

КУЙБЫШЕВСКИЙ  
ОРДЕНА ТРУДОВОГО  
КРАСНОГО ЗНАМЕНИ  
АВИАЦИОННЫЙ ИНСТИТУТ  
ИМЕНИ С. П. КОРОЛЕВА

Г. И. Аксенов

# РЕНТГЕНОГРАФИЯ

Конспект лекций

КУЙБЫШЕВ

1975

МИНИСТЕРСТВО ВЫСШЕГО И СРЕДНЕГО СПЕЦИАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ РСФСР  
Куйбышевский ордена Трудового Красного Знамени авиационный  
институт им. С.П. Королёва

Г.И. Аксенов

РЕНТГЕНОГРАФИЯ

конспект лекций

Утвержден  
редакционным советом  
института  
13 ноября 1974 г.

---

Куйбышев 1975

Конспект лекций по рентгенографии предназначен для студентов металлургического факультета (специальность — "Обработка металлов давлением"). В него входят следующие разделы: физика рентгеновских лучей; теоретические основы структурного анализа и практическое применение рентгеноструктурного анализа для решения задач по определению фазового состава металлов, по прецизионному определению параметров решётки, уточнению диаграмм равновесного состояния, по текстуре.

Рецензент — заведующий кафедрой физики Куйбышевского политехнического института, чл.-кор. АН Киргизской ССР, заслуженный деятель наук Карельской АССР, доктор физико-математических наук, профессор Ю.С.Термина

## ВВЕДЕНИЕ

Вторая половина XIX столетия характерна новыми открытиями в области физики. Эти открытия позволили глубже проникнуть в тайны строения материи и легли в основу материалистического мировоззрения. Например, воздух считали изолятором, однако тот же воздух при пониженных давлениях оказался хорошим проводником тока. Изучение прохождения электрического тока при пониженных давлениях проводилось во многих лабораториях разными учеными.

Было установлено, что при понижении давления с помощью вакуумного насоса в специальной запаянной трубке образуется несколько видов электрического разряда. Наблюдается характерное свечение и форма остаточного газа (воздуха), которые находятся в однозначной связи с разрежением газа (воздуха) в трубке. Пожалуй, самым важным было обнаружение катодного пучка, являющегося носителем электрического тока.

Немецкий физик Вильгельм Конрад Рентген (1845—1923 гг.), работавший в Вюрцбургском университете, изучая явление прохождения электрического тока через разреженные газы, обнаружил одновременно с этим появление нового вида излучения. В трех последовательных сообщениях (1895—1897 гг.) Рентген дал исчерпывающее описание свойств новых лучей, которые он назвал X-лучами. Эти лучи возникают одновременно с появлением катодного пучка. После приложения постоянного высокого напряжения к электродам они проходят сквозь непрозрачные предметы (бумагу, картон), действуют на фотографическую пластинку, ионизируют воздух, некоторые минералы светятся под действием этих лучей (явление флуоресценции). Рентген показал отсутствие отражения новых лучей от поверхности, открыл законы поглощения лучей и связь поглощения с плотностью тел, дал оценку проникающей способности лучей по поглощению их в телах, введя термины "жесткое" и "мягкое" излучение. Он создал источник излучения — трубку, которая в принципе сохранилась до нашего времени.

Рентген опубликовал снимки кисти руки и охотничьего ружья. Это послужило основанием для весьма успешного применения рентгеновских лучей в медицине сразу после открытия их и развития

промышленности по созданию рентгеновских аппаратов, трубок и прочего медицинского оборудования. Промышленное применение рентгеновских лучей началась лишь в двадцатых годах XIX столетия на базе медицинского оборудования.

Первое сообщение Рентгена об открытых им новых лучах было сделано 28 декабря 1895 года в "Известиях Вюрцбургского физико-медицинского общества". В январе 1896 года преподаватель Минного офицерского класса Александр Степанович Попов (изобретатель радио) совместно с С.С. Колотовым изготовил трубку Крукса (рис. I) и получил в ней X-лучи. Установлено, что в период 1896 - 1897гг. Поповым было изготовлено около четырех трубок Крукса. В кронштадтской газете "Котлин" в номере от 6 февраля 1896 года сообщалось о последних опытах, произведенных А.С. Поповым с помощью

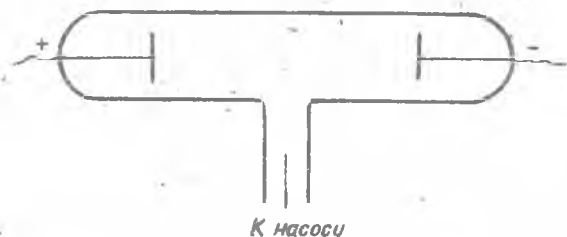


Рис. I. Трубка Крукса, прототип рентгеновской трубки

лучей Рентгена. Фотографическая пластинка была заключена в двойном конверте из плотной черной бумаги, на которой расположили циркули в футляре, ключи, медали, проводники, изолированные бумагой и гуттаперчей. Источником напряжения служила слабая румкорфова спираль. После 40-минутной выдержки получились прекрасные снимки

28 февраля 1896 года газета "Кронштадтский вестник" сообщала об опытах А.С. Попова с лучами Рентгена. Здесь уже отмечалась экспозиция при получении снимков в 12 минут. Как видим, общественность Кронштадта проявляла весьма большой интерес к работам А.С. Попова. Главным врачом Кронштадтского морского госпиталя В.И. Исеевым при активном участии А.С. Попова создается первый на флоте рентгеновский кабинет. Затем такие кабинеты появляются на кораблях русского военно-морского флота. В условиях морского боя при Цусиме на крейсере "Аврора" старшим врачом В.С. Кравченко было исследовано рентгеновскими лучами 40 раненых. Таким образом, в России широкую внедрению рентгеновских лучей в медицинскую диагностику

опосредствовала активная деятельность русского ученого А.С. Попова.

В знак уважения к ученому, сделавшему очень важное открытие в науке, ныне  $X$  - лучи называются рентгеновскими лучами. Только в Англии, США и Франции их до сих пор называют  $X$  - лучами.

Открытие Рентгена послужило стимулом для развития научных исследований, посвященных изучению природы новых лучей. К сожалению, все попытки по измерению длины волны обычно оканчивались неудачами. Экспериментальное доказательство электромагнитной природы нового излучения не удавалось из-за отсутствия соответствующей дифракционной решетки.

Ч. Баркла и Ч. Садлер (1909 г.), изучая интенсивность рентгеновского излучения от разных материалов анода в зависимости от приложенного напряжения к трубке, установили появление дополнительного излучения при достижении критического значения напряжения  $V_{кр}$ , характерного для каждого элемента. Это был лишь качественный эксперимент. Однако эти опыты можно считать первым доказательством существования в рентгеновском излучении двух видов спектра - сплошного и характеристического.

Немецкий физик Макс фон Лауэ в 1912 году сделал смелое предположение: если рентгеновские лучи электромагнитной природы, то для явления интерференции необходимо подобрать дифракционную решетку с периодом одного порядка с длиной волны. Такой решеткой может быть кристалл, который следует рассматривать как дифракционную решетку трех измерений. Лауэ решил задачу о дифракции электромагнитных лучей в дифракционной решетке трех измерений для кристалла триклинной сингонии, т.е. для самого общего случая.

Выводы теории Лауэ были подтверждены опытами Кинппинга и Фридриха. В следующем, 1913 году, английские физики У. Брэгг и У. Брэгг (отец и сын) и независимо от них русский кристаллограф И.В. Вульф (в том же году) экспериментально получили дифракцию рентгеновских лучей от кристаллографических плоскостей на монокристаллах кубической системы.

На основании этих работ положение рентгеновских лучей и длины волн в общем электромагнитном спектре оказались следующими:

Радиоволны	30 км - 0,3 мм
Инфракрасное излучение	0,3 мм - 7500 Å
Видимое излучение	7500 - 4000 Å
Ультрафиолетовое излучение	4000 - 200 Å

Рентгеновское излучение  $100 - 10^{-4} \text{ \AA}$   
Гамма - излучения  $0,25 - 0,005 \text{ \AA}$   
 $1 \text{ \AA} = 10^{-8} \text{ см} = 10^{-4} \text{ мк.}$

После работ Лауэ, Брэггов и Вульфа возник рентгеновский структурный анализ. Но исследовалась структура только крупных кристаллов по методу, получившему название "Метод Лауэ". Применение этого метода в кристаллографии позволило ввести в характеристику кристаллов вместо относительного параметра - отношение осей - абсолютное значение величины осей кристалла.

В 1917 году немецкими физиками Дебаем и Шеррером и, независимо от них, американским физиком Гуллем был создан метод исследования мелкокристаллического агрегата, каким являются все металлы и их сплавы. С этого времени начинается интенсивное развитие теории метода, получившего название "Метод Дебая"; в настоящее время многие вопросы теории металлов и сплавов развиты на основе изучения структуры металлов рентгеновскими методами.

Таким образом, после работы Лауэ (1912 г.) отчетливо наметились следующие научные направления: спектроскопия рентгеновских лучей и структурный анализ кристаллов при помощи рентгеновских лучей. Теперь это два больших самостоятельных научных направления. Второе направление, в свою очередь, с течением времени разделилось на две ветви - изучение структуры кристаллов, которое взято на вооружение кристаллографами и является неотъемлемой частью кристаллографии, и изучение структуры металлов и сплавов, что является неотъемлемой частью современного металловедения.

## Глава I

### ЭЛЕМЕНТЫ ФИЗИКИ РЕНТГЕНОВСКИХ ЛУЧЕЙ

#### А. СПЛОШНОЙ СПЕКТР

##### §1. Условия получения рентгеновских лучей

Современные источники рентгеновских лучей - рентгеновские трубки - отличаются от первых трубок, главным образом, конструктивными изменениями при сохранении следующих основных принципов получения лучей:

- получения электронов (горячий катод);
- ускорения электронов до заданных скоростей (источник постоянного высокого напряжения);
- условий для свободного движения электронов (вакуум);
- торможения электронов (анод).

На рис.2 приведена схема современной рентгеновской трубки. Все её части заключены в стеклянную или металлическую колбу, в которой создан высокий вакуум - меньше ( $10^{-6} + 10^{-7}$  мм рт.ст.).

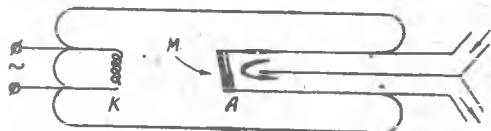


Рис.2. Схема современной рентгеновской трубки

В колбу впаяны электроды катод (К) и анод (А). Катод представляет собой особой формы спираль, сделанную из вольфрамовой проволоки. Для испускания электронов она нагревается до  $T=2400-3000^{\circ}\text{C}$  от специального источника тока низкого напряжения (10-14 в). Этот ток подводится через два проводника, впаянные в колбу. Анод представляет собой палочку цилиндра, в наружную часть дна которого вставлен диск из чистого металла М, являющийся источником рентгеновских лучей. для отвода тепла, выделяющегося на этом диске во время работы трубки, предусмотрено охлаждение внутренней поверхности дна цилиндра проточной водой. Кроме того, весьма важную роль в теплоотводе играет контакт между дном медного цилиндра и вставленным диском из чистого металла.



Трубки запаянные называются техническими и применяются в технике, медицине, научно-исследовательских учреждениях. Бывают рентгеновские трубки разборные, работающие на насосах. Такие трубки применяются только в научно-исследовательских учреждениях и требуют более высокой квалификации обслуживающего персонала, чем при эксплуатации технических трубок.

В медицине различают трубки для диагностики (напряжение до 80-100кв) и для терапии (напряжений от 100 до 250 кв). В технике применяются трубки для структурного анализа (напряжения до 60-80 кв) и для просвечивания (напряжения до 250 кв!).

Для накала катода применяется напряжение 5-12 в от понижающего регулируемого трансформатора. Для ускорения электронов, вылетевших из катода, применяются специальные устройства, состоящие из высоковольтного трансформатора, повышающего напряжение с 220 в до 120 кв и выше, выпрямительной схемы с кенотронами, дающими высокое постоянное напряжение, прикладываемое к рентгеновской трубке, и регулировочного приспособления. Последнее необходимо для плавного регулирования напряжения и силы тока в трубке.

Механизм возникновения рентгеновских лучей можно представить схематически следующим образом. Электроны, испускаемые накалившимся катодом, ускоряются электрическим полем, созданным между катодом и анодом, и двигаются от катода к аноду. Пройдя этот путь без столкновений, электроны приобретают запас потенциальной энергии  $eV$ , который переходит в кинетическую энергию движения электрона  $\frac{mv^2}{2}$ . Таким образом мы можем подсчитать скорость электрона при ударе его о поверхность анода из уравнения  $eV = \frac{mv^2}{2}$ . Движущийся электрон достигает поверхности анода и, ударяясь, отдает ему свою кинетическую энергию, которая превращается в тепло. Опытами установлено, что ударяющиеся электроны могут нагревать поверхность анода до температур плавления. На этом принципе в настоящее время созданы промышленные печи плавления металлов в вакууме при помощи электронного пучка (электронно-лучевая плавка). Экспериментально установлена следующая допустимая удельная тепловая нагрузка на анод:

$$q = 260 \text{ вт/мм}^2\text{сек,}$$

при которой не происходит оплавления поверхности анода.

Движущийся электрический заряд эквивалентен электрическому току, вокруг которого всегда возникает магнитное поле. Полная энергия

движущегося электрона состоит из кинетической и электромагнитной энергии. При внезапном торможении движущегося электрона кинетическая энергия превращается в тепловую, а электромагнитная переходит в квант лучистой энергии в соответствии с законом сохранения энергии. Таким образом, поток электронов при торможении дает начало образованию потока квантов рентгеновского излучения. Из приведенных рассуждений следует, что природа рентгеновских лучей квантовая.

Экспериментально установлена связь между скоростью движения электрона и величиной кванта лучистой энергии в виде простого соотношения

$$eV = h\nu, \quad (I.1)$$

где  $e$  - заряд электрона,  $e = 4,803 \times 10^{-10}$  стгсэ;  
 $V$  - разность потенциалов, приложенная к трубке;  
 $h$  - постоянная Планка,  $h = 6,626 \times 10^{-27}$  эрг сек.  
 $\nu$  - частота рентгеновского излучения.

Если учесть связь между скоростью света, длиной волны и частотой  $\nu = \frac{c}{\lambda}$ , то из уравнения (I.1) можно получить  $\lambda = \frac{hc}{eV}$ .

После подстановки численных значений констант, входящих в эту формулу, мы получим

$$\lambda = \frac{12,34}{V} \text{ \AA}. \quad (I.2)$$

Здесь разность потенциалов  $V$  выражена в киловольтах и значение длины волны получается в ангстремах. Эта формула получила хорошее экспериментальное подтверждение для широкого диапазона длины волн в спектре, излучаемых рентгеновской трубкой при заданном  $V$ .

Приведенная формула справедлива для электронов, прошедших без столкновений путь от катода до анода.

Для всех целей технического применения рентгеновских лучей необходимо иметь точечный источник, для чего необходимо сфокусировать пучок электронов, вылетающих из катода, на малую площадь анода. Это легко осуществляется следующим образом. Представим себе катод в форме полусферы, обращенной к аноду вогнутостью. Если наложить электрические потенциалы на катод и анод и создать электрическое поле около них, то получим схему, изображенную на рис.3. Вблизи анода и катода эквипотенциальные поверхности (линии одинакового потенциала) будут воспроизводить форму электродов. По мере удаления от катода форма эквипотенциальных поверхностей меняется

и приближается к системе параллельных плоскостей. Известно, что линиями тока, т.е. траекториями движущихся электрических зарядов в любом электрическом поле будут линии, перпендикулярные к эквипотенциальным поверхностям. Так мы можем построить пути движения электронов и обеспечить необходимую степень фокусировки электронов на аноде.

