

Физика твердого тела

УДК 539.219.3

Д.М. Задоян, Л.А. Азизбекян, М.К.Валюженич

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЛОТНОСТИ ИЗБЫТОЧНЫХ ДИСЛОКАЦИЙ ПО РЕНТГЕНОГРАФИЧЕСКИМ ОЦЕНКАМ РАЗМЕРОВ КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ БЛОКОВ И РАЗОРИЕНТИРОВКИ МАЛОУГОЛЬНЫХ ГРАНИЦ

Разработана методика определения плотности избыточных дислокаций по рентгенографическим оценкам размеров кристаллических блоков и разориентировки малоугольных границ. Даются аппаратные средства для реализации методики

Как известно, углы разориентировок блоков и их размеры могут интерпретироваться на основании представлений о накоплении линейных дефектов в кристалле в виде дислокаций. Многочисленные наблюдения, связанные с ростом кристаллов, фигурами травления, изучением свойств малоугольных границ свидетельствуют о том, что границы между блоками мозаики состоят из дислокаций. Последние могут находиться также внутри субзерен, где они либо располагаются беспорядочно, либо организуют дополнительную мозаичную структуру с меньшим углом разориентировки.

Несмотря на то, что определение плотностей дислокаций по рентгенографическим оценкам разориентировки блоков и их размеров относится к косвенным методам, наиболее надежные результаты можно получить, используя следующую методику.

Мозаичная блочная структура в кристаллах характеризуется средним и максимальным углами разориентировки. Метод определения среднего угла разориентировки основан на определении кривых распределения интенсивностей правильных отражений от кристалла, установленного под углом Вульфа-Брэгга.

Если расходящийся (сходящийся) пучок рентгеновских лучей падает под углом θ Вульфа – Брэгга на идеальный кристалл, то отражение от кристалла при его повороте около оптимального угла θ должно происходить в угловом интервале, равном расходимости падающего пучка. Распределение интенсивности в отраженном от кристалла пучке должно отвечать распределению интенсивности в падающем пучке.

Когда расходящийся пучок падает под углом θ на мозаичный кристалл, то при повороте его вблизи этого угла в отражение начинают попадать различные ориентированные блоки мозаики и угловая область отражения в этом случае превосходит угловую расходимость падающего пучка. Полная угловая ширина отражения определяется при этом угловой расходимостью первичного пучка, включая его естественную ширину, и углом разориентировки блоков. При определении величины углов разориентировки блоков следует исключить расходимость первичного пучка из полного углового диапазона отражений. Таким образом, можно определить наибольший (максимальный) угол разориентировки.

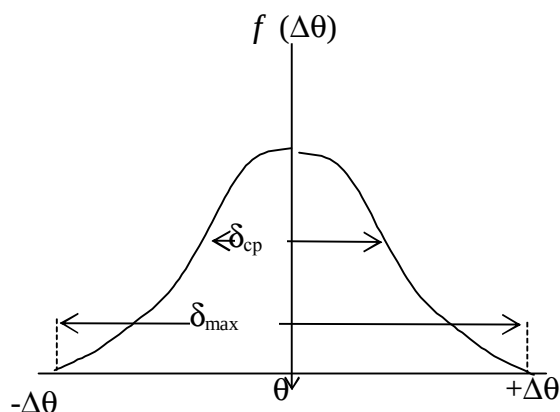
Однако для мозаичных кристаллов более важной субструктурной характеристикой является средний угол разориентировки блоков. Для его определения следует использовать зависимость распределения интенсивности правильных отражений от поворота кристалла на небольшой угол $\pm \Delta\theta$ в области угла θ . В работах [1,2] был использован принцип двухкристального дифрактометра. Для получения кривой распределения интенсивности правильного отражения исследуемый кристалл устанавливают под углом θ и проводят рентгенографирование. Затем, поворачивая кристалл на малые дискретные углы в области 2θ и одновременно с этим перемещая рентгеновскую пленку, получают ряд рефлексов. При помощи фотометрирования рефлексов строится кривая распределения интенсивности в зависимости от угла поворота кристалла.

После исключения из кривой распределения интенсивности исследуемого кристалла соответствующей кривой кристалла-стандарта получается кривая распределения блоков по углам разори-

ентировки. Полуширина этой кривой представляет средний угол разориентировки, на который повернуто максимальное число блоков (см. рисунок)

Объем работы по определению кривых качания и средних углов разориентировки значительно сокращается при применении сцинтиляционного способа регистрации рентгеновских кривых распределения интенсивности.

Поворот кристалла в слабо расходящемся рентгеновском пучке можно заменить съемкой неподвижного образца в сильно расходящемся пучке.



Кривая распределения кристаллических блоков по углам разориентировки

Для получения монохроматических рентгеновских пучков с достаточно большой расходимостью можно использовать видоизмененный метод двух кристаллов. Для получения таких пучков применяются трубки с линейчатым фокусом и изогнутые кристаллы – монохроматоры. Исследуемый образец помещается в фокусе монохроматического пучка. Установка на максимальную интенсивность отражения осуществляется с помощью регистрирующего счетчика излучения.

Интерференционная линия регистрируется сцинтиляционным методом и по ее ширине определяется максимальный угол разориентировки ($\delta_{\max}$), а по полуширине – средний угол разориентировки (δ_{cp}) блоков мозаики.

По данным среднего и максимального значений угла разориентировки блоков определяется или плотность дислокаций одного знака на границах блоков мозаики (линейная плотность), или плотность избыточных дислокаций одного знака внутри кристалла (объемная плотность). При этом рентгеновские методы дают несколько заниженные значения плотностей дислокаций по сравнению с другими (нерентгеновскими) методами.

