

关于 Daniel-Lipson 调幅波长公式的适用性问题*

(3) 793-795

王六定¹⁾ 康沫狂²⁾ 陈长乐¹⁾
1) 西北工业大学应用物理系, 西安 710072
2) 西北工业大学材料科学与工程系, 西安 710072

TG146.11

摘 要 通过对大量合金 X 射线衍射谱的分析, 并考虑到高、低角度边带位置与强度随时效时间逐渐变化的特点, 采用峰分离技术求得两边带(卫星峰)的积分强度, 进一步引入边带强度权重因子后, 对 Cu-4Ti(质量分数, %)合金由 Daniel-Lipson 公式计算的调幅波长与电镜衍射波纹图测量结果一致吻合, 表明 Daniel-Lipson 公式可适用于调幅分解及其后的粗化过程。

关键词 调幅分解, 峰分离技术, 积分强度, 权重因子, 调幅波长
中图法分类号 TG146.1, TG115.23 **文献标识码** A **文章编号** 0412-1961(2000)08-0793-03

APPLICABILITY ON THE DANIEL-LIPSON'S WAVELENGTH FORMULA OF SPINODAL DECOMPOSITION

WANG Liuding¹⁾, KANG Mokuang²⁾, CHEN Changle¹⁾
1) Department of Applied Physics, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072
2) Department of Material Science and Engineering, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072
Correspondent: WANG Liuding, associate professor, Tel: (029)8495544, Fax: (029)8491000,
E-mail: Hema@pub.xaonline.com
Manuscript received 1999-12-14, in revised form 2000-05-23

ABSTRACT Through analyzing the X-ray diffraction peak profiles for a large number of alloys and considering the characteristics of the intensity and position's variation for high and low angle sidebands as the aging progresses, the integrated intensities of two sidebands are calculated by a technique of the peak separation. Furthermore, after introducing the weight factor of sidebands, the above motioned method of calculating sidebands' intensity avoids the complicated explication in the effects of strain on the asymmetry of the diffraction pattern as well as makes the wavelength calculated by the Daniel-Lipson formula quite correspond with the measured results from the basket weave structure (or wavy contrast), which shows that the Daniel-Lipson formula can be applicable to the whole process of spinodal decomposition and later coarsing.

KEY WORDS spinodal decomposition, technique of the peak separation, integrated intensity, weight factor, wavelength of the modulation

在调幅分解期间, 由成分调幅引起 X 射线散射因子和点阵间隔周期性的变化, 导致衍射谱中 Bragg 峰两侧出现边带。Daniel 和 Lipson 深入地分析了这一问题后认为调幅波长与边带和 Bragg 峰间的角距离 $\Delta\theta$ 有如下关系: $\lambda = \frac{h^2 a_0}{h^2 + k^2 + l^2} \cdot \frac{1}{\Delta\theta}$ (式中 hkl 是 Bragg 主衍射峰的 Miller 指数, θ 是衍射角, a_0 是平均浓度为 c_0 时均匀固溶体的点阵常数^[1])。目前, 该公式用于两边带关于

主衍射峰对称情形时能够同调幅分解的电镜衍射波纹图所得波长值相当好地符合。事实上, 在绝大多数合金时效时间范围内, 两边带往往是不对称的, 这样使得由 Daniel-Lipson 公式计算的波长值小于衍射波纹图的测量结果, 特别是在调幅分解后的粗化阶段这种差异表现得更为突出^[2-5]。于是一些学者认为 Daniel-Lipson 公式具有一定的局限性, 仅能适用于调幅分解的早期阶段而对后期的粗化过程却无能为力。