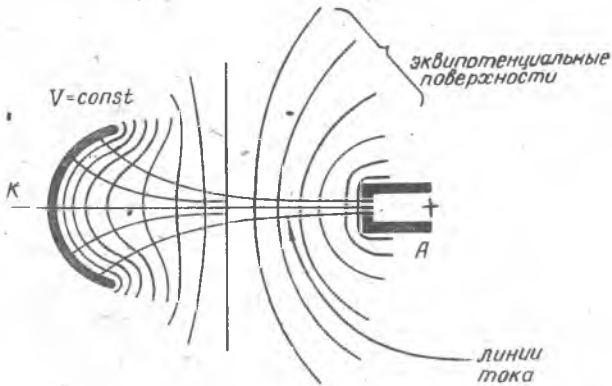


Рис.3. Схема фокусировки электронного пучка в рентгеновской трубке

Однако, следует учитывать, что чрезмерная концентрация электронов на маленькой площади анода обусловит большую удельную тепловую нагрузку на анод и расплавление его поверхности.

Теоретически было показано, что электроны при ударе о поверхность анода могут проникать вглубь металла. Величина максимального проникновения  $d_{max}$  электронов вглубь анода определяется формулой

$$d_{max} \approx 26 \cdot 10^{-3} \cdot \frac{V_a^2}{\rho} \text{ см.} \quad (1.3)$$

где  $V_a$  - приложенное к аноду напряжение;  
 $\rho$  - плотность материала анода.

Вычисленная по формуле (1.3) величина проникновения электронов вглубь анода, составляет величину, равную приблизительно нескольким микронам. В табл.1 приведены значения  $d_{max}$  для разных металлов при напряжении в трубке 50 квт.

Таблица I

Элемент	Tl	Cg	Fe	Co	Ni	Mo	Ag	W
$d_{max}$ мкм	14,4	9,2	8,2	7,6	7,3	6,5	6,2	3,4

Современные рентгеновские трубки строятся так, чтобы обеспечить наиболее безопасные условия работы с ней: устранить опасность касания с высоковольтной проводкой и облучения рентгеновскими лучами. Первое достигается конструкцией рентгеновской аппаратуры: на закрытом со всех сторон столе устанавливается рентгеновская трубка анодом вверх, который заземляется и соединяется с водопроводом для охлаждения. К катоду, расположенному ниже уровня стола, подводится высокое напряжение. Под стол устанавливается высоковольтная установка с выпрямителем и со всех сторон закрывается щитами, ограждающими обслуживающий персонал от высокого напряжения. Второе достигается помещением рентгеновской трубки в специальный защитный цилиндр, в котором сделано два или четыре отверстия диаметром около 5 мм для выпуска рентгеновских лучей. Эти отверстия снабжаются специальными заслонками, чтобы свободное окно не излучало лучи в помещение.

Очень важную роль в конструкции рентгеновских трубок играет водяное охлаждение внутренней части анода (рис.4).

Обычно материалом для стакана служит чистая медь. Молибденовый и вольфрамовый аноды делаются путем прессования дисков из этих металлов в нижнюю часть медного цилиндра. Наибольшую трудность в технологии изготовления таких анодов представляет создание очень хорошего теплого контакта между медью и прессованным металлом.

Вместо прессования можно применять электрическое осаждение слоя металла. Тогда толщина этого слоя должна быть не меньше глубины проникновения электронов вглубь материала анода в соответствии формулой (1,3).

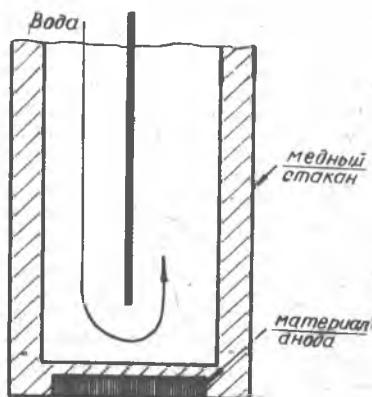


Рис.4. Схема охлаждения анода рентгеновской трубки

## § 2. Закономерности в сплошном спектре

Когда были построены рентгеновские спектрографы, оказалось возможным исследовать спектральный состав излучения, возникающего в рентгеновской трубке. Разложение рентгеновского пучка в спектр на спектрографе является экспериментальным подтверждением электромагнитной природы рентгеновских лучей. Таким образом рентгеновские лучи обладают двойственной природой.

Если бы электроны в рентгеновской трубке двигались от катода до анода без столкновений с молекулами газа, то следовало ожидать появления монохроматического излучения с одной длиной волны  $\lambda$ . Однако экспериментально было показано, что существует спектр, т.е. набор длин волн от  $\lambda_{min}$  до  $\lambda_{\infty}$ . Это, видимо, является следствием столкновения с молекулами газа электронов при движении от катода к аноду и скоростью их торможения в материале анода.

Первые работы в этой области были выполнены Бенкенем. Он исследовал распределение интенсивности рентгеновских лучей в спектре в зависимости от приложенного на трубку напряжения, силы тока и материала анода. Результаты его исследований удобнее всего представить в виде графиков.

На рис.5 показано распределение интенсивности рентгеновского излучения  $E_{\lambda}$  при постоянных напряжении на трубке  $V$ , и материале анода  $Z$ , но при разных силах тока в ней  $i$ . Во-первых, спектр начинается от определенной минимальной длины волны,  $\lambda_{min}$  и интенсивность резко повышается: по достижении максимума происходит плавный спад с асимптотическим приближением кривой к оси абсцисс. Во-вторых, при увеличении силы тока  $i$ , т.е. числа электронов, испускаемых катодом, кривая начинается из одного места, но идет тем выше, чем больше сила тока; характер кривой сохраняется.

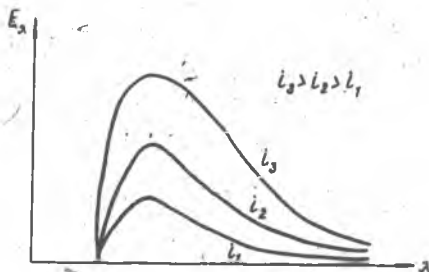


Рис.5. Распределение интенсивности в сплошном спектре при разных значениях силы тока (но при постоянных напряжениях) и материале анода

Полная энергия излучения будет равна площади, ограниченной кривой и осью абсцисс. Такая интенсивность называется интегральной и обозначается буквой  $\bar{E}$ . Путем планиметрирования кривых, полученных при разных напряжениях, установлено следующее соотношение:

при  $V = const, z = const$   $E = a i,$  (I.4)

то есть интегральная интенсивность при постоянном напряжении  $V$ , приложенном к трубке, пропорциональна силе тока  $i$  или количеству электронов. Здесь  $a$  - коэффициент пропорциональности.

На рис.6 построена зависимость интенсивности излучения  $E_\lambda$  от

длины волны  $\lambda$  при постоянных силе тока  $i$  и материале анода  $Z$ , но при разных напряжениях  $V$ , приложенных к трубке. Характер распределения остается тем же, лишь при повышении напряжения начало спектра и максимум кривых смещаются в сторону коротких длин волн. Для значения минимальной длины волны в спектре очень хорошо выполняется уравнение (I.2)

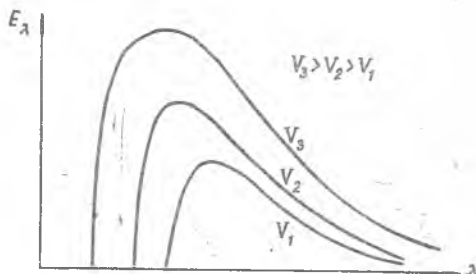


Рис.6. Распределение интенсивности в сплошном спектре при разных значениях напряжения на трубке и постоянных силе тока и материале анода

$$\lambda_{min} = \frac{12.34}{V} A.$$

Экспериментально установлено, что длина волны, соответствующая максимуму интенсивности в спектре  $\lambda_{max}$ , приблизительно в 1,5 раза больше минимальной длины волны в спектре  $\lambda_{min}$ , т.е.

$$\lambda_{max} \approx 1,5 \lambda_{min}.$$

Интегральная интенсивность  $E$  оказывается пропорциональной квадрату приложенного напряжения  $V$  :

при  $i = const, z = const$   $E = b V^2$  (I.5)

где  $b$  - коэффициент пропорциональности.

На рис.7 показано распределение энергии в спектре при постоянном напряжении  $V$  и силе тока  $i$ , но при разных материалах анода. Характер распределения остается тем же; все кривые начинаются из одного места, лишь ход их тем выше, чем больше атомный номер элемента  $Z$ . Такие кривые были получены для анодов из алюминия, меди, олова, платины. Интегральные интенсивности оказались пропорциональными атомному номеру материала анода:

при  $i = const$  и  $V = const$   $E = c Z$  (I.6)

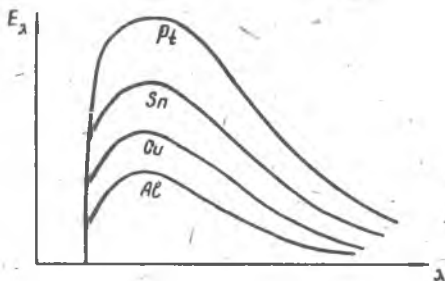


Рис.7. Распределение интенсивности в сплошном спектре при разных материалах анода и постоянной силе тока и напряжении

Если объединить все три установленные закономерности для интегральной интенсивности, можно сделать вывод, что интегральная интенсивность пропорциональна квадрату приложенного напряжения  $V$ , силе тока  $i$  и порядковому номеру материала анода  $Z$  :

$$E = AV^2 i Z, \quad (I.7)$$

где  $A$  - коэффициент пропорциональности.

Коэффициентом полезного действия рентгеновской трубки называется отношение

$$\eta = \frac{\text{испускаемая энергия рентгеновских лучей}}{\text{затраченная энергия на создание рентгеновских лучей}}$$

Подсчитав оба вида энергии и подставив их в это соотношение, получим

$$\eta = \frac{AZV^2 i Z}{i V} = AZV. \quad (I.8)$$

Из уравнения видно, что к.п.д. трубки зависит от атомного номера материала анода  $Z$  и приложенного на трубку напряжения  $V$ . Согласно последним измерениям, значение константы  $A$  находится в пределах

$$A = 1 \cdot 10^{-9} \div 1,5 \cdot 10^{-9}$$

если  $V$  выражено в вольтах. При напряжении 20 000в  $\eta = 0,15\%$ , а при напряжении 1 000 000в  $\eta = 7,5\%$ . Следовательно, можно сказать, что к.п.д. рентгеновской трубки весьма низок (такой низкий к.п.д. имеется только у электрической лампы). Из уравнения (I.8) следует, что к.п.д. растет с увеличением атомного номера материала анода  $Z$  и напряжения на трубке  $V$ . Для просвечивания в технике и медицине применяются трубки с вольфрамовым анодом ( $Z = 74$ ). Для структурного анализа применяются рентгеновские трубки с анодами из железа, никеля, меди, кобальта, титана, серебра, молибдена, хрома. В этих условиях  $\eta$  для рентгеновских трубок оказывается очень низким.

### § 3. Поглощение рентгеновских лучей

При прохождении рентгеновского луча длиной волны  $\lambda$  через материал толщиной  $dx$  (рис.8) потеря интенсивности будет пропорциональна

$$-dJ = \mu J dx,$$

где  $\mu$  - коэффициент пропорциональности. Отсюда  $-\frac{dJ}{J} = \mu dx$ .

Интегрирование этого уравнения производится в пределах от  $J_0$  до  $J$  и по  $x$  от 0 до  $\delta$ . После интегрирования получим

$$-\int_{J_0}^J \frac{dJ}{J} = \mu \int_0^\delta dx \quad \text{или} \quad \ln \frac{J}{J_0} = -\mu \delta.$$

Переходя от логарифма к экспоненциальной функции, получим

$$J = J_0 e^{-\mu \delta} \quad (I.9)$$

Это обычное выражение для поглощения. Коэффициент  $\mu$  называется коэффициентом ослабления. Для рентгеновских лучей, как показало изучение явления поглощения, он состоит из двух слагаемых:

$$\mu = \sigma + \tau, \quad (I.10)$$

где  $\sigma$  - коэффициент рассеяния и  $\tau$  - коэффициент поглощения.

Оказалось очень удобным ввести так называемые массовые коэффициенты, получаемые из условия (I.10) путем деления обеих частей равенства на плотность вещества  $\rho$ :

$$\frac{\mu}{\rho} = \frac{\sigma}{\rho} + \frac{\tau}{\rho}. \quad (I.11)$$

Глокер предложил для массового коэффициента поглощения следующую эмпирическую зависимость:

$$\frac{\tau}{\rho} = c \lambda^3 Z^3, \quad (I.12)$$

где  $c$  - универсальная постоянная,  $\lambda$  - длина волны,  $Z$  - атомный номер материала фильтра. Это приближенное уравнение очень удобно в практике. Если исследуемый материал состоит из механической смеси разных элементов или является химическим соединением, то для массового коэффициента поглощения можно вывести формулу

$$\frac{\tau}{\rho} = \sum_i \left( \frac{\tau}{\rho} \right)_i \beta_i, \quad (I.13)$$

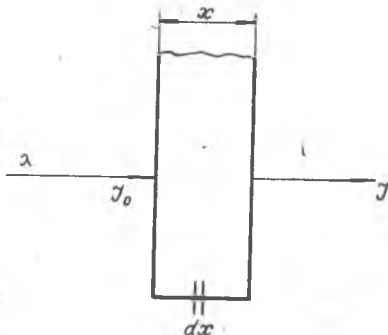


Рис.8. Схема к выводу закона поглощения рентгеновских лучей



где  $\beta_i$  - процентное содержание  $i$ -го элемента с коэффициентом поглощения  $(\frac{\tau}{\rho})_i$ . Эта формула применима и для сплавов.

Для массового коэффициента рассеяния характерно то, что он почти одинаков для всех элементов с  $Z \geq 20$  и не зависит от длины волны. Он равен  $\frac{\sigma}{\rho} = 0,2$  и значительно меньше первого члена в равенстве (I.II). Это дает основание в практических расчетах пользоваться только слагаемым  $\frac{\tau}{\rho}$ .

Экспериментально установленная зависимость  $\frac{\tau}{\rho}$  (рис.9) при определенной величине  $\lambda$  претерпевает разрыв непрерывности. Длина волны, при которой наблюдается скачок в ходе коэффициента поглощения, называется критической  $\lambda_{кр}$ . С уменьшением длины волны  $\frac{\tau}{\rho}$  также уменьшается; при достижении  $\lambda_{кр}$  массовый коэффициент поглощения скачкообразно увеличивается и снова уменьшается по мере приближения к началу координат.

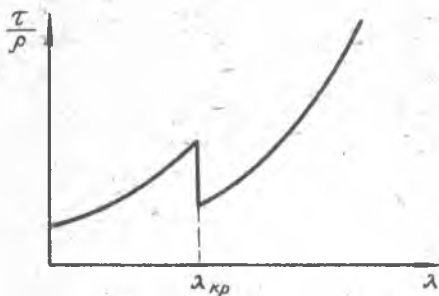


Рис.9. Зависимость массового коэффициента поглощения от длины волны

называть "границей поглощения  $K$ ", а тройной - "границей поглощения  $L_I, L_{II}, L_{III}$ ".

Положение скачка поглощения однозначно связано с атомным номером элемента, в котором наблюдается поглощение рентгеновских лучей. Каждому элементу с номером  $Z$  соответствует определенное значение  $\lambda_{кр}$ .

Рассмотрим взаимодействие рентгеновских лучей с материалом, характеризуемым массовым коэффициентом поглощения  $\frac{\tau}{\rho}$ . Возьмем

Значение константы  $C$ , в уравнении (I.I2) для обеих ветвей кривой получено таким:

$$C = 2,29 \cdot 10^{-2} \text{ для } \lambda \text{ от } 0 \text{ до } \lambda_{кр}$$

$$C = 0,33 \cdot 10^{-2} \text{ для } \lambda \text{ от } \lambda_{кр} \text{ до } \infty$$

Если провести исследование хода кривой  $\frac{\tau}{\rho} = f(\lambda)$  в области длинных волн  $\lambda$ , можно заметить там три скачка поглощения. Одинарный скачок принято

пучок лучей, имеющий распределение по длинам волн, представленное на рис.10,а. Допустим, что выбранный материал характеризуется изменением массового коэффициента поглощения, приведенным на рис.10,б. Если произвести расчеты интенсивности для каждой длины волны сплошного спектра (рис.10,а) по формуле (I.9), то получим распределение интенсивности, изображенное на рис.10,в. Итак, взаимодействие рентгеновских лучей с материей выражается в сильном изменении сплошного спектра: почти полностью поглощается длинноволновая часть спектра и ослабляется коротковолновая. Максимум интенсивности рентгеновских лучей в новом распределении смещается в сторону коротковолновой части спектра.

