

1.4.2. Практическая работа.

Применение метода Лауэ для ориентирования монокристаллов.

В методе Лауэ дифракционная картина получается от неподвижного монокристалла при облучении его непрерывным спектром рентгеновского излучения. Рентгенограммы по методу Лауэ снимают на плоскую пленку при прямом (лауэграммы) или обратном ее расположении (эпиграммы). Как правило, эпиграммы снимают при работе с крупными и сильно поглощающими кристаллами.

Пленку помещают в кассету и устанавливают перпендикулярно первичному пучку. Образец крепят на гониометрической головке. Расстояние от образца до пленки 40 мм.

Рассмотрим применение метода Лауэ для ориентирования неограниченных монокристаллов.

Первичный пучок падает на кристалл, за которым в специальной кассете устанавливается плоская фотопленка. Перед фотопленкой горизонтально натянута тонкая проволочка. Тень от этой проволочки, полученная на рентгенограмме, помогает определить ориентацию кристалла. Кристалл устанавливается на гониометрической головке, состоящей из системы двух взаимно перпендикулярных дуг, а сама головка может быть повергнута на любой угол, перпендикулярный оси падающего пучка. Таким образом, гониометрическая головка позволяет менять ориентацию кристалла по отношению к первичному пучку и устанавливать нужное кристаллографическое направление вдоль пучка.

Дифракционные пятна располагаются на лауэграммах по эллипсам и другим коническим сечениям. Такие кривые называются зональными, каждая из них соответствует определенной кристаллографической зоне плоскостей (совокупность плоскостей, параллельных одному направлению – оси зоны).

Для индцирования лауэграмм используется сетка Вульфа (совокупность меридианов и параллелей, заключенная в круг). Угол между

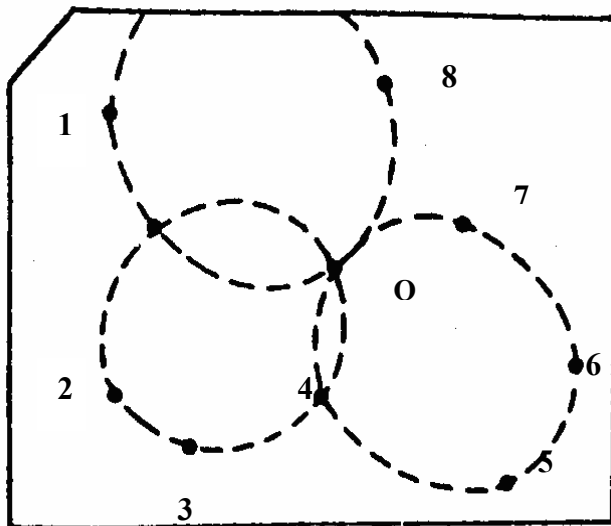


Рис. 1.32. Типичная лауэграмма

направлениями измеряют как угловое расстояние между точками, расположенными на одном меридиане.

Последовательность индексирования лауэграммы для кубических кристаллов:

1. На полученной рентгенограмме нумеруют все пятна, в первую очередь расположенные вдоль ярких эллипсов. Точка пересечения этих эллипсов дает точку O, точку выхода первичного пучка (центр рентгенограммы), соответствующую началу координат (рис. 1.32).

2. Измеряют расстояние ℓ (в мм) от каждого пронумерованного пятна до центра рентгенограммы и определяют углы θ по формуле $\text{tg } 2\theta = \ell / D$ (D — расстояние от кристалла до фотопленки при съемке).

3. Копируют рентгенограмму на кальку, на которой через следы первичного пятна проводят прямую, параллельную тени проволочки на рентгенограмме (горизонталь), затем перпендикулярную ей вертикаль. Центр первичного пятна s на кальке совмещают с центром сетки Вульфа и затем проводят на кальке круг диаметром, равным диаметру сетки Вульфа. Внутри этого круга по дифракционным пятнам на рентгенограмме строится гномостереографическая проекция плоскостей с индексами (hkl).