本文采用峰分离技术求得两边带的积分强度, 并引入边带间强度权重因子, 从而使由 Daniel-Lipson 公式和衍射波纹图所得调幅分解的波长能够很好地符合。

* 收到初稿日期: 1999-12-14, 收到修改稿日期: 2000-05-23
作者简介: 王六定, 男, 1955 年生, 副教授, 博士

1 问题的提出

图 1 示出典型的 Cu-10Ni-6Sn(质量分数, %,下同)合金 325 °C, 8 h 时效的 X 射线衍射谱^[2]。显然, 主衍射峰两侧边带的强度和位置均不对称。基于图 1, Ditchek 和 Schwartz 由高角度边带确定的波长 λ_+ 远大于由低角度边带确定的波长 λ_- 。因未建立能够满意地解释 X 射线衍射谱中边带位置和强度显著不对称的完整理论, Ditchek 和 Schwartz 折中地采用 λ_+ 和 λ_- 的平均值 $\frac{\lambda_+ + \lambda_-}{2}$ 表示该合金调幅分解的波长, 并认为这样的波长值与最大振幅对应的波长 λ_m 相一致^[2]。在计算积分强度时, 他们亦曾假定边带强度自其峰值位置到主衍射峰中心处线性地减少, 边带强度愈大, 由此引起的不确定性与确定背景时的不确定性存在联系。相反, 边带强度愈小, 与背景误差相比, 上述误差愈小, 不过积分强度可通过与散射有关的 Debye-Wallerh 和 Lorentz-Polarization 因子予以修正^[2]。

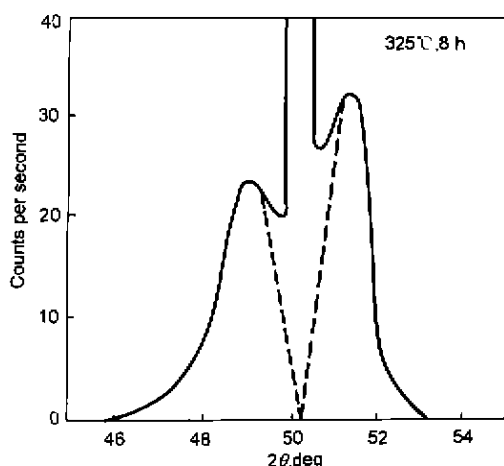


图 1 Cu-10Ni-6Sn 合金 325 °C, 8 h 时效的 X 射线 200 主衍射峰及卫星峰
Fig.1 X-ray 200 diffraction peak and satellites of Cu-10Ni-6Sn alloy aged at 325 °C for 8 h

实际晶体并非完整晶体, 加之 X 射线入射束斑尺寸较大, 其衍射曲线则是众多晶粒衍射的统计效果, 通常表现为具有一定宽度和高度的衍射峰。若合金发生调幅分解, X 射线衍射谱则变得更为复杂, 即在原基体主衍射峰两侧伴有边带出现。图 2 示出 Cu-4Ti 合金 950 °C, 2 h 固溶处理、400 °C 时效不同时间的 X 射线衍射谱中 200 峰及两侧边带随时效时间变化的实测曲线^[4]。由该图可见, 边带的演变规律具有如下突出特点: (1) 延长时效时间, 主衍射峰略向大角度方向移动, 同时左、右两边带均向主衍射峰靠近; (2) 时效时间短时, 低角度边带先于高角度边带出现, 随后高角度边带强度增加较快, 到达某一时刻, 高、低角度边带关于主衍射峰近似对称; (3) 继续延长时效时间, 高角度边带强度增加及左移速度进一

步加快, 以致在适当时效时间后衍射曲线上分辨不出高角度边带的极大值; (4) 大部分时效时间范围内, 高、低角度边带强度的极大值及其相应的衍射角关于主衍射峰均不对称。

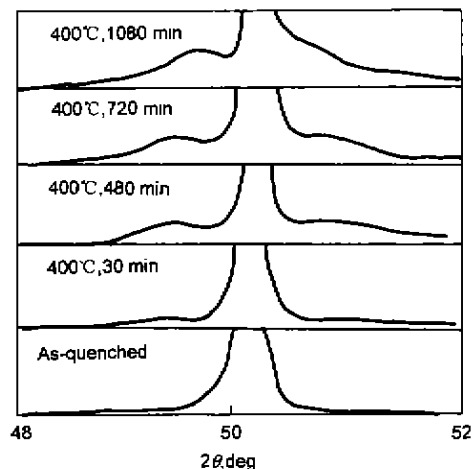


图 2 Cu-4Ti 合金 400 °C 时效不同时间后 X 射线 200 主衍射峰及卫星峰的变化
Fig.2 Changes of X-ray 200 diffraction peak and satellites of Cu-4Ti alloy at 400 °C for different times

