

## НОВЫЙ МЕТОД ИЗУЧЕНИЯ РАЗМЕРОВ И ДЕФОРМАЦИИ КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ЗЁРЕН

Как было показано в предыдущем реферате, имеется безупречная процедура, при помощи которой из экспериментальных данных может быть получена истинная форма диффракционной линии, представленная в виде ряда Фурье.

Можно показать, что коэффициенты этого ряда дают непосредственные сведения о распределении напряжений в образце, а именно может быть выведена следующая формула:

$$P(2\theta) = KN \sum_{n=-\infty}^{+\infty} (A_n \cos 2\pi n h_3 + B_n \sin 2\pi n h_3),$$

где

$$A_n = \cos 2\pi h_3 Z_n \quad \text{и} \quad B_n = -\sin 2\pi h_3 Z_n,$$

а  $h_3$  для данного значения  $2\theta$  вычисляется по формуле  $h_3 = 2a_3 \frac{\sin \theta}{\lambda}$ . (В выражении для  $A_n$  и  $B_n$  вместо  $h_3$  можно подставить его максимальное значение  $l$  — порядок отражения от плоскости, перпендикулярной к ребру  $a_3$  решетки.) Здесь  $N$  — полное число ячеек в кристалле,

$$K = \frac{MjR\lambda^3 F^2}{16 \pi v^3 |b_3| \sin^2 \theta},$$

$M$  — число кристаллитов в образце,  $j$  — фактор повторяемости,  $\lambda$  — длина волны,  $R$  — расстояние от объекта до пленки,  $v$  — объем ячейки,  $b_3$  — ребро ячейки обратной решетки, совпадающее по направлению  $a_3$  в случае ромбической решетки,  $2\theta$  — угол рассеяния,  $F^2$  — структурный фактор.

Таким образом, показано, что в ряде Фурье, представляющем «истинную» диффракционную кривую  $P(2\theta)$ , коэффициенты разложения определяются деформацией в направлении, перпендикулярном к отражающей плоскости<sup>1</sup>.

Если коэффициенты  $B_n$  не равны нулю, то расположение максимумов у ненапряженного и недеформированного материала будет разным.

Таким образом, в описываемом методе автоматически учитываются и такие искажения, которые приводят к расширению или сжатию решетки.

Коэффициенты  $A_n$  и  $B_n$  вычисляются методом, обсужденным в предыдущем реферате.

$$\text{Ясно, что } A_n = \frac{F_{\text{действ}}}{KN} \quad \text{и} \quad B_n = \frac{F_{\text{мним}}}{KN}.$$

Результат вычисления может быть представлен в виде кривых  $A_n$  и  $B_n$  в функции  $n$ . Если относительные смещения  $Z_n$  невелики или следуют гауссову распределению, то от коэффициентов  $A_n$  можно перейти к средним квадратичным смещениям и представить  $A_n$  в виде

$$A_n \sim e^{-2\pi^2 \bar{z}^2 Z_n^2}.$$

Таким образом, опыт даёт возможность построить кривые деформации в функции длины деформируемого столба. Если столб содержит

$n$  ячеек и имеем длину  $L = na_B$ , то относительная деформация, соответствующая  $Z_n$ , равна по определению  $\Delta L = a_B Z_n$ .

Откладывая  $\Delta L$  в функции  $L$ , мы должны были бы получить прямую линию в случае однородной деформации.

На рис. 1 показаны такие кривые для холоднокатанной  $\alpha$ -латуни. Два отражения (400) и (331) были измерены и результаты измерения были обработаны описанным способом.

Как видно из рисунка, опыт приводит к кривой, а не прямой линии. Участки кривых могут быть аппроксимированы прямой линией в интервале не более 20 Å. Это, следовательно, размер областей, деформацию внутри которых можно считать однородной.

Суждения о материале такого характера могут быть получены только новым, описанным выше методом.

Весьма значительным достоинством метода является то обстоятельство, что он позволяет в результате обработки измерений одной единственной дифракционной линии отличить расширение линии,

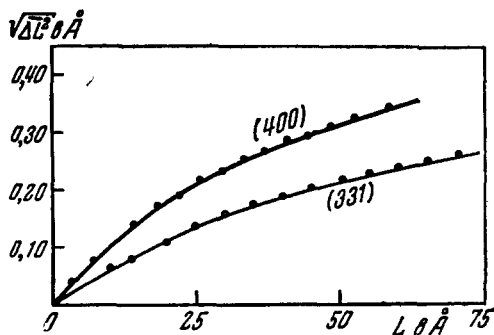


Рис. 1.

