

УДК 548.73

ТЕХНИЧЕСКАЯ ФИЗИКА

[Е. А. ЛЕВИКОВ], Л. В. ЛЕВИКОВА

НОВЫЙ МЕТОД ЛОКАЛЬНОГО РЕНТГЕНОСТРУКТУРНОГО АНАЛИЗА — МЕТОД СХОДЯЩЕГОСЯ В ТЕЛЕСНОМ УГЛЕ ПУЧКА РЕНТГЕНОВСКИХ ЛУЧЕЙ

(Представлено академиком Г. В. Курдюмовым 14 X 1971)

Разработан новый метод локального рентгеноструктурного анализа — метод сходящегося в телесном угле пучка рентгеновских лучей. Этот метод аналогичен методу Косселя (¹⁻³) и сочетает возможности как метода «истинных» линий Косселя (высокую локальность), так и метода расходящегося пучка (⁶⁻⁸) (возможность проведения исследований «на отражение» от кристаллов с любой плотностью дислокаций).

Сущность метода. В облучаемой точке O кристалла (рис. 1) собирается пучок рентгеновских лучей, распространяющихся от зеркала антикатаода. Зеркало антикатаода является основанием конуса сходимости, имеющего вершину в точке O . Среди всех направлений первичных лучей найдутся такие, которые (для характеристического излучения антикатаода) составляют брэгговские углы с какими-либо кристаллографическими плоскостями кристалла. Совокупность таких направлений образует круговой конус с осью, совпадающей с нормалью к отражающей плоскости. Угол образующей конуса с нормалью составляет $\frac{1}{2}\pi - \theta$. Зеркально отраженные рассматриваемой плоскостью лучи распространяются вдоль образующих этого же конуса и могут быть зарегистрированы, например, на плоскую пленку в виде псевдокосселевских линий, представляющих части эллипсов (рис. 3).

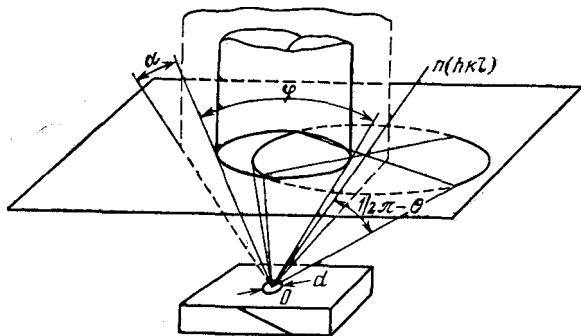


Рис. 1. Схема получения рентгенограмм в сходящемся пучке

Размеры облучаемой области зависят от диаметра выходного отверстия диафрагмы d и могут быть доведены до $10-20'$ (дальнейшее уменьшение диафрагмы нежелательно из-за резкого увеличения времени экспозиции). Таким образом, этот метод позволяет получать рентгенограммы от малых областей монокристалла или отдельных зерен поликристалла.

По рентгенограммам, полученным методом сходящегося пучка, может быть проведено индиферирование, прецизионное ориентирование и определение параметров решетки, исследование субструктуры кристаллов и т. д.

Ориентирование монокристаллов. Метод сходящегося пучка позволяет проводить индиферирование несколькими способами. Остановимся на одном из них.

Обычно на рентгенограмме косселевского типа присутствуют линии, полученные от одной и той же плоскости в излучении K_α и K_β . Измеряют

угол типа $\alpha_1 O \beta$ (рис. 2) и сравнивают его с расчетными данными для исследуемого кристалла. Выход нормали On находят, откладывая $\angle \alpha_1 On = = \frac{1}{2}\pi - \theta_{\alpha_1(hkl)}$. Определения выходов нормалей к трем плоскостям достаточно для ориентирования кристалла. Точность ориентирования по одному снимку, полученная по этому методу, $10-20'$.

Определение параметра решетки. Параметр решетки можно определить по рентгенограмме, полученной в сходящемся пучке, с такой же точностью, как и обычно для линий Коссееля ⁽²⁾. Однако метод сходящегося пучка имеет преимущества для проведения локальных исследований. Здесь, в частности, интересной является возможность определения макронапряжений в изделиях, изготовленных из крупнозернистых

