

р. 6.7

TALLINNA POLÛTEHNILISE
INSTITUUDI TOIMETISED
ТРУДЫ ТАЛЛИНСКОГО
ПОЛИТЕХНИЧЕСКОГО ИНСТИТУТА

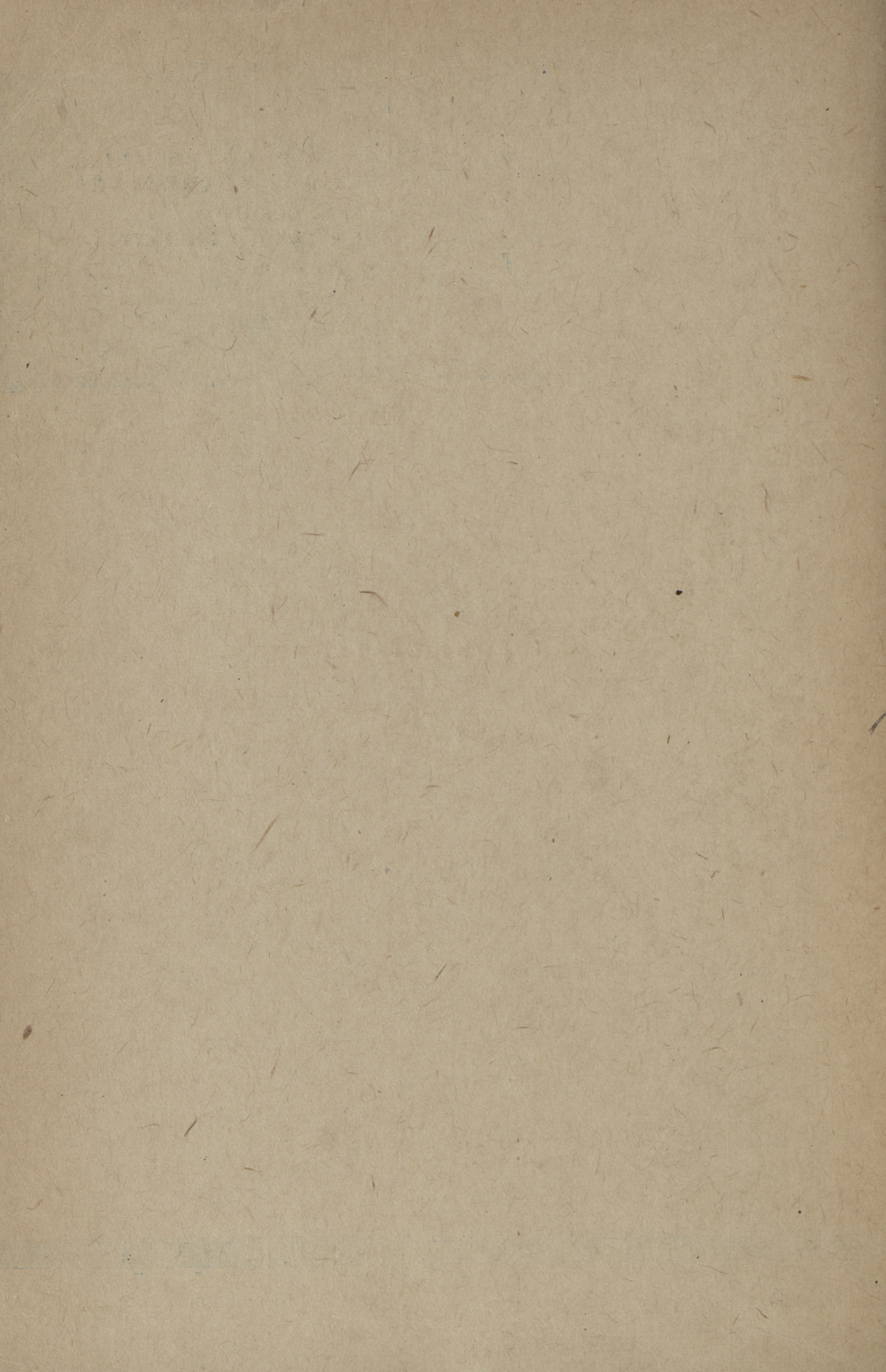
СЕРИЯ А

№ 204

ТРУДЫ ПО ФИЗИКЕ

СБОРНИК СТАТЕЙ

IV



ТРУДЫ ПО ФИЗИКЕ

СБОРНИК СТАТЕЙ

IV

ТАЛЛИН 1963

LIBRARY OF THE
FEDERAL BUREAU OF INVESTIGATION
WASHINGTON, D. C. 20535

NOV 1964

DEPARTMENT OF JUSTICE

FEDERAL BUREAU OF INVESTIGATION

Ep. 4859



NOV 1964

Р. Р. Паккас

ИССЛЕДОВАНИЕ СКОРОСТНОГО ЭФФЕКТА В ШИРОКОМ ДИАПАЗОНЕ СТАТИЧЕСКИХ СКОРОСТЕЙ

С. И. Губкин в своей монографии [1] отмечает, что одной из важнейших задач современной теории пластичности является получение полноценных кривых течения и создание теории скоростного эффекта, которая должна дать необходимые формулы для расчета влияния скорости на сопротивление деформированию. С другой стороны, определение минимальной скорости деформации и соответствующего ей минимального сопротивления (предела ползучести) расчетным путем, должно заменить дорогостоящие длительные испытания скоростными испытаниями.

Решению указанных проблем и посвящается данная работа, в которой исследуется влияние скорости деформирования на кривую течения никеля при комнатных температурах.

Методика и результаты эксперимента

Образцы с поперечным сечением 1×7 мм и расчетной длиной 40 мм из никеля НИ отжигались в вакууме 2 часа при температуре 750°C и подвергались деформированию растяжением следующими скоростями:

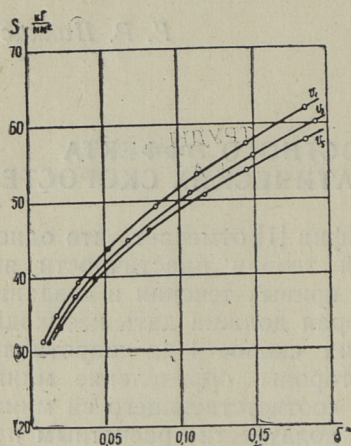
$$v_1 = 6,88 \cdot 10^{-7} \frac{1}{\text{сек}}, \quad v_2 = 4,17 \cdot 10^{-6} \frac{1}{\text{сек}}, \quad v_3 = 4,73 \cdot 10^{-5} \frac{1}{\text{сек}}, \quad v_4 = 5,55 \cdot 10^{-4} \frac{1}{\text{сек}},$$

$$v_5 = 2,5 \cdot 10^{-2} \frac{1}{\text{сек}}.$$

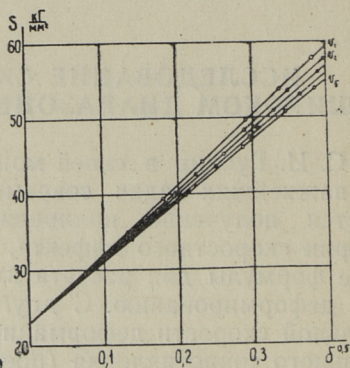
Кривые растяжения в координатах истинные напряжения S и истинные деформации δ , соответствующие скоростям v_1 , v_3 и v_5 , представлены на фиг 1. В работе [2] было показано, что истинные напряжения находятся в простом соотношении с остаточной деформацией согласно формуле

$$S = S_e + \gamma \delta^{0,5}, \quad (1)$$

где S — истинное напряжение; S_e — физический (структурный) предел упругости, т. е. напряжение, ниже которого в металле не происходят структурные изменения; γ — коэффициент пластичности; δ — остаточное удлинение.



Фиг. 1



Фиг. 2

Авторами [2] было показано, что зависимость (1) выполняется хорошо в случае ряда металлов, в том числе и никеля. Результаты нашего исследования подтверждают полностью справедливость соотношения (1) при всех выбранных скоростях деформирования (фиг. 2). Прямые, соответствующие разным скоростям, имеют все одну и ту же начальную ординату $S_e = 23 \text{ кг/мм}^2$, но различаются своими угловыми коэффициентами, т. е. коэффициентами пластичности γ , значения которых приводятся в таблице 1.

Если зависимость коэффициента пластичности γ от скорости деформирования v представить в полулогарифмических координатах (фиг. 3), то получаем линейную зависимость

$$\gamma = a (\ln v - \ln v_0) \quad (2)$$

или

$$\gamma = a \ln \frac{v}{v_0}, \quad (3)$$

где v_0 — скорость деформаций, соответствующая коэффициенту пластичности $\gamma=0$, т. е. растяжению без наклепа и $a = 1 \frac{\text{кг}}{\text{мм}^2}$.