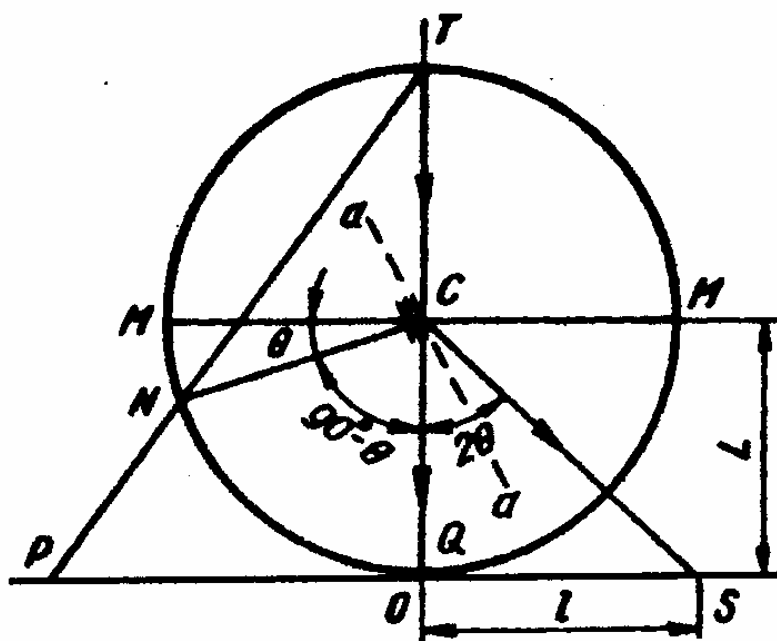


Рис. 1.33. Связь между положением интерференционного максимума лауэграммы S и гномо-стереографической проекции плоскости, соответствующей данному максимуму P; TQ и CS – падающий и отраженный лучи; aa и CN – отражающая плоскость и нормаль к ней

4. С помощью поворота вокруг начала координат помещают дифракционное пятно на экватор сетки Вульфа.

5. От края, противоположного дифракционному пятну, вдоль диаметра круга по сетке Вульфа откладывается угол θ и наносится точка, которая и будет отвечать гномостереографической проекции плоскости (рис. 1.34).

При построении гномостереографической проекции по рентгенограмме пользуются схемой (рис. 1.33), показывающей связь между дифракционным пятном s на рентгенограмме и гномостереографической проекцией плоскости (hkl), от которой получено данное отражение. Так как луч падающий, луч отраженный и нормаль к отражающей плоскости лежат в одной плоскости, то на стереографической проекции выходы указанных направлений должны лежать на одной прямой (проекция падающего луча находится в центре проекции (в начале координат), а проекции падающего и отраженного лучей лежат по разные стороны от начала координат). Как видно на рис. 1.33, гномостереографическая проекция (P) отражающей плоскости (aa) находится на диаметре круга проекции (MM), проходящем через след соответствующего

отраженного луча (CS) (по другую сторону от центрального пятна), и отстоит от основного круга проекции на угол θ . Последний определяют из зависимости, очевидной из этой же схемы: $\text{tg } 2\theta = \ell/L$, где ℓ — расстояние от пятна лауэграммы до центра, L — расстояние от образца до пленки.

6. Правильность построения проекции можно проверить: проекцию поворачивают таким образом, чтобы точки, отвечающие одной зональной кривой (одному эллипсу), легли на один меридиан сетки Вульфа.

Если некоторые из точек смещаются относительно соответствующего меридиана более чем на 2° (точность построения проекции), то эти точки найдены неправильно и их построение следует проверить.