仔细分析 Ditchek 和 Schwartz 由 X 射线衍射边带确定调幅分解波长的基本步骤则会发现其间存在着一些不妥之处。由图 1 可见, 首先两虚线的上端点并未指向边带强度的极大值, 这表明如此确定的 λ_+ 和 λ_- 不免带有人为的任意性; 其次, 由于任一独立的衍射峰在其形状上都表现为钟型的 Gauss 分布, 故可知边带强度自其峰值位置到主衍射峰中心处线性减小的观点是不合理的。

2 解决途径

对能够发生调幅分解的典型 Cu-4Ti 合金于 400 °C 时效, 1080 和 720 min 两时效试样的 X 射线 200 主衍射峰及其边带, 采用确定逆转变奥氏体体积分数的峰分离技术^[6] 分别得到三个分立的 Gauss 分布曲线, 每一曲线下的面积即代表各自的积分强度(见图 3a 和 b), 其中有关参量如表 1 所示, 表中 (λ_- 和 λ_+ 由 Daniel-Lipson 公式求得, $S = S_- + S_+$; $\lambda' = w_- \lambda_- + w_+ \lambda_+$; $\lambda'' = (\lambda_- + \lambda_+)/2$; 且 $\Delta\lambda = \lambda' - \lambda''$ 。

根据 Wei 对 Cu-4Ti 合金 400 °C 时效不同时间的调幅波长 (λ) 随时效时间的立方根 ($t^{1/3}$) 变化的实测曲线^[4](它由约在 750 min 处两段相接的直线组成), 向右延长第一段直线, 并在横轴上 1080 min 处作纵轴的平行线, 则实测曲线和延长线于该时刻的纵坐标之差同延长线纵坐标的比值为 $(12.8 - 11.6)/11.6 = 10.34\%$, 此结果恰与表 1 中的 10.62% 十分接近; 此外, 表 1 中关于 720 min 时效的计算结果表明, Ditchek 和 Schwartz 的平均值法与本文的峰分离法结果相差仅 1.24%。

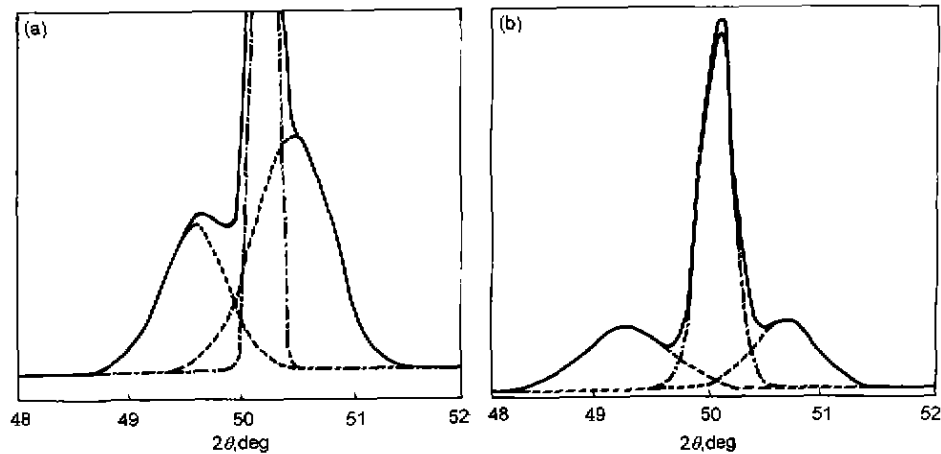


图3 Cu-4Ti 合金时效后 X 射线 200 主衍射峰及其卫星的分离

Fig.3 The separation of X-ray 200 diffraction peaks for Cu-Ti alloy aged at 400 °C for 1080 min (a) and 720 min (b)

