické, fyzikální a fyzikálně chemické vlastnosti materiálů; vznik těchto pnutí při plastické deformaci kovů je jednou z příčin jejich zpevnění.

Připomeňme si, že kovové materiály používané v technické praxi jsou látkami polykrystalickými, to znamená, že se skládají z velkého množství libovolně orientovaných krystalitů (zrn) nepravidelného tvaru.

Klasifikace a měření všech tří druhů pnutí v polykrystalických materiálech je velmi důležité. Jeden možný způsob, kterým to lze provést, jsou rentgenografické difrakční metody, neboť přítomnost jednotlivých druhů pnutí se projevuje na rentgenogramech různě: mohou způsobovat změnu polohy, šířky a intenzity linií. Podle těchto změn se soudí na to, zda ve zkoumaném materiálu jsou pnutí a jakého jsou druhu.

V další části článku shrneme příčiny způsobující tyto změny difrakčních linií, jež jsou pro klasifikaci pnutí důležité.

1. ZMĚNA POLOHY DIFRAKČNÍCH LINIÍ

Velikost elastických makroskopických pnutí lze určit z deformací mřížky, které je provádějí. Tyto deformace spočívají v tom, že se mezirovinné vzdálenosti d jednotlivých systémů mřížkových rovin změni v závislosti na směru působícího napětí stejně v celých makroskopických oblastech. To se projeví posunem Debyeových linií. V oboru elastických pnutí je relativní změna mezirovinné vzdálenosti $\Delta d/d$ úměrná velikosti složky pnutí s ní rovnoběžné.

V praxi se velmi často vyskytují plastické deformace materiálů. Přirozeně vzniká tedy otázka, zda je možno i v těchto případech užít stejné metody měření pnutí jako v oboru elastických deformací.

SMITH a WOOD [1] studovali na vzorcích z měkké oceli závislost $\Delta d/d$ na úhlu mezi osou vzorku a normálou k rovině o indexech (310). Bylo zjištěno, že tato závislost odpovídá v odlehčených vzorcích, které byly předtím plasticky deformovány tahem, přítomnosti zbytkových makroskopických tlakových pnutí v osovém směru. Příčinu těchto pnutí vidí autoři v různém odporu okrajových a vnitřních částí zrn materiálu vůči deformaci. Při plastické deformaci působí na okrajové části zrn vyšší pnutí než na části vnitřní. Po odstranění vnější síly jsou okrajové části pod vlivem zbytkových pnutí téhož znaménka jako předtím působící síla; vnitřní části jsou pod vlivem zbytkových pnutí opačného znamení. Materiál hranic zrn je však natolik porušen, že se na vzniku rentgenových difrakčních linií odpovídajících koherentnímu rozptylu neúčastní. Je zřejmé, že tato vnitřní pnutí mají charakter mikroskopických pnutí. ROVNSKIJI [2] je nazval orientovaná mikroskopická pnutí. VASILJEV [3], který se otázkou orientovaných mikroskopických pnutí v kovech po homogenní plastické deformaci podrobně zabýval, zjistil, že způsobují posun difrakčních linií. Měření zbytkových pnutí prvního druhu rentgenovou difrakcí ve vzorcích deformovaných homogenní plastickou deformací nelze tedy provést bez porušení celistvosti vzorku; jinak by to znamenalo, že do výsledku budou zahrnuta současně makroskopická i mikro-

skopická pnutí. Ve všech případech je nutné pomocí určitých řezů změnit rovnováhu makroskopických pnutí (aniž by se tím však ovlivnila rovnováha pnutí mikroskopických). Jestliže materiál, v němž existují zbytková makroskopická pnutí, rozdělíme na dvě nebo více částí, projeví se porušení stavu rovnováhy makroskopických pnutí změnou tvaru jednotlivých částí. Na základě těchto tvarových změn je pak možné usuzovat na velikostech makroskopických pnutí.