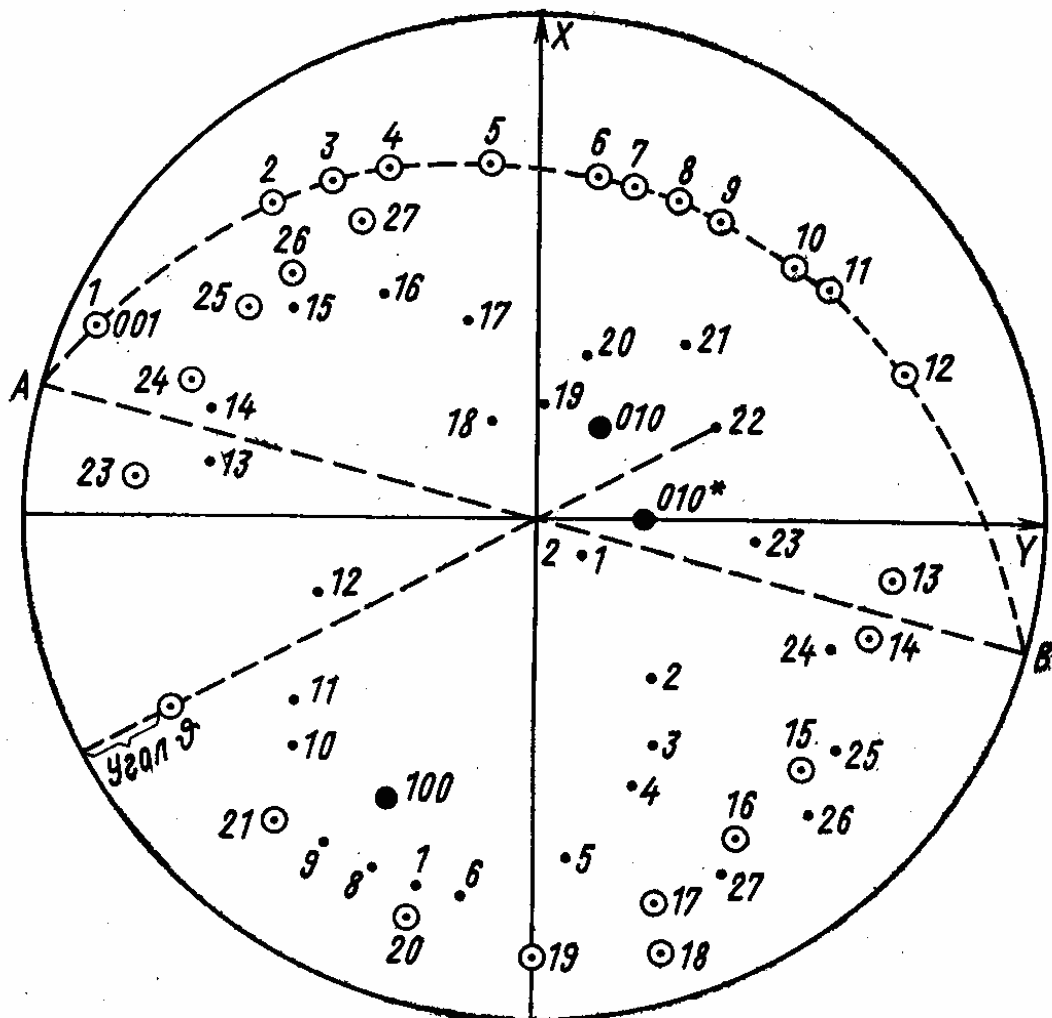


Рис. 1.34. Схема построения гномостереографической проекции

7. На лауэграмме выбирают наиболее яркий эллипс. Такой эллипс должен отвечать кристаллографической зоне с небольшими индексами. Выходы меридиана, на котором расположены точки проекции, отвечающие этому эллипсу, отмечают на кальке точками А и В (рис. 1.34).

Затем поворачивают проекцию кристалла вокруг оси, проходящей через точки А и В. При таком повороте точки проекции, отвечающие рассматриваемому эллипсу, перемещаются на большой круг, что отвечает перемещению оси данной кристаллографической зоны в центр проекции. Остальные точки, не лежащие на рассматриваемом меридиане, также перемещаются по параллелям в ту же сторону и на то же число градусов.

8. Полученную проекцию совмещают с одной из стандартных полюсных фигур, заранее построенных для ориентировок кристалла [100], [110], [111] и т.д. Совмещают центры проекций и вращают кальку, пытаясь найти совпадение точек, лежащих на большом круге, с точками стандартной проекции.