При выяснении скоростной зависимости истинных напряжений было обнаружено, что до появления шейки на любой

Коэффициенты пластичности, соответствующие различным скоростям деформирования

Скорость деформирования $v \frac{1}{\text{сек}}$	$v_1 = 6,88 \cdot 10^{-7}$	$v_2 = 4,17 \cdot 10^{-6}$	$v_3 = 4,73 \cdot 10^{-5}$	$v_4 = 5,55 \cdot 10^{-4}$	$v_5 = 2,5 \cdot 10^{-2}$
Коэффициент пластичности $\gamma \text{ кг/мм}^2$	80,5	82,3	84,8	87,2	91,0

степени деформации $\delta = \text{const}$ выполняется хорошо соотношение

$$S = S_0 + k \ln \frac{v}{v_0}, \quad (4)$$

где S_0 — истинное напряжение, соответствующее скорости деформирования v_0 ;

k — константа, которая связана со степенью деформации:

$$k = a \delta^{0,5}, \quad (5)$$

где $a = 1 \frac{\text{кг}}{\text{мм}^2}$.

Следует отметить, что зависимость относительных напряжений от скорости деформирования согласно выражению (4) было отмечено Кассебаумом [3] и Бейли [4].

Обсуждение результатов

В соотношении (4) член S_0 может интерпретироваться как истинное напряжение, соответствующее скорости деформирования v_0 . С другой стороны, при данной исходной структуре деформация δ может быть вызвана только напряжениями большими, чем физический предел упругости S_e . Следовательно S_0 в уравнении (4) не может быть меньше, чем S_e в соотношении (1). В предельном случае они равны, т. е.

$$S_0 \geq S_e. \quad (6)$$

Учитывая соотношение (6) и то, что S_0 является истинным напряжением при деформации со скоростью v_0 , приходим

к заключению, что деформация с меньшей скоростью не может быть осуществлена, т. е.

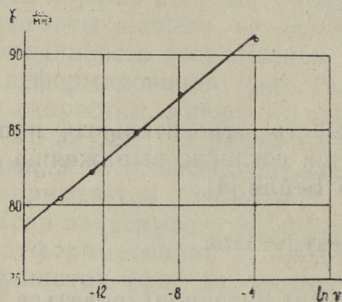
$$v \geq v_0. \quad (7)$$

Согласно вышеизложенному эта минимальная возможная скорость деформации v_0 определяется при данной температуре только физическим пределом текучести S_e — т. е. исходной структурой и деформация с этой скоростью осуществляется при постоянном напряжении $S = S_e = \text{const}$, так как согласно соотношению (3) $\gamma = 0$.

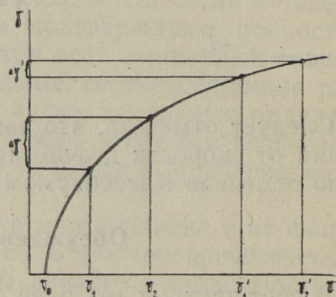
В общем случае при определенной скорости деформирования выполняется всегда условие

$$v = v_0 e^{\frac{\gamma}{\alpha}}. \quad (8)$$

В. Д. Кузнецов [5] отмечает, что особенно резкое изменение прочностных свойств с изменением скорости происходит именно в области очень низких скоростей. Это станет вполне понятным по зависимости γ от v на фиг. 4. Действительно, одинаковому изменению скорости $v_2 - v_1 = v'_2 - v'_1$ соответствует на много большее изменение коэффициента пластичности при изменении скорости в области меньших скоростей.



Фиг. 3



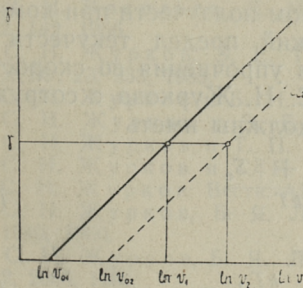
Фиг. 4

На фиг. 5 представлена зависимость γ от натурального логарифма скорости. Примечательно, что угловой коэффициент прямой $\gamma = f(\ln v)$ не зависит от исходного структурного состояния. При изменении последнего прямая смещается параллельно самой себе (на фиг. 5 штрихлинии). Единственное отличие при различных исходных структурах состоит в том, что тот же коэффициент пластичности соответствует различным скоростям деформирования:

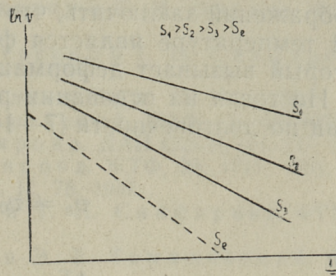
$$v_2 = \frac{v_{02}}{v_{01}} v_1. \quad (9)$$

При соблюдении условия (9) материалы при деформировании наклепываются одинаково.

Так как у материалов с различными исходными структурами минимальные возможные скорости деформирования могут различаться очень существенно, то не удивительно, что при обычных скоростях деформирования материалы ведут себя совершенно различно и кривые растяжения не совпадают. Однако даже соблюдая условие (9), при различных исходных структурах, но при одинаковой способности наклепываться (т. е. при одинаковом γ), кривые растяжения на обычных диаграммах растяжения $\sigma=f(\delta)$ и $S=f(\delta)$ не совпадают благодаря различным значениям S_e . Только на диаграмме $S=f(\delta^{0.5})$ выявляется одинаковая способность наклепываться — получаются параллельные прямые.



Фиг. 5



Фиг. 6

Для проверки правильности вышеизложенного в случае другого материала, нами были обработаны описанным способом диаграммы растяжения меди [6], деформированной при скоростях $v_1=27\%/мин.$ и $v_2=0,03\%/мин.$ По полученным значениям коэффициента пластичности ($\gamma_1=42 \text{ кг/мм}^2$ и $\gamma_2=35,5 \text{ кг/мм}^2$) были вычислены наименьшие возможные скорости деформации данной партии меди, исходя из обеих экспериментов по зависимости (8). Результаты

$$v_{01} = 10^{-17} \%/мин; \quad v_{02} = 1,15 \cdot 10^{-17} \%/мин$$

показали хорошее совпадение.

Из наших экспериментов можно было по таблице 1 определить наименьшую возможную скорость деформации для

никеля данной исходной структуры. Из экспериментов со всеми скоростями получаются хорошо совпадающие значения $v_0 = 7,7 \cdot 10^{-42} \frac{1}{\text{сек}}$ при значении $S_e = 23 \text{ кг/мм}^2$.

На основании всего изложенного можно предполагать, что данные зависимости выполняются и в случае других материалов наряду с никелем и медью и что зависимости (1—9) являются универсальными, во всяком случае для тугоплавких металлов. Таким образом оказывается возможным уже в результате одного эксперимента с материалом, обладающим определенной исходной структурой, по зависимости (1) определить физический предел текучести S_e и соответствующее скорости деформирования v значение коэффициента пластичности γ , которые определяют наименьшую возможную скорость деформации v_0 . Последнее позволяет в свою очередь предсказать поведение этого материала при любой другой статической скорости деформирования.

По нашему мнению можно на основании приведенных соображений заключить, что пределом ползучести при комнатной температуре является физический предел текучести S_e , который вызывает деформацию без упрочнения со скоростью v_0 . Но тогда на основании работ С. Н. Журкова с сотрудниками по долговечности [7—14] мы должны иметь

$$v_0 = v_{0x} e^{\frac{-Q_0 + \beta S_e}{kT}} \quad (10)$$

или

$$S_e = \frac{kT}{\beta} \ln v_0 + \frac{Q_0}{\beta} - \frac{kT}{\beta} \ln v_{0x}. \quad (11)$$

При определенной температуре T получим

$$S_e = A \ln v_0 - B. \quad (12)$$

Полученная зависимость определяет связь между физическим пределом текучести и минимальной возможной скоростью деформирования. Видно, что при возрастании S_e возрастает и v_0 .

С другой стороны, при определенном исходном структурном состоянии, т. е. S_e , можно зависимость (10) представить в виде

$$\ln v_0 = \ln v_{0x} - \frac{1}{kT} (Q_0 - \beta S_e), \quad (13)$$

из которого вытекает, что при увеличении температуры возрастает и минимальная возможная скорость деформирования.

По нашему мнению все изложенное находится и в полном согласии с экспериментами С. Н. Журкова с сотрудниками [7—14]. Так, например, наша прямая (13), проведенная штрих-линией на фиг. 6, по всей вероятности является крайним членом (при наименьшем возможном напряжении) семейства прямых, взятых из работы [11].

ЛИТЕРАТУРА

1. С. И. Губкин. Пластическая деформация металлов, том II, стр. 378. Металлургиздат, 1961.
2. Б. М. Ровинский и Л. М. Рыбакова. Изв. АН СССР. ОТН Механика и машиностроение, № 5, 68, 1962.
3. R. Cassebaum. Ann. d. Phys. 34, 106, 1911.
4. R. W. Bailey. Trans. Tokyo Sectional Meeting of World Pover Conference, 3, 1089, 1929.
5. В. Д. Кузнецов. Физика твердого тела, том V. Изд. Полиграфиздат, 1949, Томск.
6. Л. И. Васильев, Л. М. Буткевич и Е. И. Орехов. ФММ, 2, 142, 1956.
7. С. Н. Журков, Э. Е. Томашевский и Т. П. Санфиорова. ЖТФ, 23, 933, 1953.
8. С. Н. Журков и Б. Н. Нарзулаев. ЖТФ, 23, 1677, 1953.
9. С. Н. Журков и Э. Е. Томашевский. ЖТФ, 25, 66, 1955.
10. С. Н. Журков и Т. П. Санфиорова. ДАН СССР, 101, 237, 1955.
11. С. Н. Журков и Т. П. Санфиорова. ЖТФ, 28, 1719, 1958.
12. С. Н. Журков. Вестн. АН СССР, II, 78, 1957.
13. С. Н. Журков, Б. Я. Левин и Т. П. Санфиорова. ФТТ, 2, 1040, 1960.
14. С. Н. Журков, Б. Я. Левин и Э. Е. Томашевский. ФТТ, 2, 2066, 1960.