Это свойство рентгеновских лучей при взаимодействии с материей используется для повышения однородности рентгеновского излучения и приближения его к монохроматическому излучению. Из приведенного примера видно, что коротковолновая часть сплошного спектра обладает более высокой проникающей способностью по сравнению с длинноволновой. Согласно Рентгену, принята чисто качественная характеристика проникающей способности рентгеновских лучей: коротковолновая часть спектра называется жесткими лучами, а длинноволновая - мягкими лучами.

Покажем на примере, как вычисляется ослабление лучей по формуле (I.9). В справочных таблицах приводятся значения массового коэффициента поглощения  $\frac{\tau}{\rho}$ . Это значение умножается на плотность материала

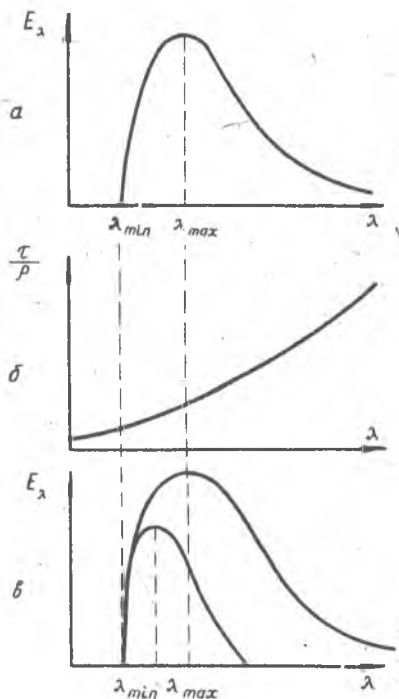


Рис.10. Взаимодействие рентгеновских лучей с материей

$\rho$ , выраженную в  $\text{г/см}^3$ . Толщина фильтра всегда берется в сантиметрах. Тогда показатель в формуле (1.9) примет вид  $\frac{\tau}{\rho} \rho \delta$ . Теперь вычислим значение  $J/J_0$  для трех длин волн 0,210, 0,710 и 1,934 Å после прохождения железного фильтра ( $\rho = 7,87 \text{ г/см}^3$ ) толщиной  $\delta$  соответственно 1,10, 100 мк (или  $10^{-4}$ ,  $10^{-3}$  и  $10^{-2}$  см). Все вычисления представлены в табл.2.

Таблица 2

Длина волны	$\frac{\tau}{\rho}$	$\frac{\tau}{\rho} \rho$	$\frac{\tau}{\rho} \rho \delta$			$J/J_0$		
			$\delta = 1 \text{ мкм}$	$10 \text{ мкм}$	$100 \text{ мкм}$	$\delta = 1 \text{ мкм}$	$10 \text{ мкм}$	$100 \text{ мкм}$
0,210	1,40	11,0	0,0011	0,011	0,11	1,0	0,99	0,90
0,710	38	299	0,0299	0,299	2,99	0,97	0,74	0,05
1,934	71	558	0,0558	0,558	5,58	0,95	0,57	0,004

Из таблицы видно, что с возрастанием толщины фильтра  $\delta$  и длины волн  $\lambda$  лучи сильно ослабляются.

#### § 4. Просвечивание металлов

Еще Рентген показал, что открытое им излучение можно использовать для просвечивания непрозрачных предметов для определения внутреннего строения. В первую очередь к таким объектам относились человеческое тело и охотничье ружье. В настоящее время в медицине без просвечивания человека рентгеновскими лучами не ставится ни одного серьезного диагноза. Особенно широко пользуются этим методом хирурги и, в частности, травматологи при определении характера перелома костей и попадания инородных тел.

В технике просвечивание металлических изделий (без разрушения их) применяется для обнаружения внутренних макродефектов. В настоящее время физики разработали ряд других методов обнаружения внутренних макродефектов: магнитный, ультразвуковой, электромагнитный с применением токов высокой частоты. Принято все указанные методы обобщить названием "дефектоскопия". Поэтому просвечивание металлов называют "рентгеновская дефектоскопия". Сюда же входит дефектоскопия с применением гамма-излучений искусственных радиоактивных элементов (кобальта-60, тория).

В технике и медицине обнаружение внутреннего макростроения тела или предмета основано на разнице в толщинах или в коэффициентах поглощения отдельных компонентов тела или предмета. В качестве ин-

дикатора, регистрирующего различие в интенсивности рентгеновских лучей, прошедших через среду с разными коэффициентами поглощения, применяются фотографическая пластинка или пленка и просвечивающий экран (его устройство будет описано ниже).

Макродефектами в металле считаются легко обнаруживаемые невооруженным глазом дефекты: раковины, трещины, неметаллические включения крупных размеров, усадочная рыхлость, инородные тела.

На рис. 11 представлен образец с плоскопараллельными сторонами,

перпендикулярно к которым направлен пучок рентгеновских лучей интенсивностью  $J_0$ . Толщина образца  $D$  и размер внутреннего дефекта (раковины) — по ходу луча  $\delta$ . Рассмотрим интенсивность двух лучей, прошедших образец в местах без дефекта

$J_A$  и с дефектом  $J_B$ . Согласно формуле (I.9),

$$J_A = J_0 e^{-\frac{\tau}{\rho} \rho D}, \quad J_B = J_0 e^{-\frac{\tau}{\rho} \rho (D - \delta)}$$

Так как луч  $B$  проходит меньшую толщину металла, то он будет интенсивнее луча  $A$ :  $J_A < J_B$ , следовательно, и действие на фотографическую пленку луча  $B$  больше луча  $A$ . Поэтому на фотографической пленке получится большее почернение в том месте, где имеется раковина. Разность почернений на пленке оценивают по контрастности, которая является отношением почернения двух участков. Предполагая, что между интенсивностью рентгеновского луча  $J$  и почернением  $S$  на фотографической пленке существует линейная зависимость, можно написать выражение для контрастности

$$K = \frac{S_B}{S_A} = \frac{J_B}{J_A} = e^{\frac{\tau}{\rho} \rho \delta} \quad (I.14)$$

Для анализа этой формулы, подставив вместо  $\frac{\tau}{\rho}$  его значение, согласно формуле (I.12), получим

$$K = e^{c \lambda^3 z^3 \delta \rho} \quad (I.15)$$

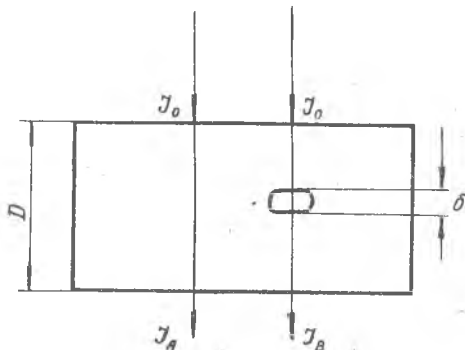


Рис. 11. Принцип метода просвечивания металлов для обнаружения внутренних дефектов (рентгеновская дефектоскопия)

Видно, что контрастность пропорциональна длине волны, которая изменяется при просвечивании, атомному номеру просвечиваемого образца и размеру дефекта  $\delta$ . Здесь мы встречаемся с противоречием. Для увеличения контрастности следует применять при просвечивании длинноволновое излучение, но оно сильно поглощается в материале, что вызывает неизбежное увеличение экспозиции. Поэтому на практике применяют коротковолновое излучение, обладающее наибольшей проницательной способностью, и довольствуются той контрастностью, которая получается. Эта формула служит для определения наименьшего по размерам дефекта  $\delta$ , который может быть обнаружен при данных условиях эксперимента.

На рис.12 построен спектр трубки при напряжении 200 кв. При прохождении таким пучком алюминиевого образца толщиной 1 мм происходит фильтрация длинноволновой части спектра и чем толще образец, тем больше отфильтровывается мягких лучей. Следует обратить внимание на смещение максимума кривых в сторону коротких длин волн с возрастанием толщины фильтра. Если в качестве фильтра взять железо, то характер явления сохранится. Однако поглощение длинноволновой части спектра будет происходить более интенсивно.

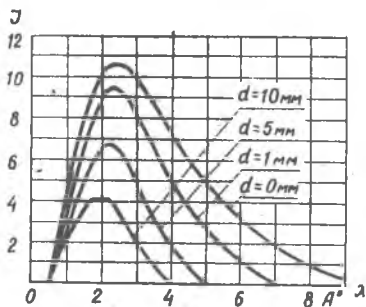


Рис.12. Изменение спектрального состава сплошного спектра рентгеновской трубки при напряжении 200 кв после прохождения фильтров разной толщины (цифры у кривых — толщина алюминиевого фильтра в мм)

Рассмотренное явление можно назвать гомогенизацией неоднородного излучения. Чем толще просвечиваемый образец, тем более однородным будет пучок рентгеновских лучей, который дойдет до пленки и вызовет на ней почернение. Поэтому расчеты экспозиции и поглощения надо вести по отношению к самой короткой длине волны в спектре  $\lambda_{min}$ . Последняя определяется уравнением (1.2) по величине приложенного напряжения на трубку.

В справочной литературе по просвечиванию металлов рентгеновскими лучами приводятся все необходимые данные для выбора условий съёмки разных материалов.

Техника просвечивания заключается в укладке образца на кассету с пленкой, выборе расстояния от фокуса рентгеновской трубки до пленки, выборе экспозиции и в фотографической обработке пленки.

На рис.13 показана схема просвечивания. Рентгеновская трубка  $P$  помещается в цилиндре из защитного материала, в котором имеется отверстие, выпускающее лучок лучей определенного сечения.

Под трубкой на столе укладывается просвечиваемый образец  $O$ , под которым находится кассета с пленкой  $П$ . Для уничтожения влияния на пленку рассеянного излучения, неизбежно сопутствующего первичному пучку, образец с кассетой помещается в свинцовую коробку  $C$ , последняя предохраняет пленку от рассеянного излучения снизу. Затем образец сверху и с боков также закрывается

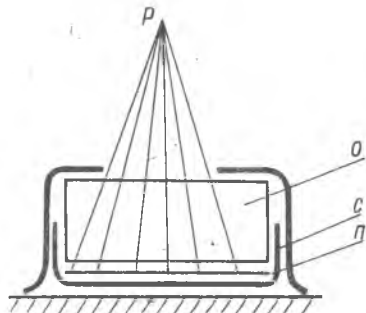


Рис.13. Схема просвечивания металлов

свинцовыми листами для защиты от рассеянного излучения с боков и частично сверху. Остается рассеянное излучение, возникающее в самом образце; падая на пленку, оно создает равномерное почернение пленки - вуаль, - которая скрывает многие детали снимка с малой величиной контрастности  $K$  (например, обусловленные мелкими дефектами). Для улучшения качества снимков необходимо устранить рассеянное излучение. Это осуществляется следующим образом. Между образцом  $O$  и пленкой  $П$  помещается специальная бленда  $B$ . Делается она из листового свинца толщиной около 1 мм. Полоски свинца устанавливаются в двух взаимно перпендикулярных направлениях на равном расстоянии друг от друга, образуя квадратные ячейки и с таким наклоном, чтобы проходящие от анода лучи  $P$  были параллельны их поверхности. Рассеянные лучи, не параллельные первичным, будут падать на стенки ячеек и поглотятся в свинце (чем меньше

сторона ячейки, тем большее количество рассеянных лучей поглощается стенками ячеек). От неподвижной бленды на снимке останется след в виде сетки. Для устранения этого достаточно бленду вращать вокруг вертикальной оси.

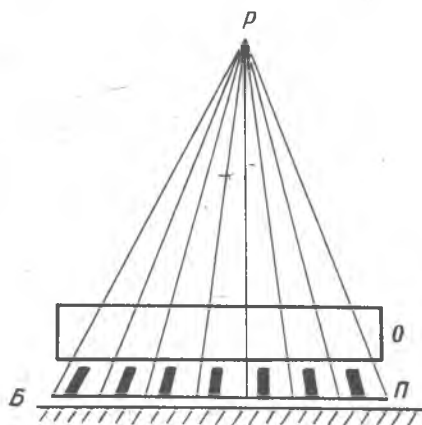


Рис.14. Схема уменьшения влияния рассеянных лучей на качество фотографического изображения

площади поперечного сечения свинцовых пластинок.

При расшифровке снимка следует руководствоваться тем, что он представляет собой проекцию всех дефектов на пленку, поэтому координаты в плоскости пленки определить нетрудно. Остается найти третью координату дефекта по направлению луча: для этого делают два снимка на одну пленку, но со смещением трубки в плоскости пленки на заданную величину. Рис.15 поясняет этот прием.  $F_1$  и  $F_2$  - положения фокуса рентгеновской трубки при двух съемках;  $P_1$  и  $P_2$  - почернения на пленке, обусловленные дефектом  $O$ .  $D$  - расстояние фокуса трубки от пленки и  $x$  - расстояние от нижней стороны образца до пленки. Из двух подобных треугольников  $F_1OF_2$  и  $P_1OP_2$  следует условие: если перемещение трубки на величину  $b$  соответствует расстоянию  $a$  между двумя изображениями дефекта, то

$$\frac{b}{a} = \frac{D-x}{x}$$

откуда для  $x$  получаем выражение

$$x = \frac{aD}{a+b}$$

Другое претворение этой же идеи заключается в том, что бленда представляет собой свинцовую полоску, свернутую по спирали Архимеда, но с переменным углом наклона. Так как свинец очень пластичен, то для сохранения формы свинцовая полоска заливается пластмассой с очень малым коэффициентом поглощения. Полученный диск укрепляется в легкой рамке и приводится во вращательное движение вокруг центра при помощи электромоторчика.

В обоих случаях необходимо производить увеличение экспозиции пропорционально общей

При прохождении сквозь металл рентгеновские лучи сильно ослабевают, в связи с чем время экспозиции возрастает до нескольких часов. Для сокращения времени экспозиции применяют усиливающие экраны. Под действием рентгеновских лучей ряд минералов светится видимым светом. Происходит трансформация части рентгеновских лучей в видимые. Если рентгеновскую пленку сложить вместе с таким экраном и подвергнуть действию рентгеновских лучей, то на нее будут действовать прямой пучок рентгеновских лучей и видимые фиолетовые лучи. Совместное действие этих лучей приводит к значительному сокращению экспозиции, например, в  $M$  раз. Коэффициент  $M$  называется коэффициентом усиления экрана и для разных типов экранов заключаются в пределах от 14 до 60. Есть экраны даже с коэффициентом усиления 150, 250 и 300, однако, чем он выше, тем больше теряется резкость изображения.

Для повышения эффективности усиливающих экранов рентгеновская пленка поливается эмульсией с двух сторон. Это позволяет применять два усиливающих экрана (пленка укладывается между ними). Для получения резкого изображения необходимо обеспечить очень плотный контакт между эмульсией и поверхностью экрана, для чего применяются специальные кассеты с пружинными прижимами.

Так как размер частиц фотографической эмульсии в несколько раз меньше частиц, составляющих усиливающий экран, то качество изображения на рентгеновской пленке с применением усиливающих экранов будет менее резким, чем в случае их отсутствия.

Обработка пленки после экспонирования ничем не отличается от

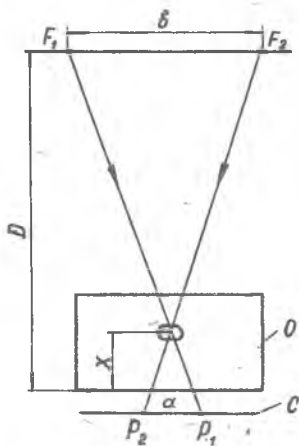


Рис.15. Схема стереоскопической съемки



обычного фотографического проявления. Необходимо помнить, что на пленке темные места отвечают или меньшей толщине просвечиваемого материала, или наличию дефекта.