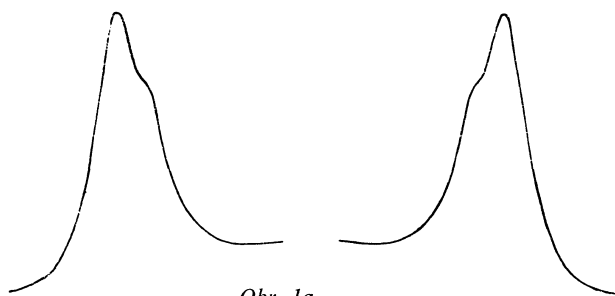
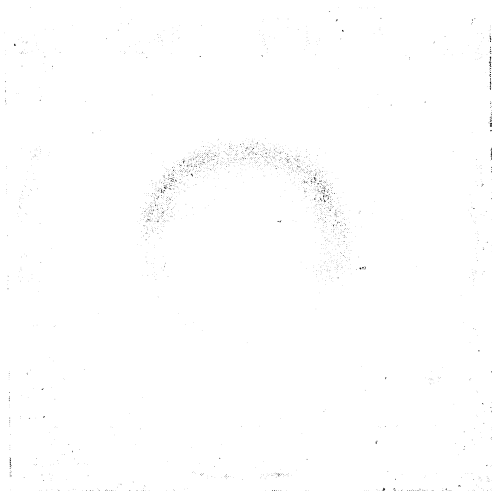
2. ROZŠÍŘENÍ DIFRAKČNÍCH LINIÍ

Makroskopická elastická deformace polykrystalického vzorku způsobí jen nepatrné vratné rozšíření rentgenových linií (v tom případě, mají-li jednotlivé krystality, z nichž je vzorek vytvořen, anizotropické elastické vlastnosti). Tuto skutečnost experimentálně dokázal např. BRASSE a MÖLLER [4].

Podstatně silnější rozšíření linií nastává při deformaci plastické. V prvních pracích, které se touto otázkou zabývaly, byl efekt rozšíření spojován jen s poruchami struktury v mikroskopických objemech a se vznikem mikroskopických pnutí, která byla těmito poruchami způsobena.

Jestliže v materiálu existují mikroskopická pnutí, nemají už všechny krystality v objemu, který se zúčastní při interferenci rentgenových paprsků, stejné hodnoty mezivinných vzdáleností. Jejich velikost v tomto objemu kolísá kolem jisté střední hodnoty; místo jedné interferenční linie jich vzniká celá řada podle různých hodnot příslušných mezivinných vzdáleností. Tyto interferenční linie přecházejí jedna v druhou spojitě, takže navenek pozorujeme symetrické rozšíření linie kolem polohy, která odpovídá střední hodnotě těchto mezivinných vzdáleností.

Příklad takového rozšíření linie je vidět na obr. 1a, který ukazuje difrakční snímek povrchu slinutého karbidu wolframu. Materiál povrchu vzorku byl předchozím opracováním plasticky deformován, takže dublet linie (211) je vlivem velkého rozptýlu příslušné mezivinné vzdálenosti těžko rozlišitelný. Obr. 1b ukazuje analogický



Obr. 1a.

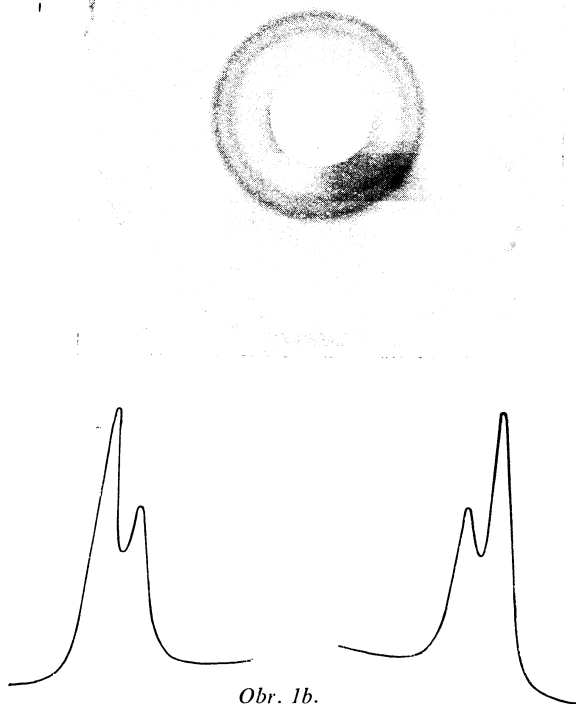
snímek povrchu vzorku slinutého karbidu wolframu, z něhož byla však zdeformovaná vrstva odstraněna. U obou difrakčních snímků jsou uvedeny odpovídající mikrofotometrické křivky.

Obecně však ze symetrického rozšíření linie na existenci mikroskopických pnutí usuzovat nelze. Rozšíření může být také způsobeno příliš malou velikostí krystalků (pod 10^{-5} cm) a u slitin i nehomogenním chemickým složením.