Р. Р. Паккас

К МЕТОДИКЕ РАЗДЕЛЕНИЯ ЭФФЕКТОВ РАЗМЫТИЯ ДЕБАЕВСКИХ ЛИНИЙ МЕТОДОМ ГАРМОНИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

Известно, что микроискажения, дефекты упаковки и малые размеры блоков (областей когерентного рассеяния) вызывают размытие рентгеновских линий. Разработаны методы, позволяющие разделить названные эффекты по нескольким порядкам отражений от ряда плоскостей. Пренебрегая дефектами упаковки, можно определить микроискажения и размеры блоков по двум порядкам отражений от одного семейства плоскостей [1, 2]. Были предложены методы [3—6], использующие размытие только одной линии, однако до сих пор остались неопределенными условия применимости одного или другого метода. Некоторые авторы [7—12] указывают на недостаточную точность метода, предложенного Пинесом [3], вследствие некоторого произвола при проведении касательной к кривой $A_t(t)$ в точке $t=0$. В работах [2, 8, 13—16] было показано, что из-за отрезания хвостов кривой распределения интенсивности и почти неизбежного завышения фона возникает так называемый эффект «загиба» кривой $A_t(t)$ при малых t , что не позволяет верно определить величину блоков, а тем и коэффициенты A_t^s , связанные с микроискажениями. Эффект «загиба» является главным источником ошибок при определении величины блоков и микроискажений и в некоторых случаях не позволяет вообще применить методы, использующие только одну линию.

С другой стороны разделение причин размытия по одной линии представляет большой научный интерес, так как только эти методы позволяют изучить анизотропию микроискажений и определить средние размеры блоков в разных кристаллографических направлениях.

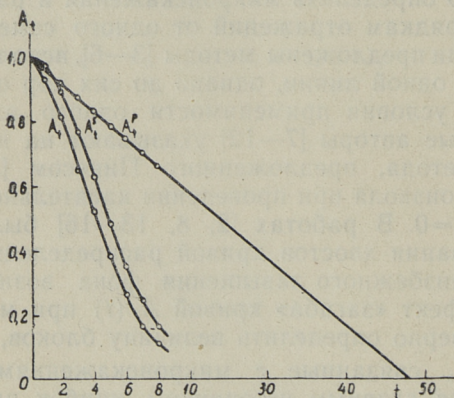
Целью настоящей работы и явилось изучение условий применимости разных методов разделения эффектов размытия по

одной линии, выяснение ограничений, накладываемых на их применение эффектом «загиба» и создание новой методики обработки экспериментальных данных, позволяющей получить верные результаты и при наличии завышенного фона и отрезанных хвостов кривой распределения интенсивности.

Для иллюстрации применения разных методов приведены на фигурах (1—6) результаты исследования причин размытия линии (331) никеля, деформированного прокаткой на 75%, снятого в излучении Cu . Коэффициенты разложения получены анализатором фирмы «Corgadi».

Сравнение методов, использующих одно отражение при отсутствии эффекта «загиба»

Метод 1. В основе первого метода, предложенного Пинесом [3], лежит простейшее предположение об изомерности блоков, т. е. для коэффициентов A_t^p , определяющих размеры блоков, принимается линейная зависимость от t с угловым коэффициентом, взятым по результирующей кривой $A_t(t)$ в точке $t=0$ (фиг. 1). Следовательно вся задача определения



Фиг. 1. Коэффициенты A_t , A_t^p и A_t^s линии (331) Ni , деформированного на 75% прокаткой

среднего размера блоков \bar{D} сводится к определению точки пересечения касательной к кривой $A_t(t)$ в точке $t=0$ с осью абсцисс, по которой отложены t , так как в случае кубических кристаллов

$$L = k \frac{t}{\alpha}, \quad (1)$$

где L — расстояние в решетке,
 t — порядок отражения,
 α — интервал разложения,

и

$$k = \frac{2ra_0 \operatorname{tg} \vartheta_0}{\sqrt{\sum h_i^2}} = \operatorname{const}. \quad (2)$$

Первую точку соответствующей $t=1$ имеем практически всегда при L , равной нескольким десяткам ангстрем. Как неоднократно указывалось [7—12], это создает неопределенность в проведении касательной и делает точность определения D сомнительным. Для уточнения положения касательной рекомендовалось [18] насыщение промежутка $0 \leq t \leq 1$ кривой $A_t(t)$ точками, соответствующими $t=0,1; 0,2;$ и т. д. Однако в работе [20] автор метода указывает, что достигаемая этим путем более высокая точность в проведении касательной является иллюзорной, так как здесь не учитывается, что трансформанта Фурье вблизи нуля отражает поведение функции на бесконечности, которое фактически не дано в эксперименте. Практически используемые экспериментальные данные позволяют находить правильные значения A_t лишь начиная со значения $t=1$.

Метод 2. Второй метод, предложенный Пинесом [3], принимает в основу экспоненциальное распределение блоков по размерам и однородную микродеформацию при малых t (соответственно и малых L).

$$\text{Так как} \quad A_t = A_t^p \cdot A_t^s \quad (3)$$

$$\text{и принимая} \quad -\ln A_t^p = Mt, \quad (4)$$

$$\quad -\ln A_t^s = Nt^2, \quad (5)$$

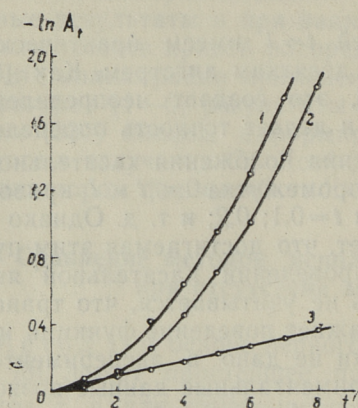
$$\text{получим} \quad -\ln A_t = Mt + Nt^2. \quad (6)$$

Зависимость (5) предполагается теорией [3, 17] и хорошо подтверждается экспериментом [3, 18]. Замена предположения изомерности блоков (первый метод) экспоненциальным распределением по размерам не существенна, так как в своей начальной части каждая экспонента может быть успешно заменена прямой. Зависимость (4) при малых L была подтверждена многими экспериментами.

Для разделения A_t^p и A_t^s советует автор [3] на графике зависимости (6) отделить линейную часть, которая принимается за $-\ln A_t^p$ (фиг. 2), оставшаяся же часть может быть рассмотрена как равная $-\ln A_t^s$, по которой могут быть определены значения $\sqrt{\Delta L^2}$ и ϵ .

Как показала наша проверка, метод дает удовлетворительные результаты в случае достаточно большого интервала раз-

ложения $\alpha > 5B$ (где B — полуширина линии) и точного определения положения фона.



Фиг. 2

Фиг. 2. Кривая 1 — $-\ln A_t$; 2 — $-\ln A_t^s$; 3 — $-\ln A_t^p$. Фиг. 3. Кривая 1 — $f_1(t) = \frac{d(-\ln A_t)}{dt}$; 2 — $f_2(t) = \frac{-\ln A_t}{t}$; 3 — $f_3(t) = \frac{1 - A_t}{t}$.

Индекс а указывает на заниженный, индекс б на завышенный фон.

Метод 3. Гаррод и Олд [4] показали, что зависимость

$$\frac{-\ln A_t}{t} = f(t) \quad (7)$$

при малых t представляет собой прямую, из наклона которой и пересечения с осью ординат определяются $\sqrt{\Delta \bar{L}^2}$ и \bar{D} .

Нужно отметить, что метод тождествен вышеизложенному методу Пинеса, так как делением зависимости (6) на t получается действительно уравнение (7) в виде

$$\frac{-\ln A_t}{t} = M + Nt, \quad (7a)$$

где M и N определяют соответственно \bar{D} и $\sqrt{\Delta \bar{L}^2}$ (фиг. 3, кривая 2).

Условия получения удовлетворительных результатов аналогичны условиям метода 2, но эффекты разделяются относительно проще, так как способ не требует разделения кривой на составляющие и провести прямую через экспериментальные точки всегда проще, чем кривую второго порядка.

