

Orwat Henryk  
Instytut Fizyki

BADANIE DEFEKTÓW SIECIOWYCH METODĄ RADIONUKLIDÓW  
W METALACH POLIKRYSTALICZNYCH  
O SIECI REGULARNEJ PŁASKOCENTRYCZNEJ

Streszczenie. Stosując technikę izotopową, przeprowadzono pomiary względnych zmian intensywności oraz przesunięć maksimów promieniowania na foliach polikrystalicznych Al, Cu i Ni obrabianych cieplnie i mechanicznie. Stwierdzono, że zmiany intensywności promieniowania rozproszonego i przesunięcia maksimów krzywych, zależne od stosowanej obróbki, związane są z występowaniem w polikryształach defektów sieciowych.

## 1. Wstęp

Struktura rzeczywistych kryształów odbiega znacznie od modelu kryształów idealnych przedstawionych za pomocą translacji sieci. Ze znanych defektów sieciowych najsilniejszy wpływ na własności mechaniczne kryształów wywierają dyslokacje. Spośród stosowanych obecnie metod eksperymentalnych wyznaczania gęstości i struktury dyslokacji, na czoło technik badawczych, wysuwa się przede wszystkim metoda transmisyjnego mikroskopu elektronowego [1] oraz metody rentgenowskie, jak np. metoda Langa [2], pozwalająca na wykrywanie pojedynczych dyslokacji lub też metoda spektrometru z oscylującym filmem [3-4].

Do interesujących metod badań defektów sieciowych techniką "rozproszeń małych kątowych" należy metoda zapoczątkowana przez Guiniera [5], a szeroko prowadzona przez innych autorów [6-7].

Odrębną metodyką odznaczają się badania neutronograficzne prowadzone przy użyciu wiązki neutronów o stałej prędkości, tj. o określonej długości fali [8]. Niekiedy do badań struktury kryształów można stosować izotopy promieniotwórcze [9]. W tym przypadku stosuje się najczęściej izotopy promieniotwórcze emitujące miękkie promieniowanie gamma. Badania prowadzone są metodą prześwietleniową, analizując rozkład kątowy widma uzyskanego po przejściu promieniowania przez badaną próbkę [10]. W przypadku stosowania miękkiego promieniowania gamma radionuklidów natężenie rejestrowanego promieniowania "na wprost" jest wprawdzie mniejsze, aniżeli w przypadku stosowania promieniowania rentgenowskiego, jednak dobór stosunkowo szerokiej szczeliny wybiorczej na detektorze daje krzywe rozkładu promieniowania o charakterze całkowym.

Metale obrabiane cieplnie poprzez przesykanie były badane między innymi przez Hirschã i Silcoxã [11]. Z danych tych wynika, że pojedyncze defekty punktowe nie mogą spowodować mierzalnych rozproszeń. Może to zachodzić w obecności skupienia takich defektów, co jednak wymaga skończonego czasu.

Bezpośrednie obserwacje przesyconych folii aluminiowych, dokonane przy pomocy mikroskopu elektronowego, potwierdziły powstawanie licznych pryzmatycznych pętli dyslokacyjnych będących wynikiem zapadnięcia się kolonii wakansów. Według [11] zagęszczenie tych pętli wynosi  $10^5 \text{ cm}^{-3}$ , a przeciętna ich średnica ok. 200 Å. W przesyconym aluminium zaobserwowano także dyslokacje pryzmatyczne zawierające błędy ułożenia. Tworzenie tych defektów zależy od stopnia czystości materiałów i temperatury. Defekty te powstają, podobnie jak poprzednie, w wyniku zapadania się kolonii wakansów. Utworzony błąd ułożenia ograniczony jest dyslokacją półkutwierzdomą Franka o wektorze Burgersa  $1/3 \langle 111 \rangle$  oraz dyslokacją częściową Shockley, o wektorze Burgersa  $1/6 \langle 11\bar{2} \rangle$ . Reakcja między tymi dyslokacjami daje w wyniku niskoenergetyczną dyslokację krawędziową [12]:



Badając przesycone aluminium, autorzy pracy [13] sugerują występowanie podwójnych pętli dyslokacyjnych, ograniczających błędy ułożenia. Pętla o większej średnicy posiada kształt sześciokąta, zaś o mniejszej - trójkąta. Boki jednej i drugiej są równoległe do kierunku  $[110]$ .