Если найдено удовлетворительное совпадение на дуге большого круга, то надо проверить, как совпадают точки внутри этого круга. Заметим, что на лауэграмме может быть большее число пятен, чем на стандартной полюсной фигуре, поскольку отражения с малой интенсивностью на нее не нанесены.

9. Каждой точке проекции приписывают индексы соответствующей кристаллографической плоскости и отмечают выходы главных кристаллографических направлений: [100], [010], [001].

10. Определяют углы между этими направлениями и внешними координатными осями. После этого можно провести поворот кристалла в реальном пространстве с помощью гониометрической головки так, чтобы его внутренние оси совпали с осями наблюдателя; X и Y – горизонтальная и вертикальная оси, соответственно. Последовательность поворота $Z \rightarrow Y \rightarrow X$.

Индицирование с использованием заранее построенных полюсных фигур можно провести также для тетрагональных и гексагональных кристаллов для определенного соотношения осей c/a . Например, полюсная

фигура для гексагонального кристалла, построенная при соотношении осей $c/a = 1,67$, может быть использована для нескольких металлов (магния, титана, гафния, α -кобальта и др.)

1.4.3. Практическая работа.

Определение коэффициента линейного расширения

Методом высокотемпературной рентгенографии изучено изменение параметра кристаллической решетки a интерметаллического соединения $Ni_{75}Al_{25}$ (γ' -фаза Ni_3Al) и сплава $Ni_{72}Al_{24}Cr_4$ в широком интервале температур. Исследования проведены на рентгеновском дифрактометре ДРОН-3М с приставкой УВД-2000 (максимальный возможный нагрев до $2000^\circ C$) в излучении $Cu K\alpha$ в рефлексе (004). Эксперимент проведен в вакууме $2 \cdot 10^{-4}$ Тор. Он включал непрерывный нагрев монокристаллического образца в виде пластинки (001) толщиной 3 мм со скоростью 5 град/мин в интервале температур от комнатной до $1250^\circ C$ (перед съемкой дифракционного профиля проводилась изотермическая выдержка 10 мин, затем нагрев продолжался). Измерение температуры проведено с помощью вольфрам-рениевой термопары, выведенной непосредственно на образец.

Таблица 1.5

Значения угла 2θ , при которых регистрируется дифракционное отражение, соответствующее линии (004) для ряда температур

Ni_3Al	$t, ^\circ C$	2θ	$Ni_{72}Al_{24}Cr_4$	$t, ^\circ C$	2θ
20		129,92	20		130,70
1000		126,55	1000		126,87
1250		125,59	1250		125,39

1. Проследите, как влияет нагрев образца на положение дифракционного отражения на шкале 2θ .

2. Определите значения параметра решетки для каждого сплава в зависимости от температуры эксперимента. Для этого по значению угла θ ,

пользуясь таблицами межплоскостных расстояний* для излучения $\text{Cu } K\alpha$, определите межплоскостные расстояния d .

Значение параметра решетки $a = d\sqrt{(h^2 + k^2 + l^2)}$. В данном случае полученные значения d нужно умножить на 4, поскольку используется линия (004). Например, $2\theta = 124,73$; $\theta = 62,365$; $d = 0,91472$; $a = 3,6588 \text{ \AA}$.

Переведите значения a в нанометры (10^{-9} м): $a = 3,6588 \text{ \AA} = 0,36588 \text{ нм}$. Точность измерения $\pm 0,00002 \text{ нм}$.

3. Определите коэффициент теплового расширения (α для каждой пары температур, т.е. 20°C - 1000°C , 1000°C - 1250°C).

$$\alpha = (\ell_2 - \ell_1) / (t_2 - t_1) \ell_1,$$

где ℓ_2 и ℓ_1 – конечная и начальная длина образца, соответственно; t_2 и t_1 – конечная и начальная температура. Длина образца $\ell = na$, где n – целое число.