Метод 4. Гаук, Гуммель [5] и Шиврин [6] указали на возможность определения $\sqrt{\Delta L^2}$ и D из графика

$$\frac{1 - A_t}{t} = f(t), \quad (8)$$

которая при малых t представляет тоже прямую вида

$$\frac{1 - A_t}{t} = M + Nt. \quad (8a)$$

Наша проверка показала (фиг. 3, кривая 3), что условие (8a) выполняется при значениях t гораздо меньших, чем условия (7a). Это не удивительно, так как принципиально метод 4 тождествен методу 3, используя в грубом приближении только два первых члена разложения $-\ln A_t$ в степенный ряд:

$$-\ln A_t = 1 - A_t + \left[\frac{(1 - A_t)^2}{2} - \frac{(1 - A_t)^3}{3} + \frac{(1 - A_t)^4}{4} - \frac{(1 - A_t)^5}{5} + \dots \right].$$

Такая замена допустима только при значениях $A_t \geq 0,90$. Например, при $A_t = 0,95$ различие значений $1 - A_t$ и $-\ln A_t$ составляет 2,6%, а уже при $A_t = 0,90$ 5,4%. Таким образом, по нашему мнению следует методом 4 пользоваться только при верно проведенном фоне и достаточно большом интервале разложения α , дающим значения первых 4—5 коэффициентов A_t превышающих 0,9.

Применимость методов при наличии эффекта «загиба»

В настоящее время можно считать твердо установленным [2, 8, 13—16, 20], что влияние эффекта «конечного суммирования» и неверно проведенного фона сводится к возникновению добавочного постоянного множителя e^{-z_0} в соотношении (3).

Таким образом при наличии названных эффектов имеем

$$A_t = e^{-z_0} \cdot A_t^p \cdot A_t^s. \quad (9)$$

Это не позволяет во многих случаях разделить причины размытия дебаевских линий по существующим методам одного отражения и вводит существенную ошибку при использовании двух порядков по способу Уоррена-Авербаха [1, 2].

Действительно, без множителя e^{-z_0} имеем

$$\ln A_t^p = \frac{l_{z_0}^2 \ln A_{t_1} - l_{01}^2 \ln A_{t_2}}{l_{02}^2 - l_{01}^2} \quad (10)$$

и

$$\Delta \bar{L}^2 = \frac{\alpha_0^2 (\ln A_{t_1} - \ln A_{t_2})}{2\pi^2 (l_{02}^2 - l_{01}^2)}, \quad (11)$$

где индекс 1 относится к первому, а индекс 2 ко второму порядку отражения и $l_0^2 = \Sigma h_i^2$.

В случае выражения (9), т. е. наличия постоянного множителя e^{-z_0} имеем соответственно

$$\ln A_t^p = \frac{l_{02}^2 \ln A_{t_1} - l_{01}^2 \ln A_{t_2}}{l_{02}^2 - l_{01}^2} + \frac{z_{01} l_{02}^2 - z_{02} l_{01}^2}{l_{02}^2 - l_{01}^2} \quad (10a)$$

и

$$\Delta \bar{L}^2 = \frac{\alpha_0^2 (\ln A_{t_1} - \ln A_{t_2})}{2\pi^2 (l_{02}^2 - l_{01}^2)} + \frac{\alpha_0^2 (z_{01} - z_{02})}{2\pi^2 (l_{02}^2 - l_{01}^2)}. \quad (11a)$$

Не трудно заметить, что последние зависимости отличаются от выражений (10) и (11) только наличием постоянных слагаемых, а это значит, что кривые $\ln A_t^p = f(t)$ и $\Delta \bar{L}^2 = f(t)$ сдвинуты параллельно самим себе. По нашему мнению отмеченный в работах [13, 14] эффект «загиба» является прямым следствием появления вышеуказанного постоянного слагаемого в выражениях (10a) и (11a). Если даже при ошибках в проведении фона $z_{01} = z_{02}$ исчезает второе слагаемое в соотношении (11a), то оно сохраняется в (10a).

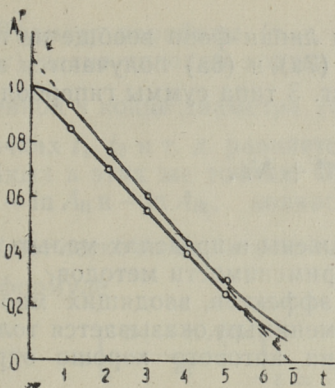
Это подтверждается и экспериментами, так как эффект «загиба» выражен всегда заметнее на кривых $-\ln A_t^p = f(t)$, на что указывалось уже в работах [13, 14, 19].

Можно сказать, что определяемая методом Уоррена-Авербаха величина микроискажений получается неверной из-за постоянного слагаемого в соотношении (11a), в то время как величина блоков определяется верно. Действительно, вместо выражения (10a), учитывая соотношение (10), можем написать

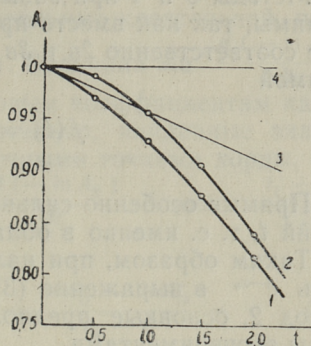
$$(A_t^p)^* = A_t^p \cdot C,$$

где C — константа,

и $(A_t^p)^*$ — вследствие эффекта «загиба» получаемые завышенные значения коэффициентов A_t^p .



Фиг. 4



Фиг. 5

Фиг. 4. Определение \bar{D} по двум порядкам отражения. Фиг. 5. Кривая 1 — $A_t(t)$ при правильно проведенном фоне; 2 — $A_t(t)$ при завышенном фоне; 3 — касательная к кривой 1; 4 — касательная к кривой 2

Отсюда следует, что на графике $A_t^p = f(t)$ точки сдвинуты пропорционально самим коэффициентом A_t^p (фиг. 4). Однако, величина блоков, определяемая пересечением касательной к кривой с осью абсцисс, получается правильной, если касательная сконструирована по прямолинейному участку кривой (см. фиг. 4).

При наличии множителя e^{-z_0} существующими методами, использующими одно отражение, разделение эффектов размытия линий затруднено и ведет к большим ошибкам.

В случае метода 1 касательная 4 к кривой 2 на фиг. 5 окажется горизонтальной, что не соответствует действительности и методом пользоваться невозможно.

Метод 2 дает в принципе и в этом случае правильные результаты, так как при наличии, например, пяти первых коэффициентов, имеем для определения трех неизвестных пять уравнений типа

$$-\ln A_t = z_0 + Mt + Nt^2 \quad [20]. \quad (12)$$

Получение правильных результатов однако затруднено. Полученные результаты колеблются в зависимости от того, какие уравнения берутся за основные. Сглаживание разброса результатов методом наименьших квадратов очень трудоемко и не дает удовлетворительных результатов при ошибочном определении хотя бы одного коэффициента A_t .

Методы 3 и 4 при завышении линии фона вообще не применимы, так как вместо прямых (7а) и (8а) получаются кривые соответственно 2в и 3в на фиг. 3 типа суммы гиперболы и прямой

$$f(t) = \frac{z_0}{t} + M + Nt. \quad (13)$$

Прямые особенно сильно искажены в пределах малых значений t , т. е. именно в области применимости методов.

Таким образом, при наличии эффектов, вводящих множитель e^{-z_0} в выражение (3), применимым оказывается только метод 2, основные предположения которого хорошо оправданы экспериментами.

Основываясь на этом методе можно предложить новый способ обработки экспериментальных данных, который отличается наглядностью и простотой разделения эффектов размытия даже при наличии завышенного фона и прочих подобных эффектов.

Принимая

$$A_t = e^{-z_0} \cdot e^{-Mt} \cdot e^{-Nt^2}, \quad (14)$$

получаем

$$-\ln A_t = z_0 + Mt + Nt^2. \quad (15)$$

Разделить подобную кривую на составляющие обыкновенным путем затруднительно, но учитывая, что

$$\frac{d(-\ln A_t)}{dt} = M + 2Nt, \quad (16)$$

освобождаемся от постоянного слагаемого z_0 и получаем линейную зависимость

$$f(t) = M + 2Nt, \quad (16 \text{ а})$$

откуда (фиг. 3, кривая l и фиг. 7) по наклону и начальной ординате легко определяются \bar{D} и $\sqrt{\Delta \bar{L}^2}$.

Построить указанный график можно непосредственно по имеющимся значениям $-\ln A_t$ без графического дифференцирования, которое может ввести ошибки.