Предельные толщины просвечиваемого материала в зависимости от приложенного напряжения, например железа, можно определить из графика, построенного на рис.16. По оси координат отложено напряжение

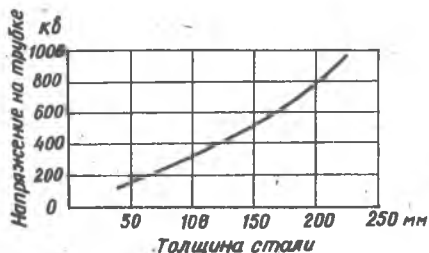


Рис.16. Предельные толщины просвечиваемого металла в зависимости от напряжения на трубке

на рентгеновской трубке в киловольтах, а по оси абсцисс — толщина стали в миллиметрах. Чувствительность метода, т.е. минимальная разность толщин, обнаруживаемая по разности почернений на пленке, заключается в пределах от 1 до 2,5%. Результаты, приведенные на рис.16, получены при съёмке на пленку с двумя усиливающими экранами при расстоянии фокуса трубки от пленки  $D = 100$  см, при экспозиции 30 ма/мин; плотность почернения на пленке была равна 0,7. Экспозиция измеряется как произведение силы тока в миллиамперах на выдержку в минутах, ибо существует закон, гласящий, что фотографическое действие на эмульсию есть произведение времени на интенсивность облучения (закон взаимозаменяемости, см. ниже стр.43).

На некоторых предприятиях просвечивание применяется как контрольная операция. В этом случае просвечивание относится к неразрушающим методам контроля, которые обладают большим преимуществом перед другими методами, сопровождающимися частичным или полным разрушением изделия.

В настоящее время в обязательном порядке просвечиванию подвергаются все сварные швы на сосудах высокого давления. При аттестации сварщиков в личном деле находятся рентгеновские снимки образцов сварных швов разных типов, по которым определяется квалификация сварщика. Отливки ответственного назначения также подвергаются просвечиванию. В зависимости от Т.У. просвечиванию подвергаются или все изделия или часть их. Поэтому при массовом контроле были предложены различные конструктивные оформления установок для массового просвечивания.

Для контроля сварных швов на сосудах высокого давления применяются передвижные рентгеновские установки, смонтированные так, что легко перемещаются при помощи обычного мостового крана. Такие установки очень компактны, имеют хорошую изоляцию от высокого напряжения и должную защиту от рентгеновского излучения. Обычно рентгеновский аппарат располагается снаружи сосуда, а пленка для регистрации, завернутая в черную светонепроницаемую бумагу, укрепляется с внутренней стороны.

Для массового контроля отливок или других изделий из легких сплавов на алюминиевой основе и небольшой толщины можно применить способ, схема которого представлена на рис.17. По транспортной ленте *Л* детали движутся по направлению стрелки. Под этой лентой

расположена рентгеновская трубка *Т*, из которой пучок лучей направляется вверх. Изображение просвечиваемой детали фиксируется на просвечивающем экране *Э*. Оператор через отверстие *О* рассматривает изображение на просвечивающем экране через зеркало *З*, которое расположено под углом  $45^\circ$  к направлению рентгеновского пучка лучей. Вся установка помещена в защитный ящик, предохраняющий обслуживающий персонал от действия рентгеновских лучей. Отверстие закрыто свинцовым стеклом. Таким образом оператор совершенно не подвергается действию прямого пучка рентгеновских лучей.

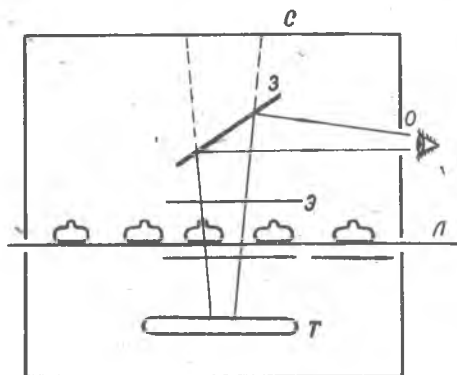


Рис.17. Схема просвечивания однородных деталей в массовом или серийном производстве

В последнее время создана более совершенная установка для просвечивания металлов. Она представляет собой обычный рентгеновский аппарат с просвечивающим на экран устройством. Изображение на просвечивающем экране рассматривается оператором в другом помещении на телевизионном экране, что полностью защищает от облучения.

Такая установка получила название интроскоп. Она предназначена для просвечивания сварных металлических швов, отливок, конструкций и пр. Промышленное производство ее под названием "Интроскоп" налажено на заводе "Актюбрентген", в г. Актюбинске.

## Б. ХАРАКТЕРИСТИЧЕСКИЙ СПЕКТР

### § 5. Систематика спектров

Как уже упоминалось, еще до открытия явления дифракции рентгеновских лучей (1912 г.), было обнаружено (1909 г.) существование двух видов излучений в рентгеновской трубке. На рис.18 показана зависимость интенсивности рентгеновского излучения от приложенного напряжения на трубке, из которой видно, что при возрастании напряжения на трубке ток ионизации в ионизационной камере, являющийся индикатором интенсивности излучения, сначала монотонно растет до определенного значения  $V_{кр}$ ; здесь происходит излом в ходе кривой и рост тока ионизации происходит значительно быстрее. Создается впечатление, что на первоначальную интенсивность, которая менялась по



Рис.18. Зависимость интегральной интенсивности от напряжения на трубке

определенному закону, с ростом напряжения на трубке наложилось дополнительное излучение также с монотонным повышением интенсивности.

Оказалось, что такие зависимости получаются для любого материала, стоящего в качестве анода рентгеновской трубки. Только величина  $V_{кр}$  является характерной для каждого материала анода. Это обстоятельство дало основание

считать, что в рентгеновской трубке происходит излучение двух видов спектров - сплошного и характеристического. Более поздние исследования (после 1912 г.) количественно подтвердили это предположение. Когда была развита рентгеновская спектроскопия - точное определение длин волн рентгеновских лучей, - то наши сведения о характеристических спектрах значительно расширились, систематизировались и в зависимости от атомного номера элемента были положены в основу теории строения атома, созданной Бором. Поэтому характеристический спектр органически связан со строением атома, с энергетическими уровнями электронных орбит.

На рис.19 представлены схематически энергетические уровни электронных орбит. В порядке удаления от атомного ядра они называются  $K, L, M, N, O, P$ . Наибольшей устойчивостью и минимумом

потенциальной энергии обладают орбиты уровня  $K$ . Поэтому внутренние электроны всегда стремятся занять самое устойчивое место в атоме и попасть в конечном счете на орбиты уровня  $K$ . Этот процесс возможен при освобождении вакантного места на уровне  $K$  и осуществляется при помощи внешних электронов, испускаемых катодом. Электроны, двигаясь от катода к аноду под действием приложенной разности потенциалов к рентгеновской трубке  $V_a$ , ударяясь об анод, проникают внутрь его на глубину, вычисляемую по формуле (1.3). В зависимости от приобретенной энергии внешние электроны могут внедряться и в электронные оболочки атома, доходить до разных энергетических уровней, вплоть до уровня  $K$  и удалять оттуда электроны, принадлежащие атомам. Поток внешних электронов непрерывен, поэтому процесс проникновения их внутрь атома и удаление с внутреннего уровня  $K$  происходят также непрерывно. Непрерывно происходит и процесс перескока электронов с более высоких уровней  $L, M, N$  на вакантные места на уровне  $K$ . Перескок электронов с одной орбиты на другую, более устойчивую,

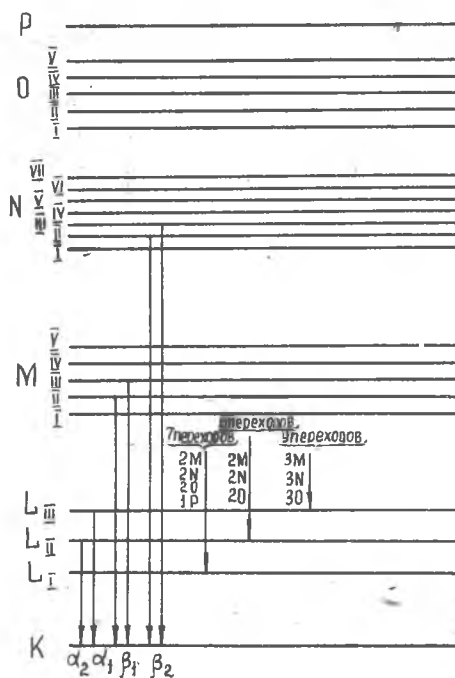


Рис.19. Схема энергетических уровней электронных орбит в атоме

энергии внешние электроны могут внедряться и в электронные оболочки атома, доходить до разных энергетических уровней, вплоть до уровня  $K$  и удалять оттуда электроны, принадлежащие атомам. Поток внешних электронов непрерывен, поэтому процесс проникновения их внутрь атома и удаление с внутреннего уровня  $K$  происходят также непрерывно. Непрерывно происходит и процесс перескока электронов с более высоких уровней  $L, M, N$  на вакантные места на уровне  $K$ . Перескок электронов с одной орбиты на другую, более устойчивую,

сопровождается освобождением энергии электрона, равной разности энергий на исходной орбите и на конечной:

$$\Delta W_L = W_L - W_K;$$

$$\Delta W_M = W_M - W_K;$$

$$\Delta W_N = W_N - W_K.$$

Освобождающаяся энергия излучается в пространство в виде кванта лучистой энергии  $h\nu$ , т.е.  $\Delta W = h\nu$ .

Таким образом, в зависимости от величины  $\Delta W$  излучается квант определенной величины  $\lambda$ , следовательно, длина волны излучения будет также строго определенной. Чем больше величина  $\Delta W$  (т.е. с более дальних уровней происходит перескок электрона), тем короче длина излучаемой волны. С увеличением количества электронов, участвующих в том или ином переходе (чем больше вероятность перехода возрастает интенсивность линии. Таким образом, интенсивность линии является мерой вероятности перехода электрона с уровней  $L$ ,  $M$ ,  $N$  на уровень  $K$ . Такова теория появления характеристического спектра.

Установлено, что при достижении электронами энергии, достаточной для внедрения в энергетический уровень  $K$  и удаления из него электрона, сразу появляются четыре спектральных линии, которые обозначаются буквами греческого алфавита с индексами в порядке убывания процента их интенсивности, например:  $\alpha_1, \alpha_2, \beta, \beta_2$ .

100    50    20    2

Если написать эти линии по росту энергии  $h\nu$ , то получится такой порядок:

$$\alpha_2, \alpha_1, \beta_1, \beta_2 \text{ или } \lambda_{\alpha_2} > \lambda_{\alpha_1} > \lambda_{\beta_1} > \lambda_{\beta_2}.$$

Строго говоря, возможно появление всего шести линий. Группа этих линий называется серией  $K$ . На рис. 19 дана строгая схема их появления. Кроме серии  $K$ , в одном и том же элементе возможно существование серии  $L$ . На том же рисунке дана схема появления линий этой серии в количестве 22 линий, характеризующихся большей длиной волны, и поэтому для их обнаружения необходимо применять вакуумные спектрографы, ибо в воздухе они сильно поглощаются.

В табл. 3 приведены значения критических напряжений, необходимых для возбуждения серии  $K$ , для некоторых элементов.

Таблица 3

Атомный номер	Элемент	Критич.напряжение, кв	Атомный номер	Элемент	Критическое напряжение, кв.
11	Na	1,07	29	Cu	8,86
13	Al	1,55	42	Mo	20,0
22	Ti	4,95	47	Ag	25,5
24	Cz	5,98	74	W	69,7
26	Fe	7,10	78	Pt	78,1
27	Co	7,71	82	Pb	87,6
28	Ni	8,29	92	U	115,0

Из таблицы видно, что чем больше атомный номер материала анода, тем выше значение критического напряжения, при котором появляется серия  $K$ . Это является следствием того, что чем выше атомный номер элемента, тем больше электронных орбит у него и, следовательно, труднее внешнему электрону пролететь несколько энергетических уровней, чтобы дойти до уровня  $K$ .

Одновременно с увеличением атомного номера растет энергия квантов, излучаемых при перескоках электронов на уровень  $K$ , следовательно, длина волны будет убывать.

Английский физик Генри Гвин Мозли (1913 г.) провел систематизацию рентгеновских спектров серии  $K$ , получаемых от разных элементов. Просматривая значения для волн серии  $K$ , Мозли заметил, что в спектре две первых линии  $\alpha_1$ ,  $\alpha_2$  у всех элементов отличаются друг от друга на постоянную величину (в первом приближении)

$$\Delta\lambda_{\alpha_1, \alpha_2} = 0,004 \text{ \AA}.$$

Для иллюстрации приведем серию  $K$  для меди и молибдена (длины волн даны в  $\text{\AA}$ ).

	$\alpha_2$	$\alpha_1$	$\beta_1$	$\beta_2$	$\Delta\lambda$	
Cu	1,541232	1,537395	1,38935	1,37824 $\text{\AA}$	0,003737	0,04 $\text{\AA}$
Mo	0,712105	0,707831	0,631543	0,619698 $\text{\AA}$	0,004274	0,004 $\text{\AA}$

Вторым важным выводом было установление количественной связи между атомным номером элемента и частотой для линий  $K_\alpha$  и  $K_\beta$ . Эта связь имеет следующую форму:

$$\sqrt{\frac{V}{R}} = 0,866(2-1) \quad \text{для } K_\alpha$$

$$\sqrt{\frac{V}{R}} = 0,943(2-1) \quad \text{для } K_\beta$$

$$R = 3,29 \cdot 10^5 \text{ сек}^{-1}$$

( $R$  - постоянная Ридберга,  $\nu$  - частота). Отсюда вытекает, что корень квадратный из частоты, деленной на постоянную Ридберга, пропорционален атомному номеру, уменьшенному на единицу. Эти условия носят название закона Мозли.

Уравнения Мозли можно написать и так ( для серии  $K_{\alpha}$  ):

$$Z = \frac{1}{R} \sqrt{\nu} + 1, \quad (1.16)$$

т.е., измерив длину волны серии  $K_{\alpha}$ , можно по нему найти атомный номер  $Z$ . В настоящее время эта формула лежит в основе химического анализа с помощью рентгеноспектроскопии. Элемент гафний  $Z = 72$  был открыт в 1923 г. венгерским химиком Хевеши и голландским физиком Костером рентгеноспектральным путем в соединениях циркония (циркониевые минералы). Его существование было предсказано Менделеевым в 1870 г. Свойства гафния определены Бором на основании периодичности свойств, согласно электронной теории атома. Д.И. Менделеев предсказал существование двух аналогов марганца - экомарганец (атомный номер 43) и двимарганец (атомный номер 75) с указанием их свойств. Эти элементы, как и другие, были открыты после смерти Менделеева.

В 1925 году В. и И. Ноддак в Германии сделали сообщение об открытии нового элемента с атомным номером 75, который был назван рением (по Рейнской области в Германии). Открыт он был также методом рентгеноспектрального анализа.

Итак, в рентгеновской трубке при её работе возникает всегда два спектра - сплошной и характеристический; последний проявляется только при рабочем напряжении выше критического  $V_{кр}$ .

На основании закономерностей, обнаруженных в характеристических спектрах, был создан ряд спектрографов и специальных установок для количественного определения химического состава материалов. Сущность метода очень проста. На анод рентгеновской трубки наносится исследуемый материал, который во время ее работы является источником характеристического излучения. Приложенным к аноду трубки напряжением задается та или иная серия излучения предполагаемых элементов. При этом предусмотрен ряд мер по предохранению от выгорания или испарения исследуемого компонента на аноде при электронной бомбардировке. Полученное характеристическое излучение направляется в спектрограф с автоматической регистрацией длины волны и её

интенсивности. Для характеристики чувствительности такого метода обнаружения какого-нибудь элемента можно сказать, что спектральная линия с достаточной степенью надежности появляется в спектре при содержании его на аноде в количествах 0,03 - 0,05%.