Wpływ obróbki cieplnej i zanieczyszczeń śladowych na tworzenie zgrupowań wakansów w Al i Au był rozpatrywany przez Cotterillã i Segallã [14]. Autorzy Ci badali zgrupowania wakansów w przesykanym aluminium i złocie o różnej czystości.

Wpływ obróbki plastycznej na charakter widma, uzyskanego dla promieni gamma po przejściu przez próbkę, jest tłumaczony między innymi w pracy [15] dużą gęstością dyslokacji i defektów punktowych, utworzonych w czasie odkształcania plastycznego.

## 2. Badania własne

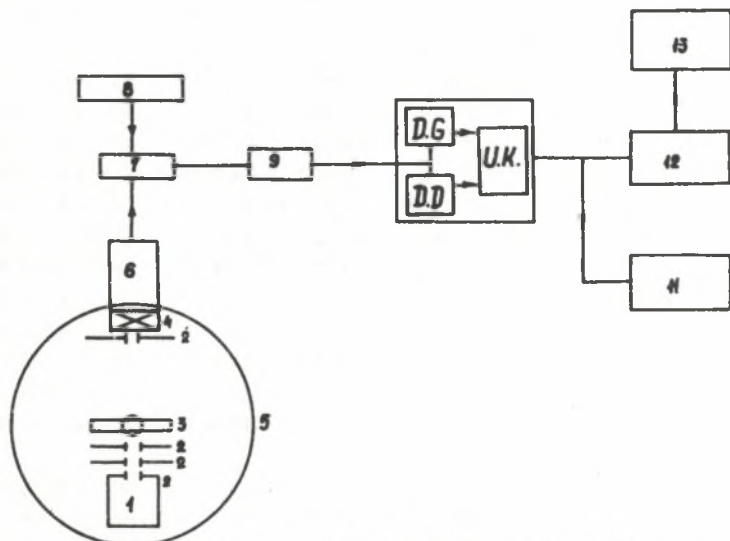
### 2.1. Materiał do badań i obróbki próbek

Badania przeprowadzono na blachach aluminium, miedzi i niklu o grubości 0,1 do 0,05 mm, walcowanych na zimno z 50% stopniem zgniotu. Z blach wykonywano próbki o odpowiednich kształtach. Część próbek poddano wyżarzaniu z następnym ochłodzeniem z piecem, część zaś oziębiano gwałtownie w wodzie. Stosowano następujące temperatury wyżarzania; dla Al -  $630^\circ\text{C}$ , Cu -  $1050^\circ\text{C}$  i Ni -  $1200^\circ\text{C}$ . Próbki zgniecione, wyżarzone i przesykane poddano prześwietlaniu izotopem. Ponadto prześwietlaniu izotopem,

poddano część próbek wyżarzonych, a następnie rozciąganych na wydłużenie względne 1-2% dla Al, 5% dla Cu i 3% dla Ni.

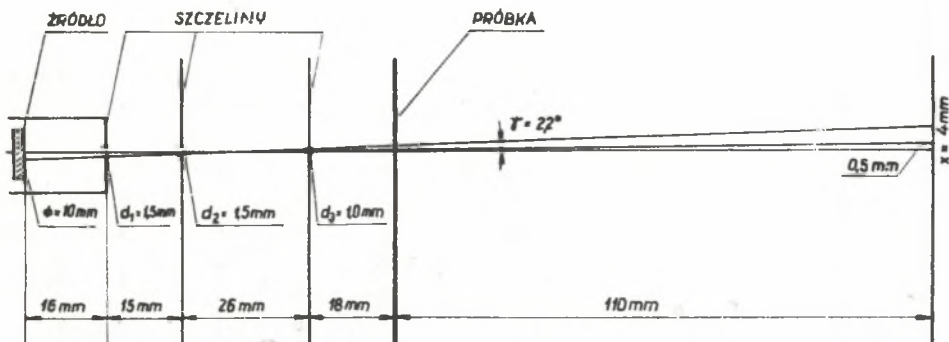
## 2.2. Przebieg badań

Badania przeprowadzono metodą prześwietleniową przy zastosowaniu miękiego promieniowania gamma, pochodzącego z radionuklidu Am-241 o energii 60 KeV, długości fali 0,205 Å, przy aktywności 10 mCi. Metoda ta jest zbliżona do metody rentgenowskiej stosowanej przez Guiniera [5].