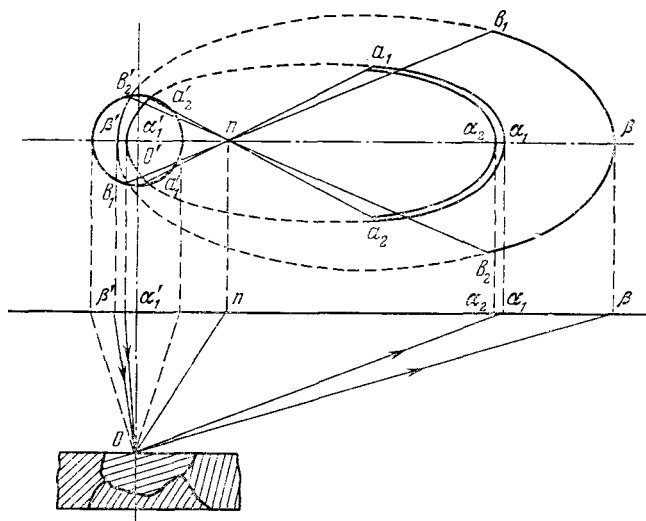


Рис. 2. Схема индиферирования по методу сходящегося пучка

материалов. Такие изделия не могут быть исследованы дифрактометрически. Если один снимок содержит отражения от 6 и большего числа плоскостей, то при деформировании в упругой области (при заданном тензоре напряжений) может быть полностью определен тензор деформаций и, следовательно, тензор модулей упругости кристалла. Методы определения параметра решетки аналогичны методам определения параметров по линиям Коссееля ⁽²⁾.

Анализ уширения дифракционных линий. Существующие методы анализа ширины и формы дифракционных линий относятся к брэгговским отражениям, на ширину которых оказывает влияние лишь микронапряжение решетки (разброс параметров) и дифракционные эффекты, связанные с малостью областей когерентного рассеяния. Для монокристаллов наряду с брэгговскими отражениями возможна регистрация линий другого типа, которые обычно называют «кривыми качания». Ширина кривых качания определяется не только микронапряжениями решетки и размерами областей когерентного рассеяния, но и разориентациями этих областей. Однако при получении кривых качания информацию получают от больших объемов кристалла (больше $10^4 \mu^3$).

Преимущество метода сходящегося пучка — локальность исследования. Можно исследовать объемы меньше $10^3 \mu^3$.

Кривые косселевского типа, в том числе и полученные в сходящемся пучке, имеют такую же природу, как «кривые качания», т. е. уширение линий определяется микронапряжениями, размерами областей когерентного рассеяния и разориентациями этих областей.