Действительно, уравнение (15) представляет параболу, ось которой параллельна оси ординат и вершина которой находится в точке

$$\left(-\frac{M}{2N}, \frac{4Nz_0 - M^2}{4N} \right).$$

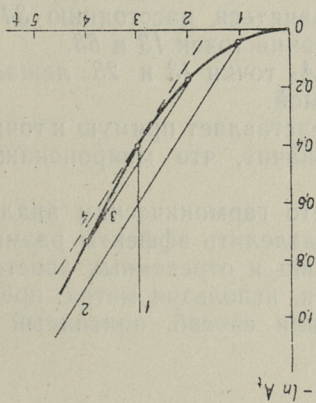
Диаметр параболы (т. е. прямая параллельная оси параболы) делит пополам хорды, параллельные касательной, проведенной в конце диаметра (фиг. 6). Величина же $\frac{d(-\ln A_t)}{dt}$ в точках t_1, t_2 и т. д. равняется угловым коэффициентам касательных в этих же точках. Следовательно, найденные значения $-\ln A_{t_1}$ и $-\ln A_{t_k}$, являясь конечными точками хорды, позволяют легко вычислить значение $\frac{d(-\ln A_t)}{dt}$ в точке $\frac{t_1 + t_k}{2}$ по формуле

$$\left[\frac{d(-\ln A_t)}{dt} \right]_{t = \frac{t_1 + t_k}{2}} = \frac{\ln A_{t_1} - \ln A_{t_k}}{t_k - t_1}. \quad (17)$$

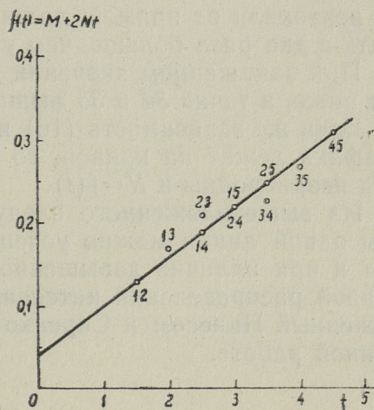
Комбинируя значения $-\ln A_t$, соответствующие различным t (это соответствует различным хордам), получаем например в случае пяти первых коэффициентов десять точек, определяющих прямую (16).

Для примера приводим расчет, представленный в таблице 1 и на фиг. 7.

При практическом пользовании методом целесообразно точки на графике снабдить индексами t_k, t_1 по конечным точ-



Фиг. 6



Фиг. 7

Фиг. 6. Прямая 1 — диаметр параболы; 2, 3 — хорды; 4 — касательная к параболе, проведенная в конце диаметра, параллельная хордам 2 и 3.

Фиг. 7. Зависимость $\frac{d(-\ln A_t)}{dt} = M + 2Nt$

Расчет точек прямой (16) для определения M и N

t	A_t	$-\ln A_t$	t_i t_k	$\frac{t_1 + t_k}{2}$	$t_k - t_1$	$-(\ln A_{tk} - \ln A_{ti})$	$\frac{d(-\ln A_t)}{dt}$
1	0,929	0,074	12	1,5	1	0,129	0,129
2	0,816	0,203	13	2,0	2	0,340	0,170
3	0,661	0,414	14	2,5	3	0,569	0,190
4	0,526	0,643	15	3,0	4	0,880	0,220
5	0,386	0,954	23	2,5	1	0,210	0,210
			24	3,0	2	0,440	0,220
			25	3,5	3	0,751	0,250
			34	3,5	1	0,229	0,229
			35	4,0	2	0,540	0,270
45	4,5	1	0,311	0,311			

кам хорды, по которым они определены. В случае выпадения точек это позволяет найти правильное положение их, определить, какой коэффициент A_t определен неверно и исправить его значение.

Например при завышенном значении $-\ln A_3$ (фиг. 7) лежат точки 13 и 23 выше, а точки 34 и 35 ниже прямой. По повторяющемуся индексу 3 этих точек можно сделать заключение, что именно коэффициент A_3 определен неверно. Простой анализ показывает, что расстояние точки 23, измеренное по вертикали от прямой, должно равняться расстоянию 34 и быть в два раза больше, чем расстояния точек 13 и 53.

При заниженном значении $-\ln A_3$ точки 13 и 23 лежали бы ниже, а точки 34 и 35 выше прямой.

Если же зависимость (16) не представляет прямую и точки графика лежат на кривой, то это значит, что микроискажения неоднородны и $N=f(t)$.

Из вышеизложенного следует, что гармоническим анализом одной линии можно успешно разделить эффекты размытия и при наличии завышенного фона и отрезанных хвостов кривой распределения интенсивности, используя метод, предложенный Пинесом и Сиренко [20] или способ, описанный в данной работе.

ЛИТЕРАТУРА

1. В. Е. Варрен, В. Л. Авербах. *Journal of Applied Physics*, 23, 497, 1952.
2. В. Е. Варрен. *Progr. in Metal Phys.*, 8, 147, 1959.
3. Б. Я. Пинес. ДАН СССР, 103, 601, 1955; Б. Я. Пинес. Острофокусные рентгеновские трубки и прикладной рентгеноструктурный анализ. ГИТТЛ, 1955.
4. R. I. Garrod, J. H. Auld. *Acta met.* 3, 190, 1955.
5. V. Hauk, G. Hummel. *Zs. Metallkunde*, 47, 254, 1956.
6. О. Н. Шиврин. *Изв. вузов, Физика* 4, 72, 1959.
7. J. U. Easterbrook, J. G. Wilson. *Proc. Phys. Soc.* 65, 67, 1952.
8. С. Н. Вагнер. *Arch. Eisenhüttenw.*, 29, 489, 1958.
9. А. С. Денисов, А. Г. Яхонтов. Киргизский Госуниверситет. Материалы 9 научной конференции физ.-мат. факультета. Фрунзе, 1960.
10. Б. И. Смирнов. *ФТТ*, 1, 1073, 1959.
11. Б. И. Смирнов. *ФТТ*, 9, 936, 1960.
12. Б. И. Смирнов. *ФММ*, 12, 449, 1961.
13. В. Е. Варрен, Е. Р. Варекоис. *Acta met.* 3, 473, 1955.
14. O. J. Guentert, В. Е. Варрен. *J. Appl. Phys.* 29, 40, 1958.
15. F. Bertaut, *Acta Crystallogr.*, 5, 117, 1952.
16. А. Ф. Сиренко и Б. Я. Пинес. Тезисы докладов седьмого научно-технического совещания по применению рентгеновских лучей и исследованию материалов. Изд. АН СССР. Москва, 1961.
17. А. И. Китайгородский. Рентгеноструктурный анализ мелкокристаллических и аморфных тел. М., ГИТТЛ, 1952.
18. О. Н. Шиврин, Б. М. Мимухин. *Изв. вузов МВО СССР, Физика*, 3, 135, 1958.
19. Д. М. Васильев, Б. И. Смирнов. *УФН*, LXXIII, 506, 1961.
20. Б. Я. Пинес, А. Ф. Сиренко. *К* 7, 20, 1962.

Р. Р. Паккас

ИССЛЕДОВАНИЕ ИЗМЕНЕНИЙ В СУБСТРУКТУРЕ НИКЕЛЯ ПРИ ДЕФОРМАЦИИ В ШИРОКОМ ДИАПАЗОНЕ СТАТИЧЕСКИХ СКОРОСТЕЙ

Свойство металлов наклепываться при пластическом деформировании зависит в значительной степени от скорости деформации. При увеличении последней возрастают почти все прочностные характеристики [1—3]. Если изучению влияния высоких скоростей посвящены сравнительно многочисленные работы [4, 5], то изучению процессов, происходящих в металлах при очень малых скоростях деформации, уделялось до сих пор слишком мало внимания. По нашему мнению именно при медленных деформациях должны выявиться наиболее четко основные взаимосвязи прочностных свойств с изменениями, происходящими в кристаллической решетке, благодаря отсутствию ряда таких эффектов как, например, повышение температуры во время деформирования и т. д.

Исходя из вышеуказанного, нам представлялось интересным, используя рентгенографические методы исследования, изучить изменения субструктуры никеля при деформации в широком диапазоне статических скоростей.

Образцы из никеля Н1 с поперечным сечением 1×7 мм и расчетной длиной 40 мм отжигались в вакууме 2 часа при температуре 750°C и подвергались деформированию растяжением пятью скоростями:

$$v_1 = 6,88 \cdot 10^{-7} \frac{1}{\text{сек}}, \quad v_2 = 4,17 \cdot 10^{-6} \frac{1}{\text{сек}}, \quad v_3 = 4,73 \cdot 10^{-5} \frac{1}{\text{сек}}, \\ v_4 = 5,55 \cdot 10^{-4} \frac{1}{\text{сек}}, \quad v_5 = 2,50 \cdot 10^{-2} \frac{1}{\text{сек}}.$$

Для исследования развития микроискажений и дробления блоков в разных кристаллографических направлениях на разных степенях деформации, снимались все линии никеля в излучении Cu фотометодом в камере оригинальной конструкции. Применяемая методика рентгенографирования позволила по-

лучить линии с минимальной инструментальной шириной благодаря фокусировке.

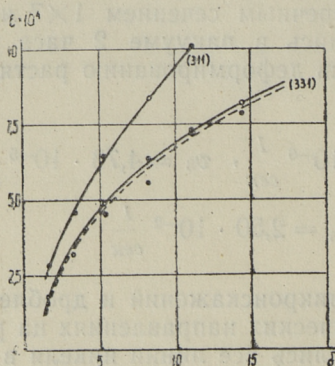
Некоторые линии, как (311) и (331), снимались для контроля по точкам и на ионизационной установке УРС-50И. Коэффициенты Фурье A_i^s и A_i^p определялись по методике, описанной в работе [6], позволяющей получить верные значения микронскажений и размеров блоков методом одной линии даже в случае почти неизбежного завышения линии фона и отрезания хвостов кривой распределения интенсивности.