Развитие химического анализа при помощи рентгеновских лучей в последние годы пошло по пути микроанализа. В качестве анода в рентгеновской трубке стал применяться любой участок микрошлифа любого металла или сплава. Так как сечение электронного пучка удалось уменьшить до 3-0,1 мкм, появилась возможность получать характеристический спектр с малых площадей. Таким образом был создан рентгеновский микроанализ с помощью электронного зонда пучка. Принципиальное оформление такого микроанализатора заключается в следующем.

На исследуемый участок шлифа после сложной фокусировки электромагнитными линзами направляется пучок электронов. Перемещение столика со шлифом бывает ручное, как в обычном оптическом микроскопе, и автоматическое со скоростями от 1 до 20 мкм/мин. Все это находится в камере и соединяется с вакуумной системой, обеспечивающей вакуум  $10^{-4}$  -  $10^{-6}$  мм рт.ст. Камера образца, являясь по существу рентгеновской трубкой со сменными анодами, особо точной фокусировкой электронного пучка и работающей на насосах, имеет окно для выхода вторичного пучка рентгеновских лучей в вакуумный рентгеновский спектрограф, где с помощью кристаллов происходит разложение этого пучка на составляющие линии серии  $K$  или  $L$ . Регистрация этих лучей производится счётчиком Гейгера с непрерывной записью на бумажной ленте. При помощи такого прибора можно производить, например, непрерывный химический анализ поверхности зерна на шлифе. Следует отметить, что прибор регистрирует и записывает кривую содержания только данного элемента, например алюминия. Кристалл спектрографа устанавливается в одном положении и стоит неподвижно. Углы поворота проградуированы не в градусах, а в элементах. Анализ производится так. Кристалл устанавливается на искомый элемент. При помощи микроскопа исследуемый шлиф устанавливается, например, на границу зерна. Потом включается рентгеновская трубка и линейное перемещение шлифа. На ленте пишущего аппарата вычерчивается кривая, соответствующая интенсивности линии  $K_{\alpha}$  от интересующего нас элемента. Для обнаружения другого элемента или распределения его содержания в пределах зерна следует угол поворота кристалла уста-



новить на интересующий элемент, шлиф вернуть в исходное положение и начать работу установки снова.

Такие установки создаются разными фирмами в США, Англии, Франции и Японии.

В СССР микроанализаторы французской фирмы Камека, английской и японской фирм имеются в разных научно-исследовательских организациях.

Независимо от иностранных фирм и одновременно с ними И.Б.Боровский и Н.П.Ильин в 1953 году опубликовали первую схему микроанализатора. В настоящее время у нас на основании этих работ организован промышленный выпуск рентгеновских микроанализаторов под марками MAP-1 и MAP-2.

При посвечивании металлов характеристический спектр никакой роли не играет и его существование не учитывается. В структурном анализе используется только характеристический спектр и присутствие сплошного спектра в ряде случаев является существенной помехой. Только в методе Лауэ используется сплошной спектр без характеристического.

## § 6. Селективное поглощение

Выше при разборе зависимости коэффициента поглощения от длины волны было установлено существование скачка, характерного для каждого элемента. Рассмотрим взаимодействие квантов рентгеновских лучей с материей. Квант энергии  $h\nu$ , движущийся со скоростью света, можно уподобить шарiku с массой  $m$ , которая может быть вычислена из условия

$$h\nu = \frac{mc^2}{2},$$

откуда  $m = \frac{2h\nu}{c^2}$ . При внедрении кванта внутрь атома возможно столкновение его с электронами, вращающимися по орбитам. Применяя теорию удара шаров, покажем, что при достаточном запасе энергии и количестве движения квант при ударе с электроном может "выбить" его с орбиты за пределы атома. Посмотрим на кривую зависимости коэффициента поглощения от длины волны (см. рис.9), двигаясь к началу координат со стороны больших волн. В этой области энергия кванта небольшая и при движении влево величина квантов будет расти. Сначала с уменьшением длины волны происходит обыкновенный процесс поглощения в соответствии с формулой Глокера (I.12). Когда мы подойдем к скачку поглощения, то энергия квантов окажется достаточ-

ной для удаления электронов с орбит уровня  $K$  за пределы атома. Этот процесс идет в большом объеме и по теории вероятности определенная часть квантов может совершать центральный удар, при котором наибольшая часть энергии передается от кванта электрону. Таким образом, вся энергия кванта переходит в работу вырывания электрона и удаления его за пределы атома; вместо исчезнувшего кванта появляется так называемый фотоэлектрон. Процесс сопровождается сильным ослаблением проходящего пучка рентгеновских лучей, что обнаружено по скачку поглощения.

Освободившееся место на уровне  $K$  сейчас же занимает внутренними электронами, расположенными на уровнях  $L$ ,  $M$  и  $N$  (см. рис.19). В результате перехода электрона с соседнего уровня на уровень  $K$  излучается квант лучистой энергии  $h\nu$ , принадлежащий серии  $K$ . Таким образом, при селективном поглощении (так называется скачкообразное повышение коэффициента поглощения) падающий луч ослабляется также скачкообразно и одновременно в окружающем фильтр пространстве появляется рассеянное характеристическое излучение серии  $K$ , присущей материалу фильтра.

Это явление используется для удаления из серии  $K$  линии  $\beta$  и получения монохроматического излучения  $K_\alpha$ , которое применяется при изучении сложных структур в сплавах (например, одновременное присутствие карбидов, нитридов, интерметаллидов и т.п.).

На пути первичного луча ставится фильтр, который должен поглотить линию  $K_\beta$  и немного ослабить линию  $K_\alpha$ , как показано схематически на рис. 20. Здесь  $K_{кр}$  край полосы поглощения фильтра,

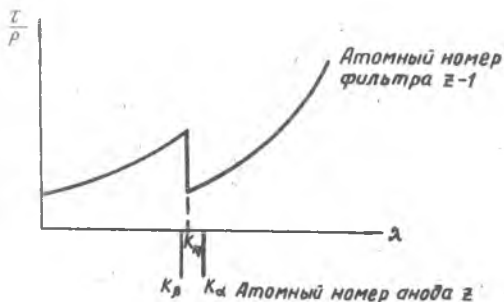


Рис.20. Схема монохроматизации серии  $K$  с использованием селективного поглощения

а по обе стороны от него расположены линии спектра  $K$  материала анода. В табл.4 приведены значения края полосы поглощения для элементов с атомными номерами от 22 до 30.

Таблица 4

Z	Название элемента	Длины волн в Å			
		$K_{кр}$	$\beta_1$	$\alpha_1$	$\alpha_2$
22	Титан	2,4922	2,5087	2,7428	2,7465
23	Ванадий	2,2644	2,2797	2,4984	2,5022
24	Хром	2,0659	2,0806	2,2850	2,2889
25	Марганец	1,8925	1,9062	2,0975	2,1014
26	Железо	1,7398	1,7530	1,9320	1,9360
27	Кобальт	1,6048	1,6174	1,7853	1,7892
28	Никель	1,4850	1,4970	1,6545	1,6583
29	Медь	1,3776	1,3893	1,5374	1,5412
30	Цинк	1,2807	1,2925	1,4322	1,4360

Из таблицы вытекает следующая закономерность между значениями  $K_{кр}$  и длинами волн линии  $K_\beta$  и  $K_\alpha$ : край полосы поглощения  $K_{кр}$  элемента с атомным номером Z находится между линиями  $K_\beta$  и  $K_\alpha$  элемента с атомным номером Z +1. Следовательно, для поглощения линии  $\beta$  нужно применять фильтр из элемента, стоящего в таблице Менделеева перед материалом анода. Итак, по табл. 4, каждый предыдущий металл является селективным фильтром по отношению к излучению от последующего металла ( см. рис.20).

#### § 7. Выбор анода при структурном анализе

Явление селективного поглощения необходимо учитывать также и при выборе анода трубки при структурном анализе. Между спектром материала анода и кривой поглощения исследуемого материала должно быть вполне определенное соотношение. На рис.21 показано обычное соотношение между положением серии K анода и кривой массового коэффициента поглощения. Серия K анода должна лежать правее скачка поглощения в исследуемом материале. Если она окажется левее, то, наряду с явлением интерференции, происходит селективное поглощение (рис.22).

Исследуемый образец будет излучать собственную серию K равномерно во все стороны, и пленка равномерно завуалируется. После про-

явления на ней видно очень сильное равномерное почернение - фон

и слабые интерференционные линии. Расшировка такой рентгенограммы почти невозможна. Поэтому необходимо выбрать материал анода таким, чтобы его серия  $K$  находилась правее полосы поглощения  $K_{кр}$  исследуемого материала. Просматривая табл.4,

можно сделать следующий вывод: для исключения явления селективного поглощения в исследуемом материале необходимо, чтобы длины волн серии  $K$  анода были больше края полосы поглощения  $K_{кр}$  исследуемого материала. Например, с железа можно получить рентгенограмму хорошую от железного, хромового, титанового излучений, но от медного и никелевого излучений рентгенограмма будет плохой из-за появления селективного поглощения.

Для получения рентгенограммы с хромистых и хромоникелевых сталей нельзя пользоваться железным анодом. Железное излучение будет селективно поглощаться в хроме, входящем в состав стали. Нельзя забывать, что селективное поглощение является результатом взаимодействия рентгеновских квантов с атомами. Поэтому в данном случае совершенно безразлично состояние легирующего компонента в сплаве: образует ли он твердый раствор или находится в виде механической примеси, или входит в состав интерметаллического соединения. Во всех случаях, в одинаковой мере будет иметь место селективное поглощение, эффект которого в легированных сталях тем больше, чем выше процентное содержание легирующего элемента.

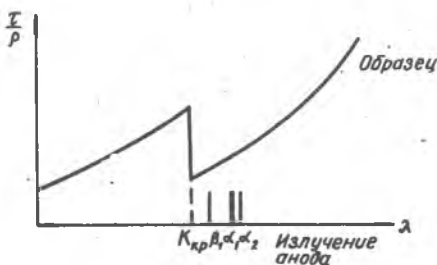


Рис.21. Принцип выбора анода для структурного анализа

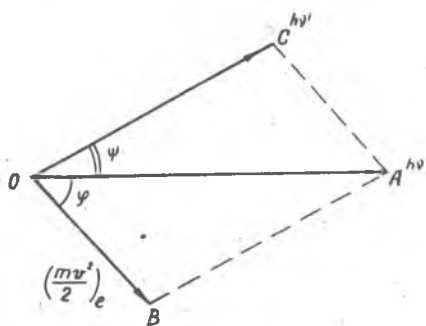


Рис.22. Схема образования рассеянного излучения в результате селективного поглощения в исследуемом образце

### § 8. Эффект Комптона

Американский физик А. Комптон создал теорию удара кванта лучистой энергии с электронами в легких элементах. Он использовал теорию удара шаров, развитую в классической механике Герцем, и показал, что происходящий обмен количествами движения при столкновении кванта с электроном приводит к изменению энергии кванта  $h\nu$ . Это порождает изменение длины волны  $\lambda$  рассеянного рентгеновского излучения. Построенная зависимость изменения длины волны рассеянного излучения от угла наблюдения  $\varphi$  полностью подтвердилась в его опытах, которые затем были проверены во многих странах. Это явление носит название "эффект Комптона".

На рис.23 представлена схема взаимодействия первичного кванта



$h\nu$  с электроном и вторичным квантом  $h\nu'$ . Вектор  $OA$  обозначает скорость первичного кванта  $h\nu$  и его кинетическую энергию, вектор  $OB$  — скорость и направление движения электрона, с которым столкнулся первичный квант, а вектор  $OC$  характеризует направление движения вторичного кванта. Согласно зако-

Рис.23. Схема эффекта А.Комптона

ну сохранения энергии,

$$h\nu = h\nu' + \frac{mv^2}{2}$$

Это выражение приближенное, так как не учитывается величина скорости движения электрона  $v$ , которая приближается к скорости света. Из схемы следует, что  $h\nu' < h\nu$ . Так как скорость движения кванта равна  $c$ , то уменьшение величины кванта лучистой энергии означает уменьшение частоты  $\nu$ . Это эквивалентно увеличению длины волны рассеянного рентгеновского излучения. Более строгая теория приводит к выражению:

$$\Delta\lambda = \frac{h}{mc} \sin^2 \frac{\varphi}{2}, \quad (I.I7)$$

где  $\Delta\lambda$  - разность длин волн между первичным и рассеянным излучениями;

$m$  - масса электрона;

$\varphi$  - угол рассеяния.

Монохроматический пучок рентгеновских лучей направлялся на графитовую пластинку, где он рассеивался атомами углерода графита. При помощи точного спектрографа производилось измерение длины волны лучей при разных значениях угла рассеяния  $\varphi$ . Результаты измерения приведены в табл.5.

Таблица 5

$\varphi$ град.	$\Delta\lambda_{\text{выч}}$ Å	$\Delta\lambda_{\text{набл}}$ Å
30	0,0032	0,004
60	0,0121	0,013
90	0,0242	0,025
120	0,0363	0,038
135	0,0413	0,038
165	0,476	0,042

Как видно, совпадение вычисленных и измеренных значений  $\Delta\lambda$  очень хорошее. Таким образом, экспериментальным путем с большой степенью точности была показана квантовая (корпускулярная) природа рентгеновских лучей.

## В. ДОПОЛНИТЕЛЬНЫЕ СВЕДЕНИЯ О РЕНТГЕНОВСКИХ ЛУЧАХ

### §9. Единицы измерения длин волн рентгеновских лучей

В ранних работах длины волн рентгеновских лучей приводились в ангстремах Å ( $1\text{Å} = 1 \times 10^{-8}$  см). Зигбан (Швеция) ввел более удобную единицу X, которая была принята равной  $10^{-9}$  Å.

Вначале было предложено измерять длины волн рентгеновских лучей по интерференции их в кристалле каменной соли. Постоянная кристаллической решетки каменной соли определялась по размерам и плотности (см. стр. 68). Таким путем производились систематические измерения длин волн рентгеновских лучей. С развитием экспериментальной техники и переходом к прецизионному определению длин волн точность была настолько высока, что систематическая ошибка, вносимая

неточным значением абсолютной величины параметра кристаллической решетки, оказалась больше величины случайных ошибок измерений. Кроме того, каменная соль малоприспособна для спектроскопических работ из-за сильновыраженной мозаичной структуры. В этом отношении кристалл кальцита ( $\text{CaCO}_3$ ) более совершенен. Однако точность определения параметра кристаллической решетки кальцита, достигнутая к тому времени, оказалась ниже точности определения длины волны рентгеновских лучей.

Это затруднение обошли следующим образом. Параметр кристаллической решетки каменной соли временно приняли равным  $2814,00 \text{ \AA}$  при  $18^\circ\text{C}$ . Приведенная к этим единицам постоянная решетки кальцита равнялась  $3029,04 \text{ \AA}$  при  $18^\circ\text{C}$ . Абсолютные измерения той же постоянной дали величину  $3029,1 \pm 1,0 \text{ \AA}$  при  $20^\circ\text{C}$ . Введение температурной поправки дало практически полное совпадение численных значений, но точность оказалась слишком малой. Несмотря на это, было условлено, что величина постоянной решетки кальцита будет принята для определения единицы  $\text{X}$  в следующей редакции.

Единица  $\text{X}$  длины в " кристаллической шкале " определяется условным значением постоянной решетки кальцита:

$$d_{100} = 3029,04 \text{ \AA},$$

кристаллы кальцита при этом должны быть исключительно высокого качества. Считалось, что оптически чистый исландский шпат (кальцит) всегда имеет одну и ту же постоянную решетки. Однако впоследствии оказалось, что небольшие примеси в кристаллах вызывают искажение. Поэтому приведенное определение оказалось сомнительным. Самым надежным было бы установить кристаллическую шкалу заданием определенной длины волны по аналогии с определением ангстрема. В рентгеновской области спектра наиболее подходящей была бы длина волны  $K_{\alpha}$  молибдена. Но такого предложения еще не было.