V současné době se uvádí [5], že po plastické deformaci kovů dochází u nich nejen

k mikroskopickým poruchám, ale i ke zjemnění oblastí koherentního rozptylu. Oba efekty se s růstem deformace až k jisté hranici velmi rychle zvětšují. ROVINSKIJI [6] tvrdí, že při velkých plastických deformacích další zjemňování nenastává, neboť již během deformace probíhá rekrystalizace. Je však třeba podotknout, že rozšíření linií způsobené příliš malou velikostí krystalků je u kovových polykrystalických materiálů velmi nepatrné; zřídka kdy totiž mikrokrystalky těchto látek klesnou pod $5 \cdot 10^{-5}$ cm — a teprve pod touto hranicí se začíná rozšíření způsobené malou velikostí koherentních oblastí uplatňovat patrnější měrou.

Na příčinu rozšíření linií se usuzuje např. ze závislosti rozšíření na úhlu difrakce θ . Rozšíření způsobené mikroskopickými pnutími je přímo úměrné tangente úhlu θ , zatímco rozšíření v důsledku malé velikosti krystalků je nepřímo úměrné kosinu tohoto úhlu. Jiné kritérium, jehož se používá k rozlišení, zda v daném případě jde o ma-



Obr. 1b.

lou velikost krystalků nebo mikroskopické pnutí, záleží v tom, že se materiál vyhřeje těsně pod rekrystalizační teplotu; tím se totiž odstraní pnutí, ale velikost krystalků zůstane nezměněna. Jestliže tedy i pak zůstane linie rozšířena, jde o malou velikost krystalků, v opačném případě o mikroskopické pnutí.

V posledních letech bylo ukázáno [7], že rozšíření čar a jejich posun může vznikat nejen z výše uvedených příčin, ale také vlivem tak zvaných vrstevných chyb v krystalové mřížce. S těmito poruchami se zejména setkáváme u kovů s nejméně smíšením uspořádáním atomů, tj. kovů krystalizujících v krychlové plošně centrované mřížce a v šesterečné smíšené mřížce, jež byly plasticky deformovány.

3. ZMĚNA INTENZITY LINIÍ

Snížení integrální intenzity reflexí vysokých řádů bylo poprvé pozorováno HENGSTENCEREM a MARKEM v roce 1929 [8]. Zjistili, že poměr intenzit reflexí (200) a (400) se u různých kovů podrobených válcování podstatně zvětšil — až o 40%. Podle názoru autorů to ukazovalo na zeslabení linie (400). Později jimi bylo objeveno, že při plastické deformaci (stlačení) krystalu KCl se absolutní intenzita reflexí druhého a čtvrtého řádu od roviny (100) zvětšila, kdežto u 6., 8. a 10. řádu zmenšila, přičemž se efekt u reflexí vyšších řádů projevoval mnohem silněji. Na podkladě těchto výsledků došli autoři k závěru, že se intenzita reflexí mění v důsledku poruch krystalické mřížky a že alespoň část těchto poruch spočívá ve vysunutí atomů z jejich normálních poloh v mřížce. Domnívali se, že takto způsobené vysunutí atomů snižuje atomový faktor rozptylu stejně jako vysunutí, k němuž dochází při tepelném pohybu. Pro tento „zamrzlý tepelný pohyb atomů“ byl zaveden název *poruchy třetího druhu*.

Snížení intenzity vzrůstající se zvětšováním řádu reflexe bylo pozorováno i ROVINSKÝM [9]. Podle něho však tento pokles nemůže být zcela vyjádřen ve tvaru charakteristické exponenciální funkce tepelného faktoru, neboť existuje ještě takové snížení intenzity, které je společné všem liniím. Tuto část poklesu intenzity způsobenou plastickou deformací objasňuje Rovinskij tým, že jisté množství deformovaného materiálu v oblasti zasažené svazkem rentgenových paprsků se už na koherentním rozptylu neúčastní, neboť je prakticky v amorfním stavu. Exponenciálním faktorem lze charakterizovat jen to snížení intenzity, které je způsobeno zvětšením amplitudy tepelných kmitů atomů mřížky deformovaného kovu (tak zvané dynamické poruchy). V roce 1959 KRIVOGLAZ [10] ukázal, že současně se změnou statických vysunutí nastává i změna amplitudy kmitajících atomů.