Так как применяемая методика разделения эффектов размытия рентгеновских линий основывается на предположении однородности микродеформации на малых расстояниях L , то

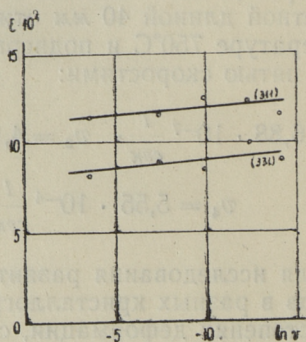
это значит, что на этих расстояниях $\varepsilon = \frac{\sqrt{\Delta L^2}}{L} = \text{const}$. По-

этому мы не имеем возможности дать зависимость среднего квадратного смещения $\sqrt{\Delta L^2}$ от расстояния в решетке L и выявить размеры областей однородных микродеформаций, однако, как показывают многочисленные эксперименты, коррелируются последние достаточно хорошо с размерами блоков в данных кристаллографических направлениях.

Микродеформации в зависимости от степени истинной деформации при постоянной скорости деформирования v_s приводятся на фиг. 1. Наблюдается обычное увеличение микродеформации с возрастанием степени истинной деформации образца с некоторым стремлением к насыщению. При других скоростях картина качественно не изменяется и поэтому кривые здесь не приводятся. Нужно отметить, что графики приведены преимущественно для линии (311) и (331), которые снимались по точкам на ионизационной установке и парал-



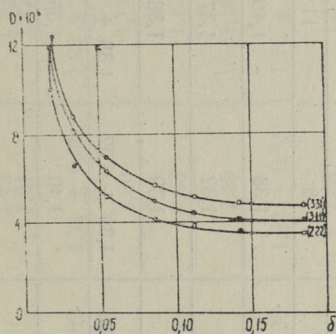
Фиг. 1



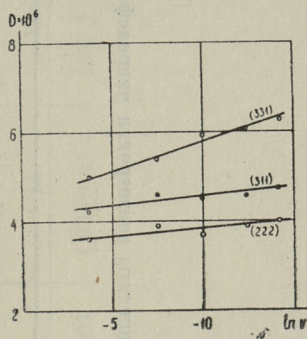
Фиг. 2

лельно фотометодом. Как можно судить по фиг. 1, качественного различия в кривых нет, однако точки на кривой, полученной ионизационной регистрацией, имеют в некоторой степени меньший разброс. Абсолютные величины микродеформации при определенной степени истинной деформации в различных кристаллографических направлениях различны, что свидетельствует о наличии анизотропии микроискажений.

На фиг. 2 приводится зависимость микродеформаций от натурального логарифма скорости при истинной деформации $\delta = 15\%$. Замечательно, что микродеформации зависят от скорости очень мало. У некоторых линий, как (311), (331) и (420), наблюдается даже стремление к уменьшению микродеформации при возрастании скорости деформирования. Хотя последнее изменение находится в пределах погрешности эксперимента и категорические заключения делать невозможно, качественно одинаковый ход кривых для большинства линий подтверждает в некоторой степени правдоподобность вывода.



Фиг. 3



Фиг. 4

Изменение размеров блоков при изменении степени деформации изображено на фиг. 3, где дана зависимость размеров блоков в разных кристаллографических направлениях в зависимости от степени деформации при постоянной скорости v_0 . Заметно резкое уменьшение размеров блоков уже при малых степенях деформаций. Начиная, приблизительно с деформаций $\delta = 15\%$, размеры блоков изменяются очень мало. И в данном случае наблюдается различие в величине блоков в разных кристаллографических направлениях, т. е. анизотропия размеров блоков.

Зависимость размеров блоков при определенной степени деформации $\delta = 15\%$ от скорости деформирования иллюстрируется на фиг. 4. Уменьшение размеров блоков при увеличении скорости деформирования выходит за пределы погрешно-

Таблица 1

Коэффициенты анизотропии микродеформации

Коэффициент анизотропии	Скорость деформации	Истинная деформация, %				Средний коэффициент анизотропии
		5	8	11	15	
$\frac{\epsilon_{[311]}}{\epsilon_{[331]}}$	v_1	1,46	1,38	1,40	1,29	1,39 ± 0,09
	v_3	1,44	1,32	1,37	1,40	
	v_5	1,39	1,39	1,38	1,39	
	*	1,43 ± 0,05	1,39 ± 0,02	1,38 ± 0,03	1,37 ± 0,04	
$\frac{\epsilon_{[420]}}{\epsilon_{[331]}}$	v_1	1,41	1,40	1,39	1,34	1,38 ± 0,07
	v_3	1,42	1,43	1,35	1,35	
	v_5	1,39	1,37	1,36	1,37	
	*	1,40 ± 0,02	1,41 ± 0,04	1,36 ± 0,03	1,36 ± 0,05	

$\frac{\epsilon_{[222]}}{\epsilon_{[331]}}$	ν_1	1,28	1,16	1,22	1,20	1,20
	ν_3	1,27	1,22	1,20	1,18	1,18
	ν_5	1,22	1,21	1,22	1,16	1,16
	*	$1,25 \pm 0,03$	$1,21 \pm 0,05$	$1,20 \pm 0,03$	$1,18 \pm 0,04$	$1,21 \pm 0,09$
$\frac{\epsilon_{[111]}}{\epsilon_{[331]}}$	ν_1	1,23	1,20	1,15	1,18	1,18
	ν_3	1,18	1,23	1,17	1,14	1,14
	ν_5	1,24	1,20	1,18	0,17	0,17
	*	$1,22 \pm 0,06$	$1,22 \pm 0,03$	$1,16 \pm 0,07$	$1,16 \pm 0,06$	$1,19 \pm 0,09$
$\frac{\epsilon_{[200]}}{\epsilon_{[331]}}$	ν_1	1,05	1,05	1,03	1,02	1,02
	ν_3	1,07	1,02	1,06	1,01	1,01
	ν_5	1,02	1,02	1,08	1,03	1,03
	*	$1,05 \pm 0,01$	$1,03 \pm 0,04$	$1,06 \pm 0,04$	$1,02 \pm 0,06$	$1,04 \pm 0,08$

стей эксперимента. Интересно, что при увеличении скорости деформирования наблюдается стремление к сближению размеров блоков в разных кристаллографических направлениях. Это свидетельствует об уменьшении анизотропии размеров с увеличением скорости деформации. При этом блоки меньших размеров изменяются относительно меньше.

Для характеристики анизотропии микродеформаций были вычислены коэффициенты анизотропии как отношения микродеформации в разных кристаллографических направлениях. Результаты приводятся в таблице 1. Так как в результате малой интенсивности линии (400) разброс значений микродеформации большой, они в таблице не приводятся. Также не приводятся результаты исследования линии (220), которая вследствие большой интенсивности попала в нелинейную область сенситометрической кривой.

Как видно по таблице 1, имеется некоторое стремление к уменьшению коэффициентов анизотропии при возрастании степени деформации, и в то время как их зависимости от скорости выявить не удается. В графах со звездочкой даны величины средних коэффициентов, вычисленных по всем пяти скоростям.

Анализ таблицы показывает, что больше всего отличаются микроискажения в направлениях [331] и [311], а также [331] и [420]. Правильность вычислений можно было проверить при определении коэффициента анизотропии в направлениях [331] и [111], или, что должно быть то же самое, в направлениях [331] и [222].

Таблица 2

Размер блоков, $D \cdot 10^6$	Степень деформ., δ %	Скорость деформирования		
		v_1	v_3	v_5
$D_{[331]} \cdot 10^6$	5	9,7	8,6	7,3
	10	7,2	6,2	5,4
	15	6,3	5,9	5,0
$D_{[420]} \cdot 10^6$	5	9,0	8,1	7,1
	10	7,2	5,5	5,8
	15	5,7	5,2	4,4
$D_{[311]} \cdot 10^6$	5	8,4	7,8	6,7
	10	5,8	4,9	4,6
	15	4,8	4,6	4,3
$D_{[222]} \cdot 10^6$	5	6,6	6,5	5,4
	10	4,7	4,2	4,0
	15	4,0	3,8	3,6

Таблица 3

Скорость деформир.	Разность в размерах блоков при $\delta = 5\%$ и $\delta = 15\%$ $(D_{\delta_5} - D_{\delta_{15}}) \times 10^6$			
	в направл. [331]	в направл. [420]	в направл. [311]	в направл. [111]
v_1	3,4	3,3	3,6	2,6
v_3	2,7	2,9	3,2	2,7
v_5	2,3	2,7	2,4	1,8

Таблица 4

Степень деформ., $\delta\%$	Разность в размерах блоков в Å при деформировании со скоростями v_1 и v_5 $(D v_1 - D v_5) \times 10^6$			
	в направл. [331]	в направл. [420]	в направл. [311]	в направл. [111]
5	2,4	1,9	1,7	1,2
10	1,8	1,4	1,2	0,7
15	1,3	1,3	0,5	0,4

Таблица 5

Скорость деформирования	Коэффициент анизотропии размеров блоков при $\delta = 15\%$				
	$\frac{D_{[331]}}{D_{[222]}}$	$\frac{D_{[420]}}{D_{[222]}}$	$\frac{D_{[331]}}{D_{[311]}}$	$\frac{D_{[420]}}{D_{[311]}}$	$\frac{D_{[331]}}{D_{[420]}}$
	v_1	1,6	1,4	1,3	1,2
v_3	1,5	1,4	1,3	1,1	1,1
v_5	1,4	1,2	1,2	1,0	1,1

Действительно, как видно, средние значения коэффициентов анизотропии приблизительно совпадают.