Для измерения длин волн рентгеновских лучей в абсолютных единицах - ангстремах - разработаны специальные спектрографы с плоской штриховой решеткой. В таких спектрографах вместо кристалла применяется обыкновенная дифракционная решетка, как, например, у Зигбана, с 1800 линиями на миллиметр. Разработано два метода определения длин волн рентгеновских лучей в ангстремах: абсолютные измерения с помощью плоской штриховой решетки и непосредственное сравнение длин волн линий рентгеновского и ультрафиолетового спектров. В обоих методах вместо кристалла применяется штриховая ре-

метка. В первом измеряется длина волны  $K_{\alpha}$ ,  $K_{\beta}$ , например, меди, хрома, а в ангстремах - от 1,339 до 2,289 Å. Во втором методе производится непосредственное измерение длин волн мягкого рентгеновского и ультрафиолетового излучений. Конструкция спектрографа позволяет производить съёмку спектрограмм на фотопленку за одну установку. В этом методе снимались линии серии  $K_{\alpha_1, \alpha_2}$  от элементов кремния, алюминия, магния, натрия или в длинах волн от 7,110 до 11,886 Å. Таким методом измерены линии серии  $K$  для элементов цо лития (228,5 Å).

Разными авторами производились измерения длин волн в указанном диапазоне и по ним были вычислены значения отношения  $\lambda/\lambda^*$  ( $\lambda/\lambda^* = 1000X$ ). В качестве среднего значения обычно принимают

$$1000X = 1,00202 \lambda^*$$

Итак, для практических целей табличные значения длин волн характеристического спектра отличаются от абсолютных значений всего лишь на 0,2%.

#### §10. Количественное измерение энергии рентгеновских лучей

В основе измерения энергии рентгеновских лучей лежит их ионизирующее действие на газы. Экспериментальным путем была измерена энергия, необходимая для образования одной пары ионов, т.е. энергия, необходимая для единичного акта ионизации. Она оказалась равной:

$$\mathcal{E} = 33 \pm 3 \text{ эв} = 5,3 \cdot 10^{-18} \text{ эрг.}$$

Это значение получено для всех длин волн вплоть до гамма-излучения. Измерение ионизации газов рентгеновскими лучами изучено очень хорошо и разработана специальная аппаратура для количественного измерения. Поэтому в основу единицы интенсивности рентгеновского излучения было положено их ионизирующее действие. Единицу энергии рентгеновских лучей назвали " рентген" (рг) и определяется она следующим образом: 1 рг есть физическая доза рентгеновских лучей, при которой в результате полного ионизационного действия в воздухе при 0°C и нормальном атмосферном давлении образуются заряды каждый в одну электростатическую единицу на 1 кубический сантиметр освещаемого объёма.

Если  $D$  есть физическая доза рентгеновских лучей,  $\mathcal{E}$  - энергия образования одной пары ионов и  $n$  - число пар ионов, то

$$D = n \mathcal{E}.$$

Число пар ионов можно вычислить, если известна величина заряда

$q$ , т.е.

$$n = \frac{q}{e},$$



где  $e = 4,803 \times 10^{-10}$  СГСЭ - есть заряд электрона. Таким образом,

$$D = \varepsilon \frac{q}{e}$$

По определению  $I$  рг связан с образованием заряда  $q = I C T \varepsilon \text{ см}^{-3}$ .

$$\text{Тогда } I \text{ рг} = \frac{\varepsilon}{e} = \frac{33}{4803 \times 10^{-10}} = 6,88 \times 10^{10} \frac{\text{эВ}}{\text{см}^3} = 0,11 \frac{\text{эрг}}{\text{см}^3},$$

так как  $1 \text{ эл.-в.} = 1,6 \times 10^{-12} \text{ эрг}$ .

$$\text{Итак, } I \text{ рг} = 0,11 \frac{\text{эрг}}{\text{см}^3}.$$

Абсолютным методом регистрации интенсивности рентгеновских лучей является ионизационный метод. Эталонный прибор, гарантирующий изменение ионизационного действия рентгеновского пучка в заданном объеме воздуха, создан во Всесоюзном институте метрологии им. Д.И. Менделеева. Кроме эталонного прибора, промышленность выпускает ряд стационарных рабочих рентгенометров, предназначенных для всех практических целей, а также карманных, предназначенных для индивидуального контроля защиты.

В последнее время весьма широкое распространение в измерительной технике нашли счетчики Гейгера-Мюллера. Их действие основано на использовании лавинной ионизации газа от действия одного фотона или кванта. При этом достигается усиление в  $10^8$  раз. К счетчику пристраивается счетный механизм, который производит счет импульсов и записывает их на диаграммную ленту.

Более совершенными являются сцинтилляционные счетчики. Они основаны на свечении некоторых тел при прохождении через них ионизирующих частиц. Световые вспышки регистрируются при помощи фотоумножителя. Так как время свечения составляет приблизительно  $10^{-8}$  сек., то они обладают большой разрешающей способностью во времени. Регистрация импульсов производится так же, как и в предыдущем случае.

Современные рентгеновские установки для структурного анализа выполняются с регистрацией рентгеновских лучей при помощи счетчиков (УРС-50И, ДРОИ).

## § II. Биологическое действие рентгеновских лучей и защита от них

Биологическое действие рентгеновских лучей проявляется в следующем. Поверхность кожи после облучения может покраснеть (эритема), может появиться ожог и, наконец, незаживающая рана.

При чрезмерно сильном облучении клетки могут потерять способность к восстановлению своей жизнедеятельности. Облучение всего

организма влечет уменьшение красных кровяных шариков в крови (гиперлейкоцитоз). Эти далеко не полные сведения указывают на необходимость разработки самых тщательных и научно обоснованных мер защиты человека от действия рентгеновских лучей.

Самое безобидное действие рентгеновских лучей заключается в легком покраснении кожи, появляющемся через 8-10 дней после облучения. Это явление называется эритемой, а количество лучистой энергии называется эритемной дозой и является биологической единицей. Среднее статистическое значение эритемной дозы в рентгенах в медицине принято равным 600 рг и обозначается  $D_3$ . Итак,

$$D_3 = 600 \text{ рг} = 5 \cdot 10^{41} \text{ эрг/см}^2.$$

Оказалось, что эритемная доза зависит от качества излучения. При облучении мягким излучением происходит очень интенсивное поглощение рентгеновских лучей в поверхностном слое кожи. В этом случае принято

$$D_3 = 300 \text{ рг}.$$

Жесткие лучи не так сильно поглощаются в поверхностном слое кожи и в силу этого принято

$$D_3 = 3000 \div 5000 \text{ рг}.$$

Если количество энергии, необходимое для жизнедеятельности человеческого организма, принять за единицу, то одна эритемная доза составляет всего лишь  $1/10^7$  часть, а действие ее заметно установлено, что доза рентгеновских лучей в  $10^{-5}$  рг.сек.<sup>-1</sup> переносится человеком без заметных изменений в организме. Такая доза названа толерантной, т.е. допустимой.

Принято различать толерантную дозу  $D_T$  для менее и сильно чувствительных к рентгеновским лучам органов человека. При условии регулярных клинических наблюдений за персоналом установлены толерантные дозы 0,25 и 0,025 рг в сутки. Если систематическое клиническое наблюдение отсутствует, то толерантная доза уменьшается в 10 раз, т.е. равна соответственно 0,025 и 0,001 рг в сутки. Эти значения положены в основу расчета защиты персонала и окружающих от действия рентгеновских лучей.

При местном облучении во время лечебных процедур применяются дозы до 12 000 рг. Однако облучение гамма-лучами или другим коротковолновым излучением (ядерный взрыв, космическое излучение) доза около 450 рг может вызвать лучевую болезнь со смертельным исходом.

В настоящее время еще нет единого мнения о природе биологического действия радиации на кожу и на организм. Однако, в общих

чертах, основная роль принадлежит ионизирующему действию рентгеновского излучения. Ионизация приводит к изменению структуры белков, крови, тканей и пр. При этом могут появляться новые химические вещества, вызывающие местное или общее отравление организма в зависимости от особенностей индивидуума. Иными словами, нормально действующий организм после облучения подвергается вредному воздействию продуктов ионизации, совершенно ему не свойственных, и происходит внутреннее отравление.

Основным и эталонным защитным материалом является листовый свинец. Кроме свинца, в качестве защиты применяются кирпич, бетон, барит и другие материалы. В этом случае производится пересчет защитного действия. Существуют справочники с таблицами и номограммами, облегчающие указание пересчетов. Обычно величина защитного слоя выражается в миллиметрах свинца.

Расчет защиты человека от действия рентгеновских лучей производится по формулам поглощения (I.9), (I.12). При этом учитывается рассеяние лучей воздухом, стенами и пр., и уменьшение интенсивности обратно пропорционально квадрату расстояния. Ниже приводятся рекомендации толщин свинца для ослабления первичного излучения до  $W = I \times 10^{-5}$  рг/сек на расстоянии одного метра от источника при анодном токе I ма.

Толщина свинцового слоя, мм	Постоянное напряжение, кВ
1,0	75
1,5	100
2,0	125
2,5	150
3,0	175
4,0	200
6,0	250

Если изменяются расстояние от источника излучения и сила тока в рентгеновской трубке, то мощность дозы в новых условиях будет получена путем умножения  $W$  на силу анодного тока и деления исходной дозы  $10^{-5}$  рг/сек на квадрат расстояния.

Наиболее подробное изложение методов защиты от действия рентгеновских лучей можно найти в книге И.В. Поройкова "Рентгенометрия", 1950 г.

## § 12. Фотографическое действие рентгеновских лучей

В первых опытах Рентгена было показано существование фотографического действия рентгеновских лучей. Последующее изучение этого явления показало, что имеется различие в действии на бромосеребряную эмульсию видимого света и рентгеновских лучей. Действие лучистой энергии на бромосеребряную эмульсию принято изображать кривыми в координатах "почернение - интенсивность рентгеновского излучения  $\times$  время действия". Почернение фотографического слоя  $S$  определяется на оптическом фотометре. Через засвеченную пленку после проявления, фиксирования, промывки и сушки пропускается пучок видимого света и измеряется интенсивность его до прохождения  $i_0$  и после прохождения сквозь нее  $i$ . Десятичный логарифм отношения интенсивности падающего луча к прошедшему принято называть почернением:

$$S = \lg \frac{i_0}{i}. \quad (I.18)$$

Если степень почернения равна 1, то ослабление проходящего света сквозь экспонированную пленку равно 10.

Действие любого излучения на фотографический слой принято измерять произведением интенсивности  $J$  на время облучения  $\tau$ . Бунзен и Роско, а затем Шварцшильд установили закон взаимозаменяемости:

$$J\tau^p = const. \quad (I.19)$$

Для рентгеновских лучей показатель степени  $p = 0,95 - 1,0$ . Обычно этот закон пишут без показателя степени, считая  $p = 1$ . В практике интенсивность  $J$ , пропорциональная силе тока в рентгеновской трубке, выражается в миллиамперах, время экспозиции  $\tau$  - в секундах, так что размерность выражения (I.19) получается в миллиампер-секундах.

Производится ряд экспозиций на пленке при конкретных условиях съемки, но при постоянной силе тока в трубке и разных экспозициях. После фотографической обработки измеряется почернение пленок и строится график (рис. 24), изображающий зависимость почернения  $S$  от времени экспозиции  $\tau$ . Для рентгеновского излучения эта зависимость изображается прямой, проходящей через начало координат. Для видимого света кривая начинается не из начала координат, а на небольшом удалении, с оси абсцисс. В этом заключается принципиальное различие в ходе этих кривых. При больших значениях почернений эти прямые переходят в кривые, обращенные выпуклостью к оси ординат.

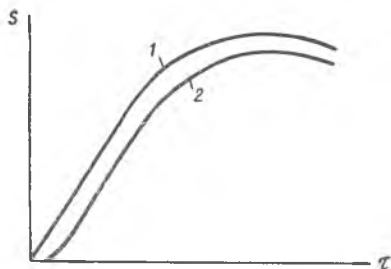


Рис.24. Зависимость почернения плёнки от интенсивности облучения рентгеновскими лучами:  
 1- рентгеновские лучи;  
 2- видимый свет

При проявлении всегда происходит частичное восстановление бромистого серебра, которое не было подвергнуто облучению. Такая вуаль называется химической и при расчетах измеренное почернение уменьшают на измеренное значение химической вуали и записывают в таком виде:

$$S - S_0,$$

где  $S_0$  - значение химической вуали.

В результате анализа кривой, представленной на рис.24, оказалось возможным разбить ее на три следующие области в зависимости от величины энергии облучения.

Область линейной зависимости  $S - S_0 = \alpha Q$ ,

в интервале почернений  $0 < S - S_0 \leq 0,6$ .

Область приближительной линейной зависимости  $S - S_0 = \alpha Q$ ,

в интервале почернений  $0,6 \leq S - S_0 \leq 1,3$ .

Область логарифмической зависимости  $S - S_0 = b \lg Q$ ,

в интервале почернений  $1,3 \leq S - S_0 \leq 4,0$

и, наконец, область соляризации при  $S - S_0 > 4,0$ .

Экспозиции всегда выбирают такими, чтобы получалась область линейной зависимости, т.е. при почернении не выше 0,6. В некоторых случаях область линейной зависимости распространяют до значений почернений 1,0.

### § 13. Люминесценция

Очень важное практическое значение имеет свойство рентгеновских лучей вызывать свечение некоторых минералов. В табл. 6 приведены цвета свечения для некоторых минералов.

Таблица 6

Название минерала	Цвет свечения при облучении рентгеновскими лучами	Примечание
Корунд (розовый и красный) $Al_2O_3$	Малиново-красный	Рубин
Кальцит $CaCO_3$	Красный	Известковый шпат
Флюорит $CaF_2$	Зеленый	Плавленый шпат
Циркон $ZrSiO_4$	Зеленый	
Шеелит $CaWO_4$	Голубой	

Внешне свечение минерала возникает сразу после облучения. Исчезает оно также очень быстро, через  $10^{-10}$  сек (как верхний предел).

В настоящее время это явление хорошо изучено, установлен механизм его и создаются новые типы веществ, которые светятся заданным цветом, и применяются для обнаружения невидимого излучения, катодных, ультрафиолетовых, рентгеновских лучей и пр.

Для визуального наблюдения при просвечивании рентгеновскими лучами, например, в медицине, применяются экраны, светящиеся желто-зеленым цветом; например,  $(Zn-Cd)S-Ag$ . Для той же цели применяются  $Zn_2SiO_4-Mn$  и платиносинеродистый барий  $BPt(CN)_4 \cdot 4H_2O$ , которые светятся также зеленым цветом. Соединение  $SrS-Cu, Co$  длительное время продолжает светиться после облучения, может применяться для аварийного освещения, но непригодно для регистрации рентгеновского излучения.

Приведенные вещества представляют собой кристаллические решетки основы, например  $ZnS$ , в которые вводятся при кристаллизации инородные металлы  $Cu$ ,  $Co$ . Поэтому формула пишется через тире.

Экраны для просвечивания делаются следующим образом. Минерал или светящееся вещество размалывается в мелкий порошок. Самая мелкая фракция отсеивается и при помощи специального связующего вещества наносится на толстый картон равномерным слоем. Для механической прочности такой экран вклеивается в прочную рамку и снабжается защитным стеклом, чтобы при рассматривании изображения лицо наблюдателя не облучалось рентгеновским излучением.

Как правило, просвечивающие экраны делаются из веществ, светя-

щихся в области зеленого цвета, так как в этой области видимого спектра глаз обладает наибольшей чувствительностью.

Вещества, светящиеся в области голубого и фиолетового цвета, применяются для изготовления усиливающих экранов. Это основано на повышенной чувствительности фотографической эмульсии к голубым и фиолетовым лучам. Технология изготовления их та же самая. Только усиливающие экраны используются без рамки.

## Глава II

### КРАТКИЕ СВЕДЕНИЯ ИЗ КРИСТАЛЛОГРАФИИ

Прежде чем перейти к основам рентгеновского структурного анализа, необходимо познакомиться с элементами кристаллографии — науки о кристаллах.