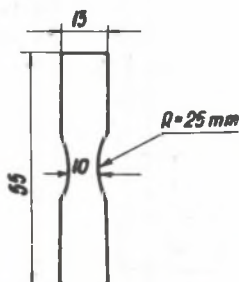
Rys. 1. Schemat blokowy aparatury

1 - izotop, 2 - układ szczelin, 3 - uchwyt mocujący próbki, 4 - kryształ scyntylacyjny, 5 - goniometr, 6 - fotopowielacz, 7 - wtórnik katodowy, 8 - zasilacz W.N., 9 - wzmacniacz N.N., 10 - jednokanałowy analizator amplitud, 11 - przelicznik, 12 - integrator, 13 - przyrząd samopiszący



Rys. 2. Szkiec biegu promieni z uwzględnieniem geometrii aparatury

Schemat blokowy aparatury przedstawia rys. 1, zaś bieg promieni - rys. 2. Promieniowanie ze źródła izotopowego przechodzące przez szczelinę o wymiarach 15 x 1,5 mm było następnie ograniczone układem szczelin 1 i 2 o szerokościach 1,5 mm i 1 mm. Zapewniło to zachowanie niewielkiego wachlarza kąтового w granicach ok. 2°. Ostatnia szczelina wybiórcza na detektorze posiadała szerokość 1 mm. Podlegające prześwietleniom próbki



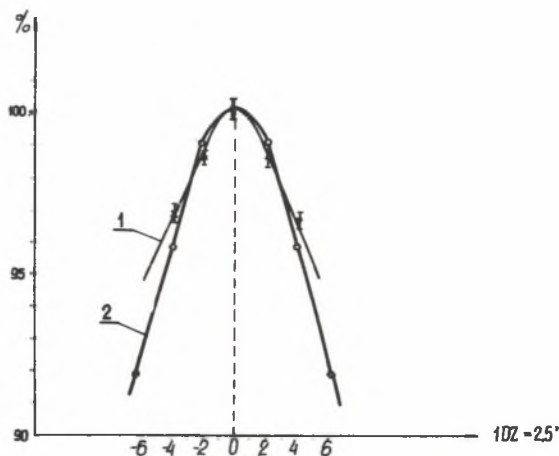
Rys. 3. Kształt próbek

(rys. 3) zamocowano w uchwytach przyrządu umożliwiającego rozciąganie na wymagane wydłużenie względne. Przesuwne ramię goniometru z umieszczonym detektorem umożliwiło wyznaczenie absolutnej wielkości kąta przesuwu z dokładnością do 1'. Urządzenie mocujące próbkę ustawione było dokładnie w środku stolika goniometru. Detektorem promieniowania był licznik scyntylicyjny zaopatrzony w kryształ NaJ(Tl) o średnicy 35 mm i grubości 14 mm. Fotopowielacz współpracował ze stabilizowanym zasilaczem wysokiego napięcia. Impulsy z fotopowielacza były wzmacniane, a następnie sortowane w jednokanałowym analizatorze amplitud tak, że istniała gwarancja rejestracji jedynie fali o energii 60 KeV. Urządzeniem zliczającym impulsy był przelicznik P.E.L.-5. Przelicznik ten rejestrował intensywność promieniowania liczoną w impulsach na minutę.

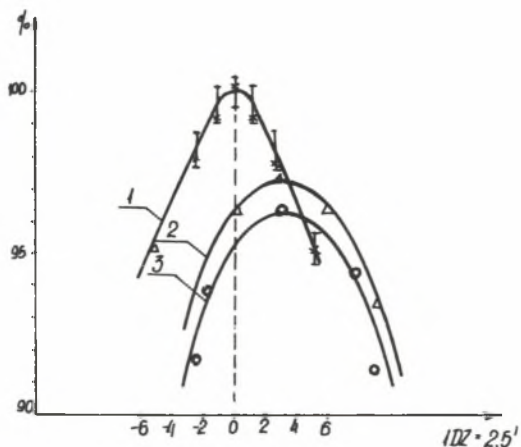
Przed przystąpieniem do pomiarów rozproszenia, przed każdą serią pomiarów, przeprowadzono cechowanie aparatury wyznaczając rozkład kątowy promieniowania radionuklidu bez próbki badanego metalu, a następnie, nie zmieniając parametrów aparatury oraz geometrii położenia źródła i szczelin, przystąpiono do pomiarów liczby impulsów w funkcji położenia sondy detekcyjnej dla promieniowania przechodzącego przez badany materiał.