происходящее из-за напряжений, от расширения линий, причиной которого является малость зерна, а также характеризовать распределение кристаллических зёрен по величине  $^2$ .

Величина зерна при рассмотрении кристаллитов вдоль нормали к отражающей площади может быть охарактеризована числом  $i$  ячеек, имеющих в этом направлении. Пусть  $n_i$  — число кристаллитов толщины  $i$ , так что

$$N = \sum_{i=1}^{\infty} i n_i$$

есть полное число ячеек в образце.

Формула для кривой интенсивности остаётся в силе с тем упрощением, что из-за равенства  $Z_n = 0$

$$P(2\theta) = KN \sum_{n=-\infty}^{+\infty} A_n \cos 2\pi n h_g$$

$$A_n = \frac{1}{N} \sum_{i=|n|+1}^{\infty} (i - |n|) n_i$$

или, если ввести функцию распределения по толщинам

$$A_n = \frac{1}{N} \int_{i=|n|+1}^{\infty} (i - |n|) p(i) di,$$

где  $p(i) di$  есть число кристаллитов толщиной между  $i$  и  $i + di$ .

Нетрудно видеть, что, получив из эксперимента кривую  $A_n$  в функции  $n$ , мы можем найти все существенные данные, касающиеся размера кристаллических зёрен. Действительно,

$$\frac{dA_n}{dn} = -\frac{1}{N} \int_{i=|n|+1}^{\infty} p(i) di,$$

причём  $\int_{i=|n|+1}^{\infty} p(i) di$  есть число кристаллитов толщиной больше  $n$ . Значение первой производной при  $n = 0$  есть число всех кристаллитов, поделённое на  $N$ , т. е., иначе говоря, есть средний размер кристаллита

в направлении, нормальном к отражающей плоскости.

Если продифференцировать ещё раз, то мы получим непосредственно кривую распределения частиц по размерам, так как

$$\frac{d^2 A_n}{dn^2} = \frac{1}{N} p(n).$$

Наличие начального наклона на кривой  $A_n$  в функции  $n$  есть отличительный признак того, что расширение дифракционной кривой произошло из-за малого размера частиц.

В том случае, когда деформация стремится к нулю или становится большим размер кристаллита, все коэффициенты  $A_n$  становятся равными 1.

Вид кривой  $A_n$  в функции  $n$  позволяет экспериментально исследовать тепловые колебания.

На рис. 2 изображены три типичные кривые  $A_n(n)$ . Кривая  $a$  характерна для напряжённого состояния материала, кривая  $b$  — для вещества, состоящего из малых зёрен, и, наконец, кривая  $c$ , переходящая в горизонтальную линию, характеризует влияние теплового расширения.

При отсутствии диффузного теплового рассеяния влияние повышения температуры должно было сводиться лишь к уменьшению ординат функции  $P(2\theta)$ , и соответственно коэффициенты  $A_n$  должны были бы лечь на горизонтальную прямую, которая действительно возникает при больших  $n$ . Значения  $A_n$ , лежащие слева этого перехода, следует разбить на две части. Всё, что лежит выше горизонтальной прямой, отвечает за тепловое диффузное рассеяние.

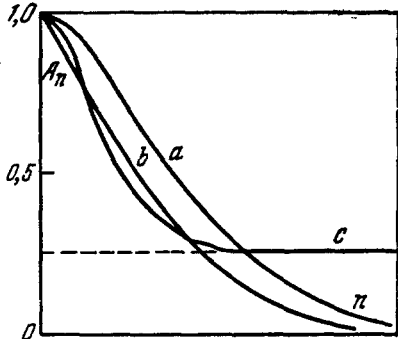


Рис. 2.

Не представляет сомнения, что описанной нами методике изучения формы дифракционной линии на рентгенограммах поликристалла принадлежит большое будущее.

*А. И. Китайгородский*

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. B. E. Warren a. B. L. Averbach J. Appl. Phys. 21, 595 (1950).
  2. M. F. Bertant, Comptes Rendus 228, 492 (1949).
-