Účinkem deformace na intenzitu difrakcí u kovových látek se zabývala celá řada autorů. Někteří z nich naměřili, že vlivem plastické deformace dojde ke snížení intenzity, jiní nezjistili žádnou změnu a další dokonce zaznamenali zvýšení.

Práce z poslední doby, v nichž bylo pro indikaci intenzit difrakcí použito scintilačních počítačů s diskriminátorem impulsů (a tím značně zvýšena přesnost měření), ukazují, že alespoň u čistých kovů ke snížení intenzity nedochází. U slitin je zatím pro zaujetí nějakého stanoviska příliš málo experimentálního materiálu.

Konečně je třeba ještě připomenout, že správné interpretaci jednotlivých výsledků brání také chyby způsobené obtížemi respektovat správně vliv absorpce a extinkce.

Závěr posledních prací, z nichž některé byly prováděny s pomocí počítačových aparatur a monochromátorů, lze shrnout takto:

a) Intenzita rentgenových linií u deformovaných práškových vzorků (při jejichž výrobě nenastává přednostní orientace—textura) se může měnit vlivem několika příčin: fragmentací krystalů, která způsobuje změnu extinkce, vznikem poruch v mřížce, jež spočívají ve vysunutí atomů z rovnovážných poloh (poruchy třetího druhu), a vznikem vrstevných chyb.

b) V kompaktních polykrystalických vzorcích se může intenzita kromě toho měnit i vlivem textury.

Celkem lze říci, že změna intenzity jednotlivých linií nebo změna poměru intenzit dvou linií nemůže charakterizovat poruchy třetího druhu, jestliže není vyloučen vliv textury, extinkce a vrstevných chyb.

ZÁVĚR

Z přehledu popsaných příčin změn difrakčních linií je zřejmé, že např. posun rentgenových čar nemůže být jednoznačným kritériem existence zbytkových pnutí prvního druhu ve vzorku, neboť k posunu dochází i vlivem tzv. orientovaných pnutí 2. druhu. Stejně tak ani změna intenzity difrakčních linií nemůže být spojována pouze s poruchami 3. druhu.

Na základě těchto poznatků se ukázalo nezbytné vyslovit nové definice pro všechny druhy zbytkových pnutí. Jejich formulaci provedl DAVIDĚNKOV [11]:

1. Pnutími 1. druhu neboli makroskopickými pnutími se nazývají pnutí, která jsou v rovnováze v objemech stejného řádu, jako jsou objemy tělesa a jež mohou být určena rozřezáním tělesa na části. Na rentgenogramech se projevují takovým posunem difrakčních linií, který lze odstranit příslušným rozřezáním tělesa.

2. Pnutími 2. druhu neboli mikroskopickými pnutími se nazývají pnutí, která jsou v rovnováze v objemech stejného řádu, jako jsou objemy jednoho nebo několika krystalitů. Rentgenograficky se projevují symetrickým rozšířením difrakčních linií a případně i jejich posunem, který nemůže být odstraněn rozřezáním tělesa.

3. Poruchy třetího druhu představují narušení pravidelného rozložení atomů v mřížce; protože není dosud jejich vliv na difrakční čáry zcela stanoven, do klasifikace podle rentgenogramů se zatím nezahrnují.

Literatura

- [1] S. SMITH, W. WOOD: Proc. Roy. Soc. A 182, 404 (1944).
- [2] D. M. VASILJEV: ŽTF 26, 2389 (1956).
- [3] D. M. VASILJEV: Fiz. tv. těla 1, 1736 (1959).
- [4] F. BRASSE, H. MÖLLER: Arch. EHW 29, 757 (1958).
- [5] L. I. LYSAK, L. V. TICHONOV: FMM 7, 757 (1959).
- [6] B. M. ROVINSKIJ: Izv. AN SSSR ser. fiz. 17, 333 (1953).
- [7] H. HOUSKA, B. AVERBACH: Acta Crystallogr. 11, 139 (1958).
- [8] J. HENGSTENBERG, H. MARK: Naturwiss. 17, 443 (1929).
- [9] B. M. ROVINSKIJ: ŽETF 7, 963 (1937).
- [10] M. A. KRIVOGLAZ: Kristallografija 4, 813 (1959).
- [11] N. N. DAVIDĚNKOV: Zavodskaja laboratorija 26, 861 (1960).