### 3. Wyniki badań

Rozkład zmiany liczby impulsów w funkcji kąta, wyznaczony jako średnia z 8 krzywych rozkładu promieniowania bez próbek, przedstawia krzywa (1) na rys. 4. Odcinki ograniczające oscylację krzywej (1) wyliczono jako średnie z błędów kwadratowych poszczególnych wielkości. Wykreślono również krzywą (2) rozkładu, wynikłą z rozważań teoretycznych, uwzględniających geometrię stosowanej aparatury oraz wielkość natężenia promieniowanie "na wprost". Przy wykreślaniu krzywych doświadczalnych dla badanych próbek, posłużono się krzywą (1) jako porównawczą. Na krzywych zaznaczono także odcinki obrazujące rozrzut, spowodowany fluktuacjami statystycznymi. Wielkość odcinka ograniczającego krzywą odpowiada średniemu rzeczywistemu odchyleniu standartowemu.



Rys. 4. Porównanie krzywych; doświadczalnej - 1 i teoretycznej - 2, obliczonych zależności między procentową zmianą liczby impulsów a kątem rozproszenia



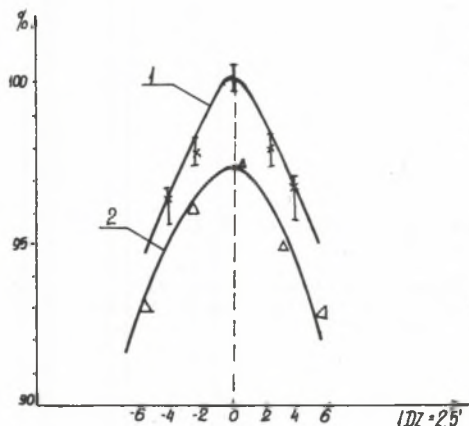
Rys. 5. Krzywe obrazujące rozkład kątowy natężenia promieniowania dla próbek Al

1 - krzywa porównawcza, 2 - próbka przesycona, 3 - próbka rozciągana na wydłużenie względne 2%

Rysunek 5 przedstawia krzywe rozkładu kąowego w funkcji procentowych zmian impulsów, przy czym krzywa (1) jest porównawczą. Krzywa (2) odpowiada przesyconej próbce Al, zaś krzywa (3) próbce Al wyżarzzonej i rozciąganej na wydłużenie względne 2%.

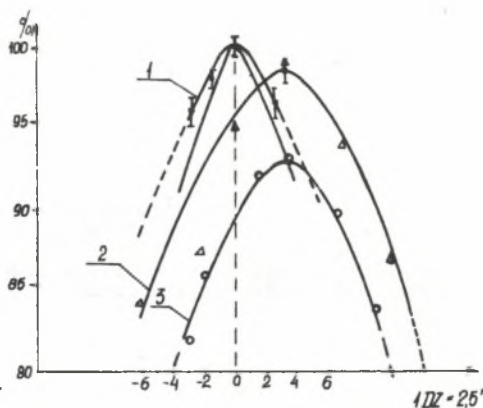
Na rysunku 6 przedstawiono natomiast krzywą rozkładu dla wyżarzonej próbki Al (2) oraz krzywą porównawczą (1).

Podobne zmiany rozkładu natężenia promieniowania uzyskano dla próbek miedzianych i niklowych obrabianych cieplnie i mechanicznie (rys. 7 i 8). Krzywa (1), podobnie jak w poprzednich przypadkach, jest porównawczą.