В разработанной методике для определения плотностей избыточных дислокаций одного знака измеряют углы взаимного наклона соседних субзерен, а также средние и максимальные углы разориентировок. Поскольку с каждой дислокацией связан небольшой локальный изгиб решетки, а с каждой дислокационной группой – изгиб больших масштабов, то на основании этого устанавливается связь между угловой разориентацией определенных систем плоскостей решетки и плотностью дислокаций. Эта связь получается различной в зависимости от принятых моделей распределения разориентировок блоков мозаики в кристалле.

Углы разориентировки (δ_{cp}) между соседними блоками одинаковы по величине и знаку, а кристалл имеет постоянную кривизну. Плотность дислокаций одного знака, если учитывать только дислокации по границам блоков, определяется соотношением

$$\rho = \frac{\delta_{cp}}{bD}, \quad (1)$$

где b - вектор Бюргерса; D – размер субзерна.

Для определения плотности дислокации по (1) следует с помощью микропучка измерить D . Последнюю величину можно найти также по экстинкции (или другим методом). Если δ_{cp} не может быть измерено непосредственно, то можно использовать следующую зависимость для плоскости, перпендикулярной к оси изгиба: $d_{cp} = \frac{D}{L} d_{\max}$, где L – величина изогнутой области решетки, соответствующей углу $\delta_{\max}$. Величина L равна размеру зерна, а $\delta_{\max}$ – среднему значению максимального угла разориентировки. Тогда $r = \frac{bL}{d_{\max}}$. При этом получается приближенное значение нижнего предела плотности дислокации.

Углы разориентировок δ_{cp} субзерен распределены (относительно некоторого среднего положения) по закону Гаусса. Тогда $\delta_{cp} = \delta_{\max} / 3$, а плотность дислокаций $\rho = \delta_{\max} / 3bD$. Разумную

величину верхнего предела плотности можно получить, сделав предположение о беспорядочном распределении дислокаций. Для такого распределения дислокаций плотность будет: $\rho = \delta_{\max}^2 / 9b^2$.

Значения плотностей избыточных дислокаций могут быть получены также из других рентгеновских данных, например из данных о размерах блоков $\rho = 3n / D^2$, где n – число дислокаций на поверхности блока.

Значения плотностей дислокаций, полученные по разориентировкам и размерам блоков (например, для деформированных металлов), согласуются достаточно удовлетворительно.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Овсиенко Д.Е., Соснина Е.И. Влияние скорости роста монокристаллов на их мозаичную структуру // ФММ. 1986. Т. 3. Вып. 2. С. 374-382.
2. Овсиенко Д.Е., Соснина Е.И. Вопросы физики металлов и металловедения. Киев: АН УССР, 1989. № 9. 185 с.

Поступила 10.02.2003 г.

УДК 539:219.3:53

В.М.Мионов

ИЗМЕНЕНИЕ ДИФфуЗНОЙ ПРОНИЦАЕМОСТИ ЖЕЛЕЗА И ЕГО СПЛАВОВ ПРИ ВВЕДЕНИИ В НИХ ИНЕРТНЫХ ГАЗОВ

Рассматриваются результаты экспериментальных исследований, посвященных изучению влияния присутствия инертного газа в кристаллической решетке металла на диффузионную проницаемость. Твердый раствор возникает в процессе обработки в плазме тлеющего разряда. Показано, что бомбардировка железа ионами инертных газов создает барьерный эффект в приповерхностном слое, что приводит к уменьшению его диффузионной проницаемости как в условиях стационарных изотермических отжигов, так и импульсных воздействий.

Известно, что введение инертных газов в металлы и сплавы сопровождается появлением в приповерхностном слое и объеме сильно неравновесной структуры, которая характеризуется возникновением твердого раствора металл-инертный газ, различных радиационных дефектов и микропузырьков, содержащих инертные газы. Все это сказывается на стабильности материалов в процессе эксплуатации при действии температур и импульсных нагрузений. Данная работа посвящена изучению влияния присутствия инертного газа в кристаллической решетке металла на такой структурно-чувствительный процесс, как диффузия. Так как твердый раствор, возникающий при насыщении в процессе обработки в плазме тлеющего разряда, метастабилен и образуется по типу вычитания, диффузия в нем должна подчиняться несколько иным закономерностям, чем в чистом металле или твердом растворе, полученном в равновесных условиях.

Эксперименты проводились на армко – железе, стали У 8 и сплаве железа с 30 % никеля, из которых изготавливали цилиндрические образцы, которые для одновременной обработки располагали в служащей катодом стальной оправке по окружности симметрично относительно анода. Ионную бомбардировку торцевых поверхностей образцов проводили при давлении $\sim 1,3 \cdot 10^3$ Па в аргоновой плазме тлеющего разряда, содержащей в некоторых случаях небольшое количество (около 0,1 %) радиоактивного изотопа ^{85}Kr . Напряжение между анодом и катодом (образец) составляло 1 кВ, плотность тока – 50 мА/см². Температура поверхности образцов не превышала 473-493 К. Длительность обработки составляла 30 ч. Это позволило ввести в приповерхностный слой металла толщиной 30 – 35 мкм порядка 2 – 3 % инертного газа, распределенного по глубине по экспоненциальному закону от квадрата расстояния от поверхности [1]. Распределение инертного газа по поверхности характеризуется наличием концентрически расположенных внешней и внутренней (содержащей инертный газ [2]) областей (рис. 1, а).