Слово кристалл происходит от греческого слова "кристаллос", что означало лед. Этим же словом обозначался прозрачный кварц, который в древности считали окаменевшим льдом. Впоследствии термин был распространен на все тела с природной многогранной формой.

Кристаллом принято называть твердое тело, имеющее естественную форму правильного многогранника. Естественную огранку следует отличать от искусственной, при помощи которой можно получать различные многогранники из аморфных тел (стекло, плексиглас и пр.). Строго говоря, такого определения недостаточно, ибо кристаллам присущи различные физические свойства. Например, кристаллы являются в общем виде средой анизотропной по отношению к ряду физических свойств. К таким свойствам относятся теплопроводность, электропроводность, модуль упругости, коэффициент упругости, деформация и напряжение и пр.!

Размеры кристаллов колеблется в весьма широких пределах. В металлах размер кристаллов оценивается величиной от сотен ангстрем до десятков миллиметров (в трансформаторной стали). Искусственным путем можно вырастить кристаллы весьма значительных размеров (диаметр 10-20 мм и длина 100 и более мм). В природе встречаются кристаллы, далеко превосходящие размеры искусственных. Летом 1951 г. в СССР был найден кристалл кварца весом около 13 т, длиной 3,5 м шириной 1,6 м. Такие кристаллы хранятся в Московском минералогическом музее АН СССР и в Горном музее Ленинградского горного института.

В 1966 г. газеты сообщили об уникальных находках геологов в Восточных Альпах. Там в одном "гнезде" было найдено шесть кристаллов горного хрусталя общим весом свыше полутора тонн. Извлекали их при помощи крана.

Еще более уникальную находку сделали уральские геологи. Экспедиция под руководством главного геолога Г. Лузина обнаружила месторождение хрусталя с целым семейством кристаллов-великанов.



Сначала был извлечен кристалл весом в 800 кг. Затем после поисков было найдено "созвездие" из двадцати прозрачных, чистых кристаллов общим весом более девяти тонн.

Довольно распространенный в природе кристалл с химической формулой  $\text{CaCO}_3$  называется кальцитом. Кристаллизуется он в ромбоэдрической системе. Наиболее чистые и прозрачные кристаллы кальцита называются исландским шпатом, в котором наблюдается дупреломление видимого света, как результат анизотропии свойств. В силу этого исландский шпат находит применение в ряде оптических приборов и особенно в приборах космической и подводной лодки. Кристалл исландского шпата весом в один килограмм на мировом рынке стоит дороже слитка золота того же веса! Поэтому можно гордиться трудом партии геологов во главе с Золотухиной, открывших, начиная с 1944 года, на территории Эвенкийского национального округа 8 месторождений исландского шпата мирового значения, Там найдены отдельные кристаллы весом до 360 кг.

Возникновение науки о кристаллах можно отнести к 17 веку. За истекшее время кристаллография развивалась по следующим основным направлениям: морфология кристаллов, структурная кристаллография, кристаллофизика и кристаллохимия. Рассмотрим каждое из этих направлений.

Морфология кристаллов - первое и основное направление в развитии кристаллографии. С 17-го века началось изучение внешней формы кристаллов и установление закономерностей.

Французский кристаллограф Ромэ-Делиль (1772 г.), основываясь на большом количестве собственных измерений кристаллов (измерение углов между гранями), подтвердил наблюдения датского ученого Н.Стено (1669 г.). Стено установил, что на кристаллах кварца ( $\text{SiO}_2$ ) и гематита ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), независимо от внешней формы их, углы между соответственными гранями остаются постоянными. М.В. Ломоносов (1749 г.) на основании измерения кристаллов селитры ( $\text{NaNO}_3$ ) впервые высказал связь между законом постоянства углов и внутренним строением кристаллов. Этим высказыванием было положено возникновение второго направления.

Итак, появился первый и основной закон кристаллографии или закон постоянства углов, носящий имя Стено-Ломоносова-Ромэ-Делиля, в следующей редакции: "Во всех кристаллах, принадлежащих к одной полиморфной модификации данного вещества, при одинаковых условиях углы между соответственными гранями (и ребрами) постоянны".

Этот закон обосновывается тем, что рост кристаллов происходит путем присоединения атомов или молекул на поверхности грани к уже имеющимся там атомам или молекулам. Таким образом происходит послойное отложение материальных частиц на поверхности граней чем и обуславливается рост кристалла с параллельным перемещением граней.

Для описания всего множества кристаллов, встречающихся в природе, оказалось достаточным введения следующих семи координатных систем ( в кристаллографии они называются кристаллографическими):

1. Триклинная	$a \neq b \neq c$	$\alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90^\circ$
2. Моноклинная	$a \neq b \neq c$	$\alpha = \beta = 90^\circ \quad \gamma \neq 90^\circ$
3. Ромбическая	$a \neq b \neq c$	$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$
4. Ромбоэдрическая	$a = b = c$	$\alpha = \beta = \gamma \neq 90^\circ$
5. Гексагональная	$a = b \neq c$	$\alpha = \beta = 90^\circ \quad \gamma = 120^\circ$
6. Тетрагональная	$a = b \neq c$	$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$
7. Кубическая	$a = b = c$	$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$

Углы между координатными осями обозначаются начальными буквами греческого алфавита  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$ . Кроме этого координатные системы характеризуются различными масштабами по осям координат, которые обозначаются первыми буквами латинского алфавита  $a$ ,  $b$ ,  $c$  (рис.25).

Изучение внешней формы кристаллов привело к неизбежному выводу о существовании у них элементов симметрии. Так возникла глава кристаллографии, посвященная элементам симметрии и их свойствам.

Первый вывод всех возможных совокупностей элементов симметрии был дан немецким ученым Гесселем в 1830 г., но остался незамеченным в свое время.

Затем в 1867 г. была опубликована работа А.В. Гадолина под назва-

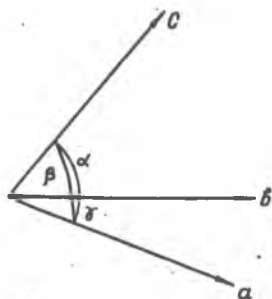


Рис.25. Обозначения координатных осей и углов между ними, принятые в кристаллографии

нием " Вывод всех кристаллографических систем и их подразделений из одного общего начала". В ней дан строгий и простой вывод существования 32 классов симметрии. По существу это была работа по математическому определению возможных комбинаций всех элементов симметрии для семи кристаллографических систем. Этот вывод в настоящее время признан всеми учеными мира и вошел во все учебники по кристаллографии.

Уместно отметить, что Гадолин окончил Михайловское артиллерийское училище в 1849 г. в Петербурге и в 1867 г. стал профессором Михайловской артиллерийской академии, где вел курс по артиллерийской технологии. Он впервые ввел так называемую технологию "скрепленных орудийных стволов".

Завершением работ по симметрии кристаллов следует считать работы крупнейшего русского кристаллографа Е.С.Федорова (1853-1919 г.г.) В трех работах "Начала учения о фигурах" (1885 г.), "Симметрия конечных фигур" (1889 г.) и "Симметрия правильных систем фигур" (1891 г.) Е.С.Федоров устанавливает связь между внешней симметрией кристалла и симметрией его внутреннего строения.

Внутреннее строение заключалось в пространственном расположении точек с соответствующими координатами. Федоров доказал, что для 32 классов симметрии возможно лишь 230 пространственных групп, являющихся возможными комбинациями внутреннего расположения "точек" среди 32 классов симметрии. После длительных споров с иностранными учеными вывод Федорова получил признание всех кристаллографов мира.

Работа Федорова также положила математическую основу второму направлению - структурной кристаллографии.

Структурная кристаллография органически связана с морфологией кристаллов. Это следует из естественного вопроса - почему кристаллы имеют правильную форму? Французский кристаллограф Рене Юст Гали первый (1781 г.) установил один из основных законов кристаллографии, носящий его имя, или закон целых чисел. Этот закон формулируется так: "Положение всякой грани кристалла может быть определено тремя целыми числами, если за координатные оси взяты направления трех ребер кристалла, а за единицу измерения - отрезки, отсекаемые на этих осях гранью кристалла, принятой за единичную". Здесь явно выражена решетчатая схема строения кристалла.

Французский ученый О. Браве (1848 г.) показал, что по структуре все кристаллы могут быть описаны при помощи 14 типов решеток

(они применяются и в наше время под названием решетки Браве).

Наибольшее развитие структурной кристаллографии было сделано Федоровым и немецким математиком А. Шёнфлиссом (1891 г.). Следует сказать, что описание кристаллов до 1912 года производилось при помощи определения углов и по этим сведениям давались система, класс и отношение осей  $a, b, c$  в виде трех чисел.

После работы немецкого физика-теоретика М. Лауэ оказалось возможным определять абсолютные величины осей кристаллов  $a, b$  и  $c$ . Кроме того, кристаллы можно было относить к определенной группе (из 230 по Федорову) с нахождением численного значения координат "точек", которыми теперь являются атомы или ионы. Таким образом, с возникновением рентгеновского структурного анализа неразрывно связывается количественная структурная кристаллография.

Кристаллофизика и кристаллохимия являются логическим развитием структурной кристаллографии.

Упомянутые работы Федорова и Шёнфлиса внесли новое понятие в структуру материи. Физики рассматривали кристалл как непрерывную среду и с ней связывали анизотропию свойств кристалла. Федоров первым внес понятие о симметрии кристаллического дисконтинуума. Это означало, что кристалл является средой однородной и в то же время прерывной. В самом деле, ведь кристаллическая решетка представляет собой собрание атомов или ионов, расположенных на определенных расстояниях. В промежутках между ними находится пустота. Правда, размеры этих "пустот" очень малы.

Предмет кристаллофизики и кристаллохимии - изучение и установление закономерностей между внутренней структурой кристаллов и физическими и химическими свойствами. Наибольшие успехи принадлежат кристаллохимии.

Е.С. Федоров в 1914 г. впервые дал общую формулировку статистического закона, связывающего химический состав и кристаллографическую симметрию. Вот отрывок из одной его статьи: "... можно заключить, что с упрощением состава вообще связано повышение симметрии...". Согласно этому закону, в большинстве случаев простому химическому составу вещества соответствует высокая симметрия его кристаллов. Но чем сложнее химический состав, тем ниже симметрия. Наиболее высокой симметрией обладают кристаллы кубической и гексагональной систем, поэтому в них кристаллизуется большинство веществ простейшего состава.

В качестве примера рассмотрим кристаллы химических элементов представителей веществ простейшего состава. Почти все металлы кристаллизуются в кубической и гексагональной системах. В виде исключения можно указать на серу, которая кристаллизуется в ромбической и моноклинной системах.

Сложные соединения кристаллизуются в более простых системах. Полевые шпаты и слюды кристаллизуются в триклинной и моноклинной системах. Все сложные органические соединения почти не встречаются в виде кристаллов кубической системы. Так как химических соединений больше, чем простейших элементов, следует ожидать большего количества кристаллов низших систем, чем высших.

-Ниже приводится пример, подтверждающий сказанное.

Система	Число изученных кристаллических веществ
Кубическая	1290 (приблизит.)
Гексагональная	640
Тетрагональная	822
Тригональная (ромбоэдрическая)	707
Ромбическая	3844 (приблизит.)
Моноклинная	5688 "
Триклинная	1330 "
<hr/>	
Всего:	14321 (приблизит.)

Приведенные цифры относятся к 1938 году. Следует указать, что еще в 1919 году было изучено лишь 6783 вещества.

### §1. Элементы симметрии

При изучении кристаллов применяется ряд терминов, нуждающихся в пояснении, основным из которых является "симметрия". В переводе на русский язык слово симметрия означает соразмерность, соответствие в расположении чего-либо. Человечество давно пользуется этим понятием, применяя его в повседневной жизни. Например, говорят про крылья бабочки, что они симметричны. В кристаллографии симметричная фигура должна состоять из закономерно повторяющихся равных частей. Здесь и понятие о равенстве частей гораздо шире геометрического. Кристалл является реальным телом, поэтому надо

говорить совместно о равенстве и геометрическом, и физическом, не отрывая их друг от друга.

Простейшим элементом симметрии является центр симметрии или инверсии. Слово инверсия переводится на русский язык как "переворачивание". Центр инверсии или симметрии есть точка внутри тела, представляющая собой зеркальную точку. Например, в кубе точка пересечения диагоналей является центром инверсии (рис. 26). Точка А - вершина куба - является как бы отражением вершины В в точечном зеркале

С (центре куба). Итак, центром инверсии или симметрии называется особая точка внутри фигуры, характеризующаяся тем, что любая проведенная через нее прямая по обе стороны от нее и на равных расстояниях встречает одинаковые (соответственные) точки фигуры.

Следующим элементом симметрии является плоскость симметрии или зеркальная плоскость. Плоскостью симметрии называется такая плоскость, которая делит фигуру на две зеркально равные части, расположенные относительно друг друга как предмет и его зеркальное отражение. Этот элемент симметрии достаточно понятен и не нуждается в дополнительных пояснениях. Ось симметрии определяется при помощи операции вращения. Если фигуру вращать вокруг оси симметрии на  $360^\circ$ , то при наличии симметрии несколько раз произойдет совмещение этой фигуры с исходным положением. Если для примера взять несколько простейших фигур, то можно получить ось симметрии многих порядков. Однако мы рассматриваем реальный кристалл, являющийся средой прерывной (дисконтинуум). Поэтому надо сначала расположить точки (атомы), например, в одной из координатных плоскостей, и затем провести через них систему прямых линий в соответствии с координатной системой. На рис. 27 представлено расположение точек по вершинам элементарных прямоугольников. Так как все прямоугольнички совершенно идентичны между собой, то расположение точек по вершинам прямоугольника характеризуется наличием оси симметрии второго порядка, которая проходит через центр элементарного прямоугольника и перпендикулярна его плоскости. При 8-4352.

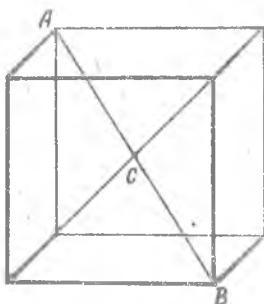


Рис. 26. Центр симметрии или центр инверсии

вращении прямоугольника вокруг этой оси на  $360^{\circ}$  совмещение с исходным положением произойдет два раза.

Аналогично докажем, что расположение точек, изображенное на рис. 28, характеризуется наличием оси симметрии четвертого порядка. Здесь элементарные ячейки представлены квадратами. Ось симметрии четвертого порядка проходит через центр квадрата. На рис.29 представлено расположение точек (атомов) по вершинам равносторонних элементарных треугольников. Здесь также очевидна симметрия как элементарных ячеек, так и их совокупности (большой равносторонний треугольник) из-за наличия оси симметрии третьего порядка. Она проходит через центр равностороннего треугольника и перпендикулярно его плоскости.

Расположение точек (атомов) по вершинам шестигранных сот будет характеризоваться наличием оси симметрии шестого порядка, проходящей через центр соты (рис.30).

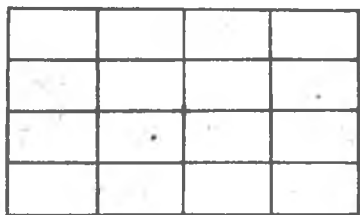


Рис.27. Ось симметрии второго порядка

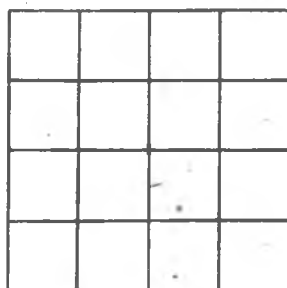


Рис.28. Ось симметрии четвертого порядка

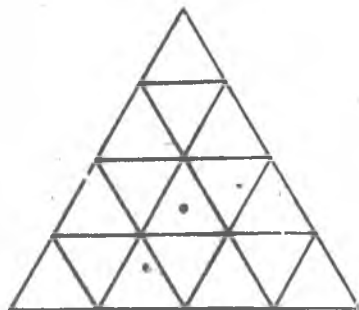


Рис.29. Ось симметрии третьего порядка

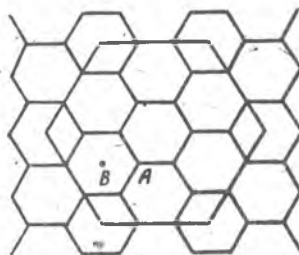


Рис.30. Ось симметрии шестого порядка

Этим исчерпывается возможное расположение точек (атомов) на плоскости. Нетрудно заметить, что оно эквивалентно укладке простых геометрических фигур на плоскости без образования между ними зазоров, например, замощение полов плитками, имеющими форму прямоугольников, треугольников, квадратов и шестиугольников. Беззазорное замощение плоскости пятиугольниками и восьмиугольниками невозможно, так как в кристаллах можно показать существование только четырех простых осей симметрии. Приняты следующие обозначения указанных элементов симметрии: центр симметрии -  $C$ , плоскость симметрии -  $P$ , оси симметрии -  $L_1, L_2, L_3, L_4, L_6$ .