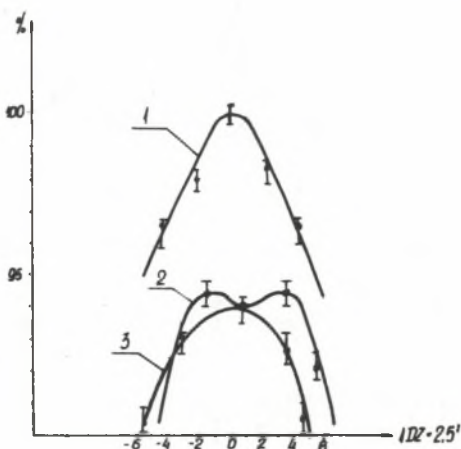
Rys. 6. Krzywe obrazujące rozkład kątowny natężenia promieniowania dla próbki Al

1 - krzywa porównawcza, 2 - próbka wyżarzona



Rys. 7. Krzywe obrazujące rozkład kątowny natężenia promieniowania dla próbek Cu

1 - krzywe porównawcze, 2 - próbka przesycona, 3 - próbka walcowana na zimno z 50% ogniotem



Rys. 8. Krzywe obrazujące rozkład kątowny natężenia promieniowania dla próbek Ni

1 - krzywa porównawcza, 2 - próbka przesycona, 3 - próbka wyżarzona

#### 4. Dyskusja wyników

Przeprowadzone badania umożliwiają dokonanie oceny wpływu obróbki cieplnej i mechanicznej na zmiany natężenia widma promieniowania gamma w próbkach aluminium, miedzi i niklu. Na krzywych zamieszczonych na rysunkach 5, 7 i 8, poza zrozumiałym osłabieniem natężenia wiązki przechodzącej przez próbkę w porównaniu z rozkładem promieniowania przechodzącego bezpośrednio, obserwuje się przesunięcia położenia maksimów w stosunku do położenia zerowego. Ponadto na rysunku 8 zaznaczają się 2 maksima umieszczone symetrycznie względem położenia zerowego. Obserwowane przesunięcia leżą poza granicą błędu pomiarów stosowanej metody i zawierają określone informacje dotyczące zdefektowanej struktury krystalicznej badanych metali. Przyczynami przesunięć są niewątpliwie zmiany gęstości i dystrybucji defektów sieciowych, związane z obróbką cieplną i plastyczną.

Na wielkość tych przesunięć oraz zmian intensywności linii wpływać mogą także:

- ugięcia braggowskie;
- efekt Comptona;
- rozproszenie guinierowskie;
- podwójne odbicie braggowskie;
- efekt absorpcji.

Po przeanalizowaniu możliwości wystąpienia poszczególnych efektów, a przede wszystkim realności ich rejestracji poza błędem pomiaru, przekonywującym wyjaśnieniem zjawiska przesunięcia krzywych rozkładu kąтового jest występowanie niejednorodności gęstości materiału w kierunku przechodzenia promieniowania. Pociąga to za sobą występowanie różnicy we współczynnikach liniowych absorpcji w obrębie tej samej próbki, wynikającej ze zmienności zagęszczenia dyslokacji, głównie krawędziowych oraz wakansów. Potwierdzają to wyniki pracy [10], gdzie rozpatrzono funkcje rozkładu obrazującą efekt przesunięć maksimum w funkcji zmiany liniowego współczynnika pochłaniania.

Obróbka cieplna, a w szczególności przesycanie, daje w efekcie zmianę intensywności związaną prawdopodobnie z zamrożeniem defektów punktowych o stężeniu odpowiadającym równowagowemu stężeniu wakansów i atomów różnowęzłowych w temperaturze przesycania. Reprezentują to krzywe (2) na rysunkach 5, 7 i 8.

Obróbka plastyczna wprowadza natomiast dużą gęstość dyslokacji i defektów punktowych, poprzez co względny efekt rozproszeniowy jest najbardziej wyraźny, a natężenie promieniowania rozproszonego jest mniejsze, niż w przypadku przesycania. Efekt ten reprezentowany jest przez krzywe (3) na rysunkach 5 i 7.

Wyżarzanie w stosowanych temperaturach prowadzi do rekryształizacji metalu uprzednio odkształcanego i wydatnie zmniejsza gęstość defektów sie-

ciowych. Stąd efekt rozproszenia jest zbyt mały, aby mógł wywołać mierzalne przesunięcie krzywych. Widać to na krzywej (2) (rys. 6) oraz dla krzywej (3) (rys. 8).