Результаты исследования анизотропии размеров блоков представлены в таблицах 2—5. Из таблицы 2, где представлены размеры блоков в различных кристаллографических направлениях в зависимости от скорости деформирования и степени деформации, можно заключить следующее. Наибольшие размеры блоков, при всех скоростях и степенях деформации наблюдаются в направлении [331], наименьшие в направлении

[111]. Заметно, что при всех направлениях и деформациях размер блоков уменьшается при увеличении скорости деформации, и у больших блоков интенсивнее, чем у маленьких (см. таблицу 4).

По таблице 5 можно заключить, что коэффициенты анизотропии размеров блоков уменьшаются значительно при возрастании скорости деформирования. По нашему мнению связано это с тем, как показывают многие металлографические исследования, что при увеличении скорости сдвиговая деформация осуществляется в зернах более однородно — линии скольжения при повышенных скоростях покрывают зерна густой тонкой сеткой. При этом обнаруживается возникновение мультиплетного скольжения уже на более ранних стадиях деформации. С другой стороны, малым скоростям деформирования соответствуют грубые и сравнительно далеко отстоящие друг от друга линии скольжения.

Таким образом, исходя из представления дробления блоков в результате сдвигового механизма деформации, вполне правдоподобно уменьшение анизотропии размеров блоков при возрастании скорости деформации.

ЛИТЕРАТУРА

1. В. Д. Кузнецов. Физика твердого тела, V изд. Полиграфиздат, Томск, 1949.
2. П. О. Пашков. Пластичность и разрушение металлов. Судпромгиз, 1950.
3. Н. Н. Давиденков. Динамические испытания металлов, 1929.
4. В. М. Финкель. Изв. Вузов. Физика, № 2, 23, 1958.
5. Ю. С. Терминасов и В. Ф. Миндукшев. Кристаллография 2, 514, 1957.
6. Р. Р. Паккас. Труды Таллинского полит. инст., серия А, № 204, см. наст. сборник, стр. 11.

669 : 539.5

Э. И. Рузалец

О НЕКОТОРЫХ ОСОБЕННОСТЯХ СООСАЖДЕНИЯ МЕДИ И ОЛОВА ИЗ СЕРНОКИСЛЫХ РАСТВОРОВ И СВОЙСТВАХ ПОЛУЧАЕМЫХ ОСАДКОВ

При соосаждении двух металлов путем электролиза во многих случаях образуются сплавы, соответствующие диаграмме состояния [1]. Но уже в 1932 году Стиллуел и Стаут [2] указали на возможность образования метастабильных систем при соосаждении металлов. Впоследствии при исследовании электроосажденных сплавов во многих случаях обнаружено наличие пересыщенных твердых растворов, далеко выходящих за границы предела насыщения равновесных систем [1]. Обнаружены также фазы, которые отсутствуют в равновесной диаграмме состояния [3, 4].

Наличие сильно пересыщенных твердых растворов олова в меди (α -фаза) в электролитических сплавах этих металлов обнаружил Лайнер [3]. Электроосаждение проводилось из цианистых растворов. Кроме пересыщенных твердых растворов в сплаве с 17,6% олова автором было установлено наличие новой фазы, не известной для сплавов, полученных термическим путем. Эту фазу не удалось идентифицировать.

Рауб [5] также исследовал сплавы меди и олова, полученные из цианистых электролитов. Кроме фаз меди и олова он обнаружил наличие δ -фазы и η -фазы. Автор указывает, что для этой системы характерно образование сильно пересыщенных твердых растворов олова в меди.

Руксби [6] установил наличие γ -фазы в электролитических осадках этих металлов.

Вейд и Рама-Чар [7] исследовали сплавы меди и олова, полученные из пиррофосфатных электролитов. Они обнаружили фазы α , $\gamma + \eta$ и $\eta + Sn$.

Полукаров и Бондарь [8] получили сильно пересыщенные твердые растворы олова в меди из сернокислых электролитов. При этом совместный разряд ионов олова и меди на-

ступил после достижения предельного диффузионного тока по ионам меди как более благородного металла в данной паре. Значение параметра решетки меди достигало $3,745\text{\AA}$.

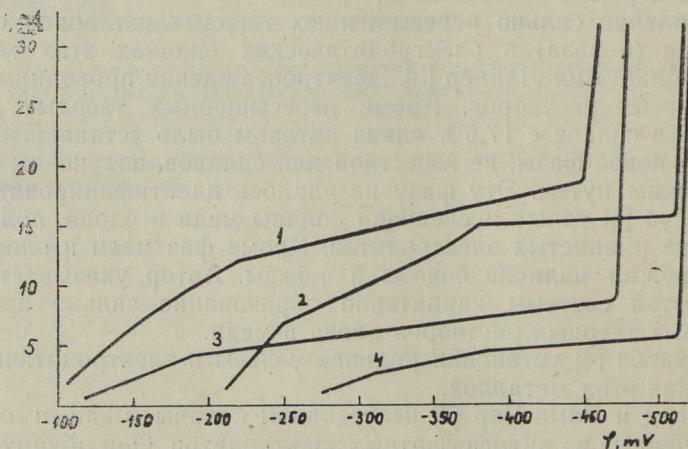
Образование пересыщенных твердых растворов — простейший случай возникновения нестабильных фаз, так как это не связано с изменением типа решетки основного кристаллизующегося металла.

Полукаров и Горбунова [1] доказали, что возникновение пересыщенных твердых растворов при электроосаждении в значительной мере определяется трудностью образования кристаллической фазы более электроотрицательного в данном растворе металла.

В настоящей работе электроосаждение меди и олова проводилось из сернокислых растворов в присутствии добавок тиомочевины в качестве поверхностно-активного вещества.

Влияние поверхностно-активных веществ на качество электролитического осадка рассматривается в работе [9].

Без прибавления поверхностно-активного вещества не удалось получить качественной (гладкой, без пор) поверхности осадка значительной толщины (не менее $0,1\text{ мм}$). Влияние поверхностно-активного вещества на ход поляризационной кривой показано на фиг. 1. Как видно, добавки тиомочевины сильно снижают ток по ионам меди. Тем самым качество электролитического осадка намного улучшается.

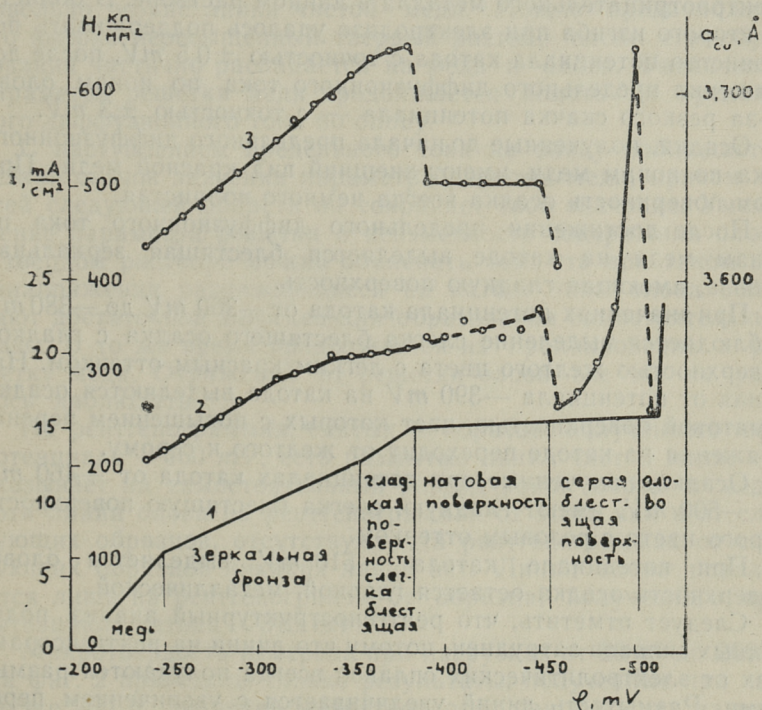


Фиг. 1. Влияние поверхностно-активного вещества на поляризационные кривые:

1 — $0,2N\text{ CuSO}_4$, $0,6N\text{ SnSO}_4$, $2N\text{ H}_2\text{SO}_4$; 2 — то же + 64 мг/л тиомочевины;
3 — $0,1N\text{ CuSO}_4$, $0,6N\text{ SnSO}_4$, $2N\text{ H}_2\text{SO}_4$; 4 — то же + 64 мг/л тиомочевины.