表1 Cu-4Ti 合金于 400 °C 时效 1080 min 和 720 min 两试样的 X 射线 200 主衍射峰及其边带的波长数据
Table 1 Wavelength data on X-ray 200 diffraction peaks and its satellites for Cu-4Ti alloy aged at 400 °C for 1080 min (No.1) and 720 min (No.2)

No.	Area of peak			Diffraction angle, deg			λ_-	λ_+	$w_- =$	$w_+ =$	λ'	λ''	$\Delta\lambda/\lambda'', \%$
	S_-	S	S_+	θ_-	θ	θ_+	nm	nm	S_-/S	$+/S$	nm	nm	
1	6500.00	18199.98	11699.98	49.71	50.31	50.58	7.16	15.62	0.36	0.64	12.60	11.39	10.62
2	3578.47	6578.46	2999.99	49.33	50.17	50.79	6.34	4.76	0.54	0.46	5.62	5.55	1.24

事实上, 当合金发生调幅分解时, 会导致溶质原子浓度及其原子间距的周期性变化, 由此引起贫、富溶质原子区的 X 射线散射因子与 Bragg 偏离矢量存在差异, 结果造成 X 射线衍射谱中主衍射峰两侧出现边带。理论计算已表明^[7]: 边带与主衍射峰间的角距离同浓度波波形不对称因子及其波长分布几率、原子浓度差等密切相关。浓度波波长分布愈加漫散, 上述角距离 $\Delta\theta$ 愈小; 波形不对称因子与 0.5 相差愈远, 高、低角度边带和主衍射峰间的角距离 $\Delta\theta$ 相差愈加悬殊; 原子浓度差愈大, 边带强度愈加明显。至于不同类别的合金系, 由于原子对 X 射线散射因子及原子尺寸因子不同, 会使各自 X 射线衍射谱中高、低角度边带位置与强度的变化规律存在差异。根据点阵波理论, 假定溶质原子的适当分布并运用波的迭加原理, 从理论上求得 Cu-4Ti 合金调幅分解与有序化共存的 X 射线衍射谱和透射电镜衍射斑同实验结果十分相似, 这充分表明了可以直接由理论上准确地计算出角距离 $\Delta\theta$ 。

由上述峰分离技术计算调幅波长的过程可知, 三个独立峰的包络线恰是调幅分解 X 射线衍射实测曲线, 并无所谓背景可言; 即使对所谓分属长大激活能不同的调幅分解早期阶段和此后的粗化阶段, Daniel-Lipson 调幅波

长公式同样适用。

3 结论

结合峰分离技术并引入两边带强度的权重因子, Daniel-Lipson 调幅分解波长公式可适用于 Cu-4Ti 合金的调幅分解及其后的粗化全过程。

参考文献

- [1] Daniel V, Lipson H. *Proc R Soc*, 1943; A18: 368
- [2] Ditchek B, Schwartz L H. *Acta Metall*, 1980; 28: 807
- [3] Wei Y H, Hu L Q, Huang Y, Wang X T. *Trans Met Heat Treat*, 1997; 18(2): 9
(卫英慧, 胡兰青, 黄源, 王笑天. 金属热处理学报, 1997; 18(2): 9)
- [4] Wei Y H. *Ph D Thesis*, Xi'an Jiaotong University, 1997
(卫英慧. 西安交通大学博士论文, 1997)
- [5] Miyazaki T, Takagishi S, Mori H, Kozakai T. *Acta Metall*, 1980; 28: 1143
- [6] Wang L D. *Mater Sci Technol*, 1998; 6(2): 98
(王六定. 材料科学与工艺, 1998; 6(2): 98)
- [7] Wang L D, Chen C L, Liu L, Kang M K, Ji B J, Wei Y H. *J Phys*, 2000; 49(5): 50
(王六定, 陈长乐, 刘林, 康沫任, 冀邦杰, 卫英慧. 物理学报, 2000; 49(5): 50)