Badanie efektów sieciowych przy pomocy rozproszonego promieniowania nuklidów, sprowadzone zostało jedynie do metody porównawczej, gdyż uzyskanie wielkości bezwzględnych, bez równoległych obserwacji defektów sieciowych, stwarzało trudności interpretacyjne. Tym nie mniej zastosowanie krótszej długości fali, w porównaniu z promieniowaniem rentgenowskim, polepsza zdolność rozdzielczą. Stąd zastosowanie promieniowania nuklidów do tego typu badań może mieć istotne zalety w porównaniu z innymi metodami.

## 5. Wnioski

Zastosowanie miękkiego promieniowania gamma może mieć duże znaczenie dla badań nad własnościami metali obrobionych cieplnie i plastycznie. W wyniku przeprowadzonych badań stwierdzono wpływ tej obróbki na rozkład widma promieniowania. Najsilniejszy wpływ zaznaczył się dla próbek obrabianych plastycznie, dla których względne zmiany promieniowania występują w najsilniejszym stopniu. Wiąże się to niewątpliwie z dużą gęstością defektów sieciowych wprowadzanych w czasie odkształceń.

Obróbka cieplna, w szczególności przesycanie, daje rozkład widma również przesunięty względem krzywej porównawczej, jednak względna zmiana intensywności jest mniejsza, co wiąże się prawdopodobnie ze zmniejszeniem gęstości dyslokacji poprzez zamrożenie defektów punktowych. Próbkę wyrażone dają najmniejszy efekt rozproszeniowy. Na krzywej (2) (rys. 6) uwidacznia się nawet brak przesunięcia względem krzywej porównawczej. Związane to jest ze zmniejszeniem gęstości defektów.

## LITERATURA

1. Hirsch P.B., Howie A. - Electron Microscopy of thin Crystals, Butterworths, London 1966.
2. Lang A.R. - J. Appl. Phys. 30, 1959.
3. Bedyńska T. - Acta Phys. Polon. 19, 443 (1960).
4. Auleytner J. - Rentgenowskie metody badania mozaiki i dyslokacji w kryształach, PWN, s. 73, W-wa (1964).
5. Guinier A., Fournet G. - Small-Angle Scattering of X-Rays, London (1955).
6. Smallman R.F., Westmacott K.H. - J. Appl. Phys. 30, no 5 (1959).
7. Seeger A.K. - Appl. Phys. 30, no 5 (1959).
8. Bacon G.E. - Neutron Diffraction, Clarendon Press, Oxford (1962).
9. Boksztajn S.Z., Kiszkin S.T., Moroz L.M. - Badanie struktur metali za pomocą izotopów promieniotwórczych, PWT, W-wa (1962).



10. Orwat H. - Rozprawa doktorska. .
11. Hirsch P.B., Silcox J. - Raport of the Cooperation Conference of the Growth and Perfection of Crystals, Wiley and Sons, N. York (1958).
12. Szarras St. - Postęp Techniki Jądrowej, no 4-5, s. 281, (1963).
13. Smallman R.E., Green D. - Acta Metalurg., 12, no 2, (1964).
14. Cotterill R.M.J. - Segall, Phil. Mag. 8, no 91 (1953).
15. Votava E. - Acta Metalurg., 11, no 9, (1963).

ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРНЫХ ДЕФЕКТОВ ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ МЕТАЛЛОВ  
С Г.Ц.К. РЕШЕТКИ МЕТОДОМ РАДИОИЗОТОПОВ

Р е з ю м е

Применяя изотопную технику, провели измерения относительных изменений интенсивности, а также перемещений максимумов излучения на поликристаллических фольгах Al, Cu, Ni, обрабатываемых термически и механически. Доказали, что изменения интенсивности рассеянного излучения и перемещения максимумов кривых зависят от применяемой обработки связаны с появлением в поликристаллах сетевых дефектов.

TESTING OF DEFECT LATTICE POLYCRYSTALS METAL BODY - CENTERED  
LATTICE OF RADIAACTIVE IZOTOPIC METHOD

S u m m a r y

Making use of the izotopic technique there have been carried through measurements of the relative changes in intensity and of the displacements of the maximum of radiation on polycrystalline foils of Al, Cu, Ni, which had been heat-treated and mechanically treated. It has been found, that the changes in the intensity of diffused radiation and the displacement of the curve masimum - depending on the kind of the applied treatment - are connected with the occurrence of defects in the lattice of the polycrystals.