Электроосаждение проводилось при постоянном потенциале катода. Постоянство потенциала поддерживалось вручную. Потенциалы катода измерены по отношению к нормальному каломельному электроду при помощи полуавтоматического потенциометра Р 2/1. Сплавы осаждались на медных пластинках площадью 3—4 см². Поверхность катода обрабатывалась механически порошком магниевой окиси. После этого катод обмывался дистиллированной водой. Анод был помещен в отделенном от катода сосуде, чтобы избежать влияния продуктов, образующихся у анода, на катодный процесс. Оба сосуда были соединены сифоном. Электролиз проводился при комнатной температуре. Использовался электролит состава: 0,2N CuSO₄, 0,6N SnSO₄, 2N H₂SO₄, 64 мг/л тиомочевины.

Получены образцы при 28 разных потенциалах катода (через 10 мV). Продолжительность электролиза — 2—4 часа, в зависимости от плотности тока. Толщина осадка — прибли-



Фиг. 2. 1 — поляризационная кривая; 2 — зависимость микротвердости от потенциала катода; 3 — зависимость постоянной решетки меди от потенциала катода.

зительно 0,1 мм. Все образцы получены из свежеизготовленных электролитов.

Фазовой состав полученных осадков определялся при помощи рентгеноструктурного анализа методом обратной съемки в медном излучении. Микротвердость образцов измерялась прибором ПМТ-3.

Результаты проведенных опытов приведены на фиг. 2, где даны: поляризационная кривая для применявшегося электролита, зависимость параметра решетки меди и микротвердости от потенциала катода, при котором получен образец. Там же указан внешний вид осадка. На поляризационной кривой явно видно два изгиба. При первом из них (потенциал катода — 250 *mV*), как это следует и из фиг. 1, начинается предельный диффузионный ток по ионам меди, как более электроположительного металла в данном растворе. Второй изгиб на кривой при потенциале катода — 380 *mV* указывает на достижение предельного диффузионного тока по ионам олова как более электроотрицательного металла в данном растворе. В области до второго изгиба при электролизе удалось поддерживать постоянно потенциала катода с точностью $\pm 0,5$ *mV*, после достижения предельного диффузионного тока по ионам олова из-за резкого скачка потенциала — с точностью ± 3 *mV*.

Осадки, полученные до начала предельного диффузионного тока по ионам меди, имеют внешний вид красной меди. При этом поверхность осадка всегда немного волнистая.

После достижения предельного диффузионного тока по ионам меди на катоде выделяется блестящая зеркальная бронза, имеющая гладкую поверхность.

При значениях потенциала катода от —360 *mV* до —380 *mV* наблюдается выделение слегка блестящего осадка с гладкой поверхностью желтого цвета с легким красным оттенком. Начиная от потенциала —390 *mV* на катоде выделяются осадки с матовой поверхностью, цвет которых с повышением перенапряжения на катоде переходит от желтого к серому.

Осадки, полученные при потенциалах катода от —460 *mV* до —500 *mV*, имеют гладкую, слегка блестящую поверхность серого цвета с розовым оттенком.

При потенциале катода —510 *mV* выделяется олово, поверхность осадка остается гладкой, металлической.

Следует отметить, что рентгеноструктурный анализ полученных сплавов затруднен, потому что линии на рентгенограммах от электролитических сплавов всегда получают размытыми. Размытость линий увеличивается с увеличением перенапряжения на катоде, вместе с тем интенсивность линий с повышением перенапряжения уменьшается. Размытость и ослабление линий объясняется: 1) наличием высоких внутрен-

ных напряжений [4]; 2) неоднородностью осадка по составу [1]; 3) мелкостью кристаллитов [10]; 4) уменьшением дальнего порядка в системе [4].

Результаты рентгеноструктурного анализа указывают на тесную связь между внешним видом осадков и их фазовым составом.

На рентгенограммах осадков, полученных до достижения предельного диффузионного тока по ионам меди, наблюдаются линии меди [метод обратной съемки позволяет регистрировать только линии (331) и (420)], причем расчет дает несколько увеличенное значение параметра решетки меди.

В области зеркальной бронзы наблюдается постепенное увеличение параметра решетки меди с повышением перенапряжения на катоде, что указывает на увеличение пересыщения твердого раствора олова в меди.

Интересно отметить, что в начале этой области (при меньших перенапряжениях) на рентгенограммах есть слабые, но довольно резкие линии чистой меди. Можно предположить что высоко пересыщенный твердый раствор после его образования частично распадается на медь и олово. Увеличение параметра решетки меди продолжается вплоть до предельного диффузионного тока по олову.

С наступлением предельного тока по олову наблюдается резкий скачок значения параметра решетки меди, причем во всей следующей области он сохраняет свое значение. Уменьшение параметра решетки и неизменность содержания олова в твердом растворе можно объяснить тем, что при таком перенапряжении разряжающиеся на катоде ионы олова обладают достаточной энергией для образования самостоятельной фазы. В то же время продолжается их проникновение в решетку меди. Отражений от решетки олова все же не удалось наблюдать.

На рентгенограммах, снятых с образца, полученного при потенциале -460 mV , есть размытые линии чистой меди, что указывает на самостоятельный разряд ионов олова и меди, хотя линии олова на рентгенограммах от этого как и от следующих образцов, отсутствуют. На рентгенограммах от следующих образцов никаких линий нет. Линии олова появляются лишь на рентгенограмме от образца, полученного при потенциале катода -510 mV .

Микротвердость измерена при нагрузках от 20 n^* до 200 n . На фиг. 2 приведены только результаты, полученные при нагрузке 200 n . Значения микротвердости при меньших нагрузках получились немного большими, но ход зависимости от по-

* $1\text{ понд} = 1\text{ Г}$.

тенциала разряда такой же. Только рассеяние результатов несколько больше.

Следует еще отметить, что значения микротвердости образцов, полученных после достижения предельного тока по олову (область матовой поверхности), могут иметь лишь качественное значение, так как следы сделаны в углублениях неровной матовой поверхности.

Твердость металлов и сплавов, полученных электролитическим путем, всегда превышает твердость металлов и сплавов такого же состава, полученных термическим путем [11].

Как видно из фиг. 2, микротвердость исследуемых образцов повышается с увеличением перенапряжения на катоде. С наступлением самостоятельного разряда ионов меди и олова наблюдается резкое скачкообразное понижение микротвердости, а затем снова его резкое повышение до значения 647 кг/мм^2 . С началом выделения чистого металлического олова микротвердость опять скачкообразно падает.

Как видно из приведенных данных, из данного электролита получаются покрытия, свойства которых можно варьировать в довольно широких пределах. Получение таких покрытий может представлять практический интерес.

ЛИТЕРАТУРА

1. Ю. М. Полукаров, К. М. Горбунова. Ж. физ. химии, 32, 762, 1958.
2. C. W. Stillwell, L. E. Stout. Journ. Amer. Chem. Soc., 54, 2583, 1932.
3. Д. И. Лайнер. Металловедение цветных металлов и сплавов. Сборник научных работ. Металлургиздат, М., 1950, стр. 70.
4. Н. Е. Алексеевский, В. В. Бондарь, Ю. М. Полукаров. Ж. эксп. и теорет. физики, 38, 294, 1960.
5. E. Raub, F. Lautfer. Metalloberfläche, 11, 8, 249, 1958.
6. H. P. Rooksby. J. Electrodepositors' Tech. Soc., 26, Advance Copy 8, 1950.
7. J. Vaid, T. L. Rama-Char. J. Scient. and Industr. Res., A 16, 7, 324, 1957.
8. Ю. М. Полукаров, В. В. Бондарь. ДАН СССР, 123, 720, 1958.
9. А. Т. Ваграмян. Электроосаждение металлов. Издат. АН СССР, М., 1950, стр. 153.
10. В. В. Бондарь. Диссертация, ИФХ АН СССР, М., 1959.
11. А. Т. Ваграмян, Ю. С. Петрова. Физико-механические свойства электролитических осадков. Издат. АН СССР, М., 1960, стр. 168.

ОГЛАВЛЕНИЕ

1. Р. Р. Паккас. Исследование скоростного эффекта в широком диапазоне статических скоростей 3
2. Р. Р. Паккас. К методике разделения эффектов размытия дебаевских линий методом гармонического анализа 11
3. Р. Р. Паккас. Исследование изменений в субструктуре никеля при деформации в широком диапазоне статических скоростей 23
4. Э. И. Рузалеп. О некоторых особенностях соосаждения меди и олова из серноокислых растворов и свойствах получаемых осадков 31

ТРУДЫ ПО ФИЗИКЕ
СБОРНИК СТАТЕЙ IV

Таллинский политехнический институт

Редактор Г. Метс

Технический редактор Я. Мыттус

Сдано в набор 19 II 1963. Подписано к печати 5 IV
1963. Бумага 60×90, 1/16. Печатных листов 2,5.
Учетно-издательских листов 1,6. Тираж 600 экз.
МВ-03930. Заказ № 713. Типография «Юхисэлу»,
Таллин, ул. Пикк, 40/42.

Цена 11 коп.

Цена 11 коп.