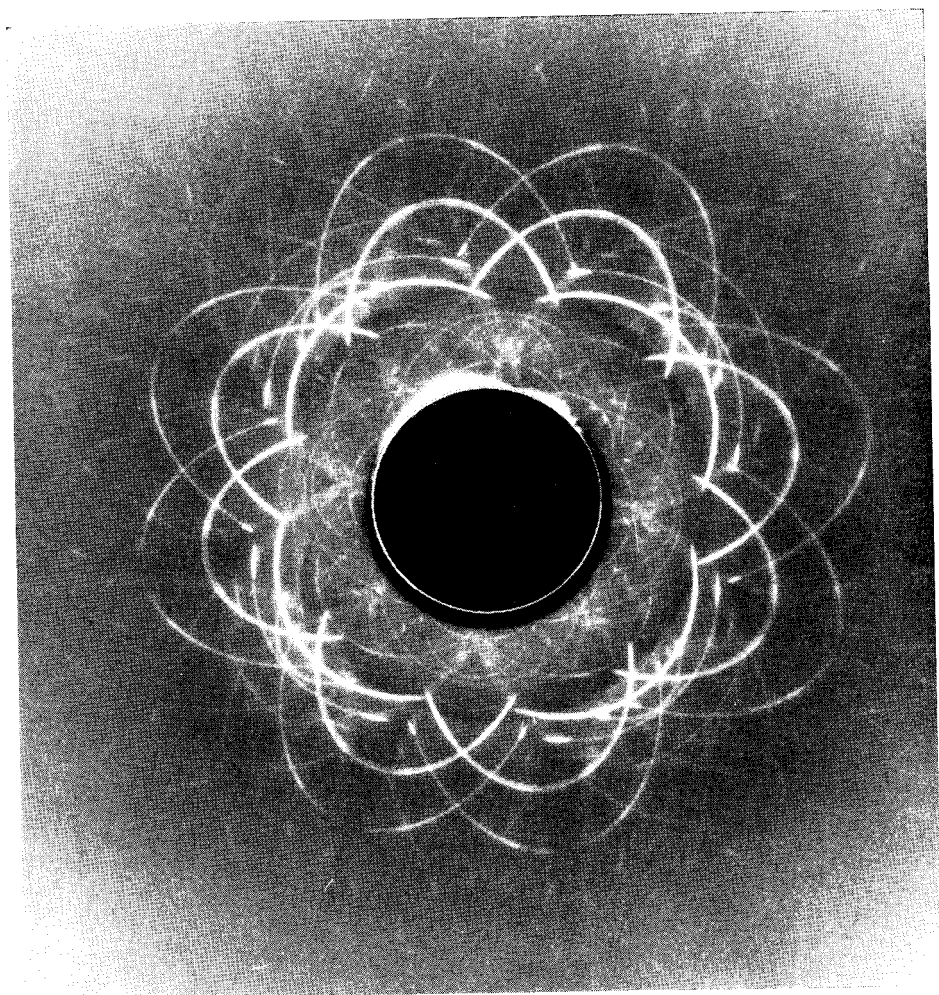


Рис. 3. Рентгенограмма монокристалла ниобия, полученная по методу сходящегося пучка (медный антикатод)

Поскольку последовательная теория уширения линий Косселя отсутствует, мы воспользуемся частным случаем, при котором анализ формы таких линий все же может быть проведен, а именно: при хаотическом распределении дислокаций в кристалле есть теория уширения брэгговских линий ⁽⁴⁾ и теория дополнительного уширения «кривых качания», вызванного резориентациями ⁽⁵⁾.

Дополнительно уширение $B_{ор} \approx 2|b|\sqrt{\rho}$, где ρ — плотность дислокаций, b — вектор Бюргерса. Распределение интенсивностей линий косселевского типа можно описать таким соотношением:

$$I(\theta) = \int f_{бр}(x) f_{ор}(x-y) \varphi(y-\theta) dx dy; \quad (1)$$

$f_{бр}$ — для брэгговских линий, $f_{ор}$ — функция, описывающая разориентацию, φ — распределение интенсивностей, вызванное инструментальными причинами. Если форма всех кривых гауссова, что можно принять с небольшой погрешностью для всех функций, т. е.

$$f \sim \exp(-\pi\theta^2/B^2), \quad (2)$$

θ — отклонение от брэгговского угла θ_B , B — «полуширина» соответствующей кривой, то для брэгговских линий

$$B^2 = B_{бр}^2 + B_{ор}^2, \quad (3)$$

для линий в сходящемся пучке

$$B_{сх}^2 = B_{бр}^2 + B_{ор}^2 + B_{\theta}^2, \quad (4)$$

$B_{бр}$ измеряется дифрактометрически, B_{θ} измеряется для совершенного монокристалла-эталоны; тогда можно найти

$$B_{ор}^2 = B_{сх}^2 - B_{бр}^2 - B_{\theta}^2, \quad (5)$$

а по $B_{ор}$ из ⁽⁵⁾

$$\rho = B_{ор}^2/(4b).$$

Описанным методом определена плотность дислокаций в образцах монокристаллов молибдена, деформированных прокаткой. Данные рентгенографического анализа сравнивались для тех же образцов с результатами определения плотности дислокаций методами электронной микроскопии (табл. 1). Так как и тот и другой методы обладают определенными погрешностями, то такое совпадение результатов следует считать весьма удовлетворительным.

Приведенные результаты позволяют сделать вывод о полезности и перспективности применения метода сходящегося в телесном угле пучка рентгеновских лучей к решению целого ряда задач рентгеноструктурного анализа.

В заключение авторы выражают благодарность Л. И. Федоровой за проведение электронномикроскопических исследований, Ю. А. Бороденко и В. Ф. Долженко за помощь в проведении эксперимента.

Физико-технический институт
Академии наук УССР
Харьков

Поступило
11 X 1971

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

- ¹ W. Kossel, *Ergeb. Exakten. Naturwiss.*, **16**, 295 (1937). ² K. Lonsdale, *Phil. Trans. Roy. Soc., London*, **240**, 219 (1947). ³ H. J. Ullrich, *Physica Stat. Solidi*, **20**, 2, 117 (1967). ⁴ М. А. Кривоглаз, Теория рассеяния рентгеновских лучей и тепловых нейтронов реальными кристаллами, «Наука», 1967. ⁵ L. Kaufman, S. A. Kulin, *Trans. AIME*, **215**, 273 (1959). ⁶ И. А. Гиндин, Е. А. Левинов и др., *Физ. мет. и металловед.*, **30**, 2, 426 (1970). ⁷ T. Ellis, L. F. Nanni, *J. Appl. Phys.*, **35**, 11, 3364 (1964). ⁸ J. J. Slade, S. Weissmann, *J. Appl. Phys.*, **35**, 11, 3371 (1964).