4. Постройте графики температурной зависимости параметра решетки a для каждого сплава. Известно, что в сплаве $\text{Ni}_{72}\text{Al}_{24}\text{Cr}_4$ при 1000°C происходит фазовое превращение из упорядоченного состояния в разупорядоченное. По характеру изменений коэффициента теплового расширения сделайте вывод о том, как влияет разупорядочение на силы связи в сплаве.

1.4.4. Рентгеновская топография. Метод Шульца

Метод исследования угловой разориентации блоков в монокристаллах с использованием белого излучения (непрерывный спектр) острофокусной трубки с вольфрамовым или медным анодом предложен Л. Г. Шульцем. Исследуемый кристалл помещают под углом 25° к оси расходящегося пучка рентгеновской трубки. Диаметр фокусного пятна этой трубки 25 мкм (не более 50 мкм).

* Горелик С.С. Рентгенографический и электронно-оптический анализ / С.С. Горелик, Ю.А. Скаков, Л.Н. Расторгуев. – М.: МИСИС, 2002. – 360 С.

Разрешающая способность метода $15''$. Глубина исследуемого слоя в металлах составляет 10 мкм. На фотопленке регистрируется дифракционная картина, представляющая собой увеличенное лауэвское пятно. Метод Шульца позволяет выявить поверхностные нарушения структуры и малоугловые границы.

Если в монокристалле имеется несколько субзерен (блоков), разориентированных относительно друг друга на малый угол (несколько градусов), то каждое из них даст свое отражение (рис. 1.35). Тонкий полосчатый контраст внутри изображения отдельного блока отвечает границам смыкания в монокристалле (доли градуса). Топограмма позволяет визуально оценить качество монокристалла (рис. 1.36).

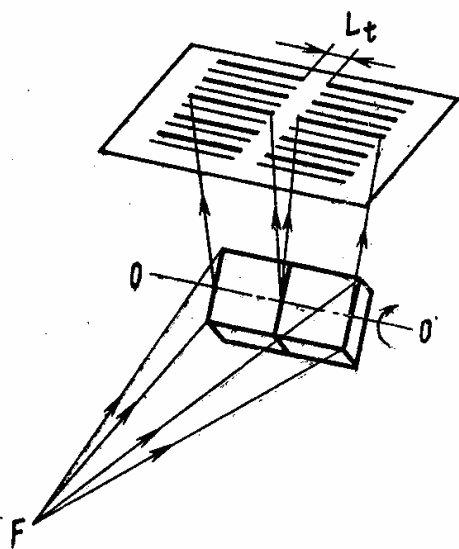


Рис. 1.35. Схема образования дифракционного контраста на топограмме, снятой по методу Шульца

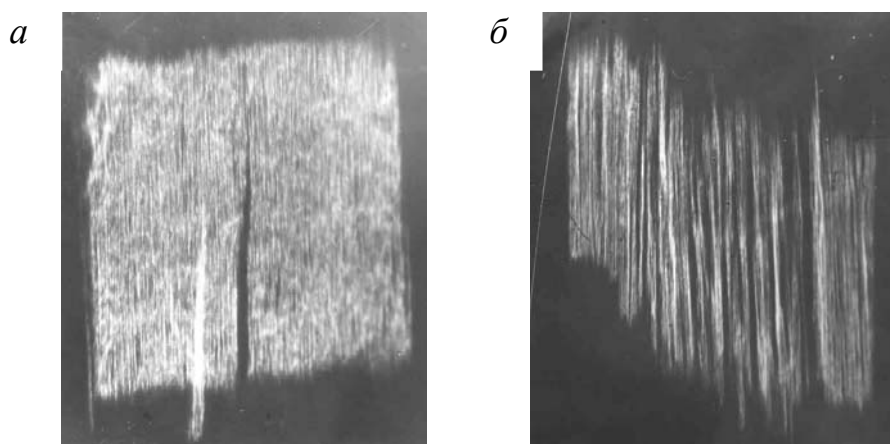


Рис. 1.36. Топограммы, снятые с продольного (относительно оси роста) сечения монокристалла сплава ЖС-32, скорость кристаллизации: *а* – 5 мм / мин; *б* – 30 мм / мин