

А. М. ЕЛИСТРАТОВ

**МЕТОД РЕНТГЕНОВСКОГО ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРНЫХ
ИЗМЕНЕНИЙ В СТАРЕЮЩИХ ГРУБОЗЕРНИСТЫХ
ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ СПЛАВАХ**

(Представлено академиком И. П. Бардиным 22 IX 1949)

Анализ и полная кристаллографическая расшифровка смежных дифракционных картин, наблюдавшихся нами ⁽¹⁾ на рентгенограммах стареющих поликристаллических сплавов, кажется, на первый взгляд, чрезвычайно трудной задачей. Дифракционные эффекты на рентгенограмме производятся рассеянием от различных кристалликов, ориентировка которых относительно падающего пучка неизвестна. Но задача облегчается тем, что интенсивность аномальных дифракционных эффектов резко падает с удалением от соответствующего лауэ-пятна. Поэтому можно рассматривать окрестности каждого лауэ-пятна в отдельности, считая дифракционные эффекты в этой окрестности происходящими от кристаллика, давшего рассматриваемое лауэ-пятно.

В настоящем кратком сообщении излагаются принципиальные основы метода, позволяющего решить поставленную выше задачу. Непосредственный переход от наблюдаемой дифракционной картины к структурным изменениям в стареющем кристалле даже в случае монокристалла чрезвычайно затруднителен.

Значительно удобнее интерпретацию дифракционных картин, полученных от стареющих монокристаллов, проводить в два этапа ^(2, 3): 1) переход от дифракционной картины к обратному (дифракционному) пространству, точнее, к пространству Фурье ^(2, 4); 2) переход от обратного пространства к прямому пространству кристаллической решетки пересыщенного твердого раствора. Первый этап обычно сводится ⁽³⁾ к построению «областей аномального рассеяния» (о. а. р.) в обратном пространстве. Аномальный дифракционный след на рентгенограмме, снятой с неподвижного стареющего монокристалла монохроматическим излучением, дает только проекцию одного сечения о. а. р. сферой Эвальда.

Для построения всей о. а. р. необходимо получить серию таких сечений. Принципиально возможны 2 способа получения такой серии: 1) поворачивая кристалл вокруг некоторой оси при постоянном радиусе сферы Эвальда (рис. 1, а) (одна и та же длина волны); 2) меняя радиус сферы Эвальда (длину волны) при неподвижном кристалле (рис. 1, б).

Первый способ, удобный при исследовании монокристаллов ⁽³⁾; едва ли применим к исследованию стареющих грубозернистых поликристаллических сплавов. Одновременное смещение кристаллических отражений (лауэ-пятен) и экстра-пятен и полос при повороте различно ориентированных кристалликов вокруг различных кристаллографиче-

ских направлений делает анализ дифракционной картины почти невозможным. Поэтому для анализа «грубозернистых» рентгенограмм нами был использован второй способ.

На разборной рентгеновской трубке с достаточно острым фокусом на различных антикатадах снимается серия рентгенограмм при фикси-

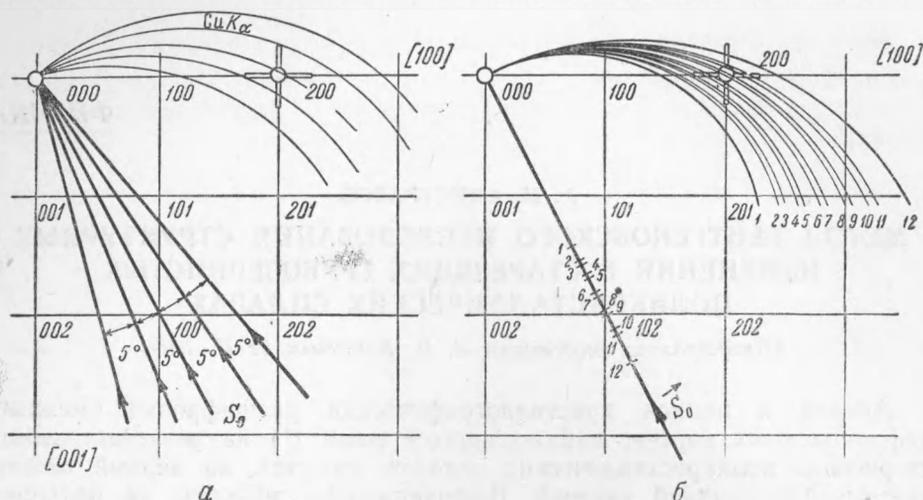


Рис. 1. Построение областей аномального рассеяния по сечениям. Координатная плоскость обратного пространства кристалла $\text{Cu}-\text{Be}$, старившегося 1 час при 220° . Размеры и положение о. а. р. взяты из анализа грубозернистых рентгенограмм.

$$\text{Масштаб } \frac{1}{a_{\text{Cu}-\text{Be}}} = \frac{1}{3,59} \text{ \AA}^{-1} = 16 \text{ мм.}$$

a — метод поворотов кристалла, b — метод варьирования длины волны. 1 — $\text{Cr } K\alpha$, 2 — $\text{Mn } K\alpha$, 3 — $\text{Cr } K\beta$, 4 — $\text{Mn } K\beta$, 5 — $\text{Fe } K\alpha$, 6 — $\text{Co } K\alpha$, 7 — $\text{Fe } K\beta$, 8 — $\text{Co } K\beta$, 9 — $\text{Ni } K\alpha$, 10 — $\text{Cu } K\alpha$, 11 — $\text{Ni } K\beta$, 12 — $\text{Cu } K\beta$

рованном положении грубозернистого образца (в виде проволочки) относительно падающего пучка.

При смене антикатада все кристаллические отражения (лауэ-пятна), а также аномальные дифракционные эффекты, обусловленные рассеянием непрерывной части спектра, не меняют своего положения. Аномальные дифракционные эффекты, обусловленные рассеянием характеристического излучения, будут смещаться, давая сечения о. а. р. различными сферами Эвальда. Из рис. 1, б видно, что последовательная съемка рентгенограмм с обычно применяемыми антикатадами Cu , Ni , Co , Fe , Cr , Mn дает достаточно частые сечения о. а. р. для ее построения. Рассматривается окрестность какого-либо выбранного лауэ-пятна на всех рентгенограммах серии.

Постоянная решетки пересыщенного твердого раствора определяется съемкой исследуемого образца по Заксу. Если на одной из рентгенограмм серии интенсивность лауэ-пятна резко увеличена, то, зная длину волны соответствующего характеристического излучения и постоянную решетки, легко находим его индексы (hkl) . Измеряются прямоугольные координаты (x, y) всех экстра-пятен или точек экстра-следов данной окрестности на всех рентгенограммах серии. Начало координат — центр следа первичного пучка, ось x проходит через рассматриваемое лауэ-пятно (hkl) .

В обратном пространстве строится ортогональная система координат с началом в точке (000) обратной решетки. За ось X выбирается направление $[hkl]$, ось Y лежит в плоскости рассеяния для лауэ-пятна (hkl) , ось Z перпендикулярна к этой плоскости. Выбор положительного

Окрестности узла (000) могут быть определены из двухкristальных ⁽¹⁾ эффектов. На рис. 4, б дана в качестве примера картина части обратного пространства стареющего Cu—Be, построенная описанным методом.

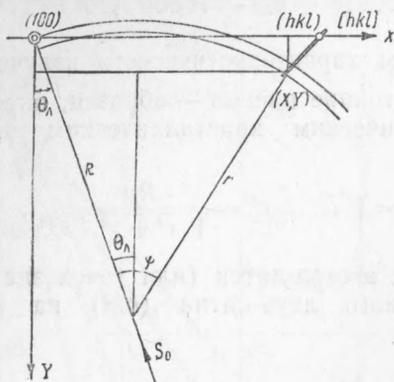


Рис. 3. Переход от цилиндрических координат в обратном пространстве к прямоугольным координатам $X, Y, Z; Z = \zeta$

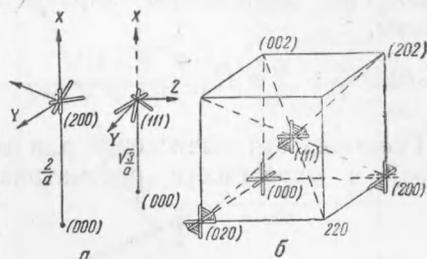


Рис. 4. Пространственное распределение о. а. р. в первых ячейках обратного пространства Cu—Be, старившегося при 220° 1 час. а — построение окрестностей узлов (111) и (002); б — общий вид распределения о. а. р. в первых ячейках; заштрихованные плоскости — о. а. р. линейных дифракционных эффектов •

Использование монохроматизированного излучения сделало бы невозможным применение данной методики вследствие исчезновения лауэ-пятен. Варьирование же длины волны позволяет различать эффекты различного происхождения.

Описанный метод варьирования длины волны характеристического излучения дает возможность от дифракционной картины стареющего грубозернистого поликристаллического сплава перейти к обратному пространству кристалла пересыщенного твердого раствора. Этим поставленная задача решена полностью, так как переход к прямому пространству кристаллической решетки производится как для монокристалла.

Возможность использования грубозернистых поликристаллических образцов и сравнительно простая экспериментальная техника позволяют надеяться, что описанная методика может найти применение в самых различных областях практического металловедения.

Свердловский филиал
Всесоюзного научно-исследовательского
института метрологии

Поступило
30 VIII 1949

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

- ¹ А. М. Елистратов, С. Д. Финкельштейн и А. И. Пашилов, ДАН, 68, № 6 (1949). ² С. Т. Конобеевский, Изв. АН СССР, сер. физ., 10, 371 (1946). ³ A. H. Geisler and J. K. Hill, Acta Crystallogr., 1, 238 (1948). ⁴ P. Ewald, Proc. Phys. Soc., 52, 166 (1940).