Кроме рассмотренных простых элементов симметрии, существуют сложные - комбинации простых элементов симметрии. Мы рассмотрим только один сложный элемент симметрии - инверсионную ось. Это такая прямая, при повороте вокруг которой на определенный угол с последующим отражением в центральной точке фигуры, как в центре инверсии, происходит совмещение фигуры с исходным положением. Из определения следует, что инверсионная ось есть совокупность простой оси симметрии и центра инверсии, действующих совместно. Однако в модели с инверсионной осью отдельно центр инверсии отсутствует. Примером инверсионной оси симметрии 4-го порядка может служить фигура, представленная на рис. 31, которая ограничена четырьмя равнобедренными треугольниками. В этой фигуре есть ось симметрии 2-го порядка  $L_2$ , совпадающая с инверсионной осью 4-го порядка, и отсутствует центр симметрии  $C$ .

Рассмотренная нами инверсионная ось симметрии 4-го порядка обозначается  $L_{i4}$ . Кроме того, в этой фигуре имеется ось симметрии 4-го порядка  $L_4$  в комбинации с плоскостью симметрии  $P$ , расположенной перпендикулярно  $L_4$  и на половине её длины. Это записывается так:  $L_{i4} \equiv L_4$ , т.е. инверсионная ось 4-го порядка всегда является и осью 2-го порядка.

После анализа всех инверсионных осей получили:

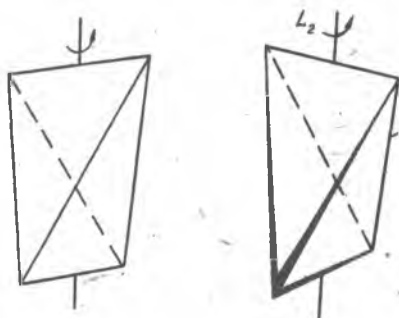


Рис.31. Инверсионная ось четвертого порядка



а) инверсионная ось первого порядка есть центр симметрии:

$$L_{i1} = C;$$

б) инверсионная ось второго порядка есть плоскость симметрии:

$$L_{i2} = P;$$

в) инверсионная ось третьего порядка есть ось симметрии 3-го порядка и центр инверсии:

$$L_{i3} = L_3 C,$$

т.е. здесь существуют самостоятельно и  $L_3$  и  $C$ ;

г) инверсионная ось 4-го порядка есть ось симметрии 2-го порядка:

$$L_{i4} \equiv L_2;$$

д) инверсионная ось 6-го порядка всегда равна оси 3-го порядка и плоскости симметрии, расположенной перпендикулярно к ней  $L_{i6} = L_3 P (P \perp L_3)$ . Итак из рассмотренных инверсионных осей самостоятельные значения имеют лишь две  $L_{i4}$  и  $L_{i6}$ .

Итак, существуют следующие самостоятельные элементы симметрии: центр симметрии -  $C$ ; плоскость симметрии -  $P$ ; оси симметрии -  $L_2, L_3, L_4, L_6$ ; инверсионные оси -  $L_{i4}, L_{i6}$ .

Как уже отмечалось выше, Гадолин доказал возможность существования всего лишь 32 комбинаций из простейших восьми элементов симметрии для семи кристаллографических систем. Они приведены в табл. 7. В триклинной системе всего два класса симметрии - моноклинный и пинакоидальный. Первый не имеет ни одного элемента симметрии, а во втором имеется только центр симметрии  $C$ . Зато в кубической системе в классе симметрии гексоктаэдрическом мы находим следующие элементы симметрии - три оси симметрии 4-го порядка, четыре оси симметрии 3-го порядка, шесть осей симметрии 2-го порядка, девять плоскостей симметрии и центр симметрии ( $3L_4, 4L_3, 6L_2, 9P, C$ ). Этот класс представляет высшую степень совершенства кристаллической "архитектуры", которая создана природой.

Теперь с полной достоверностью мы утверждаем, что в природе существуют представители всех 32 классов симметрии и не существует кристаллов, не входящих в них. Этим морфология кристаллов исчерпывается. Но наука о кристаллах продолжает развиваться в других направлениях - структурная кристаллография, кристаллофизика и кристаллохимия. Одним из достижений современности является искусственное получение алмазов и рубинов. Алмазы получают в виде мелких кристалликов, которые идут на изготовление абразивного инструмента. Искусственные рубины в большом количестве потребляются часовой промышленностью в качестве подшипников.

Таблица 7

Система	Кол-во классов	Элементы симметрии
Триклинная	2	$C$
Моноклинная	3	$P, L_2, L_2 PC$
Ромбическая	3	$L_2 2P, 3L_2, 3L_2 3PC$
Тригональная Ромбоэдрическая	5	$L_3, L_3 C, L_3 3P, L_3 3L_2, L_3 3L_2 3PC$
Тетрагональная	7	$L_4, L_4 PC, L_4 4P, L_4 4L_2, L_4 4L_2 5PC, L_{i4},$ $L_{i4} 2L_2 2P$
Гексагональная	7	$L_6, L_6 PC, L_6 6P, L_6 6L_2, L_6 6L_2 7PC, L_{i6}$
Кубическая	5	$4L_3 3L_2, 4L_3 3L_2 3PC, 4L_3 3L_2 6P,$ $3L_4 4L_3 6L_2, 3L_4 4L_3 6L_2 9P$

## § 2. Индексы граней

Уравнение плоскости в аналитической геометрии имеет несколько видов. Воспользуемся уравнением плоскости в отрезках

$$\sum \frac{x_i}{b_i} = 1,$$

где  $x_i$  - текущая координата, а  $b_i$  - отрезки, отсекаемые плоскостью на осях координат. Суммирование по  $i$  ведется от I до 3. Если  $\alpha_i$  - направляющие косинусы и  $d$  - расстояние от начала координат до плоскости по нормали к ней, то

$$d = b_i \alpha_i \quad \text{или} \quad b_i = \frac{d}{\alpha_i}. \quad (\text{П.1})$$

В кристалле реальные плоскости проходят через атомы или ионы, расположенные в узлах кристаллической решетки. Поэтому отрезки, отсекаемые плоскостями в кристаллической решетке, всегда будут кратными величине параметра, т.е.

$$b_i = a \rho_i \quad - \text{отрезок, отсекаемый гранью на осях,} \quad (\text{П.2})$$

где  $a$  - параметр кристаллической решетки, а  $\rho_i$  - целые числа. Согласно (П.1) и (П.2), запишем

$$\rho_i = \frac{b_i}{a} = \frac{d}{a \alpha_i}. \quad (\text{П.3})$$

Введем новые числа  $h_i$  по условию

$$h_1; h_2; h_3 = \frac{1}{\rho_1}; \frac{1}{\rho_2}; \frac{1}{\rho_3}$$

Тогда получим

$$h_i = \frac{k}{\rho_i}, \quad (\text{П.4})$$

где  $k = \rho_1 \rho_2 \rho_3$ .

Теперь подставим в выражение для  $h_i$  (П.4) значение  $\rho_i$  из (П.3) и получим

$$h_i = \frac{k a \alpha_i}{d}$$

$$\text{или } \frac{a \alpha_i}{d} = \frac{h_i}{k} = h_i^* \quad \text{индексы Миллера.} \quad (\text{П.5})$$

Возведем в квадрат каждое значение  $h_i$  и сложим их:

$$\sum h_i^2 = \frac{k^2 a^2}{d^2} \sum \alpha_i^2 = \frac{k^2 a^2}{d^2},$$

откуда

$$d^2 = \frac{a^2 k^2}{\sum h_i^2} = \frac{a^2}{\sum \frac{h_i^2}{k^2}} \quad \text{или } d = \frac{a}{\sqrt{\sum \frac{h_i^2}{k^2}}}, \quad (\text{П.6})$$

т.е. расстояние от начала координат до плоскости выражается через введенные числа  $h_i$  и параметр кристаллической решетки.

Из (П.5) и (П.6) можно получить выражение для направляющих синусов:

$$\alpha_i = \frac{h_i}{\sqrt{\sum h_i^2}} = \frac{1}{k}$$

Если ввести новые числа  $h_i^*$  по условию  $h_i^* = \frac{h_i}{k}$ ,

т.е. сократить совокупность этих чисел на общего множителя, то получим

$$\alpha_i = \frac{h_i^*}{\sqrt{\sum h_i^{*2}}}, \quad d = \frac{a}{\sqrt{\sum h_i^{*2}}}. \quad (\text{П.7})$$

Введенные три числа  $h_i$  без общего множителя однозначно определяют положение грани через направляющие косинусы и расстояние до грани от начала координат. Эти числа принято называть индексами граней. Индексы граней  $h_i$  - величины, обратно пропорциональны отрезкам  $\rho_i$ , отсекаемым на осях координат. Совокупность трех индексов, сокращенная на общего множителя, называется индексами Миллера. В дальнейших рассуждениях будем пользоваться индексами без звездочки, оговаривая в соответствующих местах, какие индексы ввели.

Итак, три индекса  $h_1, h_2, h_3$  однозначно определяют положение грани. Принято грани записывать в виде трех чисел  $h_i$ , заключе

ных в круглые скобки ( $h_1, h_2, h_3$ ). Например, грань ромбического додекаэдра записывается как (110) и читается - один, один, ноль (а не сто десять!).

Так как индексы фактически представляют собой особую форму уравнения плоскости в отрезках, то, пользуясь аналитической геометрией, можно написать выражение для угла между двумя гранями. (Угол между двумя гранями или плоскостями есть угол между нормальными - между двумя прямыми).

$$\cos \psi = \cos (nn') = \sum \alpha_i \alpha'_i = \frac{\sum h_i h'_i}{\sqrt{\sum h_i^2} \sqrt{\sum h_i'^2}} \quad (\text{П.8})$$

Если грань отсекает по осям отрицательный отрезок, то над соответствующим индексом ставится знак минус, например (10 $\bar{1}$ ).

Для описания прямых, проходящих в кристалле (ребра, прочие прямые) применяется следующее правило. Любая прямая переносится параллельно себе в начало координат. Затем выбирается также любая точка и определяются ее координаты по осям:  $x, y, z$ . Затем эти числа делятся на параметры решетки  $a, b, c$ . Символы для прямой получаются из отношения

$$\frac{x}{a} : \frac{y}{b} : \frac{z}{c} = u : v : w \quad (\text{П.9})$$

Обратные величины, как при определении индексов граней, здесь не берутся. Полученные индексы для прямой заключаются в квадратные скобки

$$[uvw]$$

Согласно этому правилу для ребра, куба, диагонали грани и большой диагонали куба, проведенным из начала координат, получим соответственно следующие индексы:

$$[100], [110] \text{ и } [111].$$

Если написать все возможные в кубе ребра и диагонали, то получим

ребра куба	диагонали граней	диагонали куба
[100]	[110], [10 $\bar{1}$ ], [011]	[111], [1 $\bar{1}\bar{1}$ ]
[010]	[1 $\bar{1}$ 0], [10 $\bar{1}$ ], [0 $\bar{1}\bar{1}$ ]	[ $\bar{1}\bar{1}$ 1], [ $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$ ]
[001]		

Угол между двумя прямыми с индексами  $[uvw]$  и  $[u'v'w']$  определим уравнением

$$\cos \psi = \frac{uu' + vv' + ww'}{\sqrt{u^2 + v^2 + w^2} \sqrt{u'^2 + v'^2 + w'^2}} \quad (\text{П.10})$$

а угол между прямой и плоскостью - уравнением

$$\cos f = \frac{h_1 u + h_2 v + h_3 w}{\sqrt{h_1^2 + h_2^2 + h_3^2} \sqrt{u^2 + v^2 + w^2}} \quad (\text{П.11})$$

Для примера решим несколько определений углов. Угол между ребром куба  $[100]$  и диагональю грани  $[101]$  будет равен

$$\cos \psi = \frac{1}{\sqrt{2}} = \frac{\sqrt{2}}{2}, \quad \psi = 45^\circ$$

Ниже приводятся значения углов между прямыми в кубе или гранями, перпендикулярными к этим прямым.

Индексы прямых	$\cos \psi$	$\psi$
$[100]$ $[010]$	0	$90^\circ$
$[100]$ $[110]$	$\frac{2}{\sqrt{2}}$	$45^\circ$
$[100]$ $[1\bar{1}0]$	0	$45^\circ$
$[100]$ $[111]$	$\frac{1}{\sqrt{3}}$	$54^\circ 44'$
$[110]$ $[111]$	$\frac{2}{\sqrt{6}}$	$35^\circ 45'$
$[110]$ $[1\bar{1}1]$	0	$90^\circ$
$[111]$ $[1\bar{1}\bar{1}]$	$\frac{1}{3}$	$70^\circ 30'$

### § 3. Решетки Бравэ

Раньше считали кристаллы средой непрерывной. Французский кристаллограф Габи первый высказал предположение, что кристалл является средой прерывной (середина XIX столетия). Таким образом, появилось два представления о кристаллах, которые называются континуум — непрерывная среда, и дисконтинуум — прерывная среда. В настоящее время нет никакого сомнения в том, что кристалл является дисконтинуумом, т.е. средой прерывной. Бравэ предложил математическое описание кристаллов с точки зрения дисконтинуума производить путем замены атомов или ионов точками, которым приписываются вполне конкретные координаты.

Каждый кристалл представляем в виде совокупности точек, правилу но расположенных в пространстве. Если провести через них прямые, получим пространственную решетку, в узлах которой будут находиться точки. Описание кристалла сводим к описанию одной элементарной ячейки из решетки, для чего воспользуемся ребрами ячейки, которые

можно описать тремя векторами  $\bar{a}_1$ ,  $\bar{a}_2$ ,  $\bar{a}_3$ , так называемыми трансляциями. По абсолютной величине векторы пропорциональны осям кристалла  $a$ ,  $b$ ,  $c$ . Если заданы координаты точки, расположенной в начале координат 000, и даны три трансляционных вектора, то путем перемещений этой точки можно обойти все вершины параллелепипеда, построенного на векторах. Поэтому математическое задание группы координат центров с соответствующими трансляциями называется базисом.

Если число центров равно 1, то базис называется простой трансляционной решеткой Браве, и описывается так:

$$\bar{a}_1, \bar{a}_2, \bar{a}_3 \quad 000.$$

Возьмем простой базис и вставим в него второй базис так, чтобы начало координат второго базиса было в центре первого. Тогда получим координаты базисов 000 и 1/2 1/2 1/2.

Такая решетка называется объемно-центрированной трансляционной решеткой Браве.

Рассмотрим еще несколько типов трансляционных решеток.

Односторонне-центрированная решетка имеет координаты базисов 000 0 1/2 1/2.

Всесторонне-центрированная решетка имеет координаты базисов 000 0 1/2 1/2 1/2 0 1/2 1/2 1/2 0.

Основной выбор координат базисов по Браве является построение новой решетки путем выбора новых осей так, чтобы получить новый базис с одним центром. При этом условии Браве получил для всех 7 кристаллографических систем только 14 решеток, носящих его имя.

В кубической системе имеется три решетки Браве с координатами: простая 000;

объемноцентрированная 000, 1/2 1/2 1/2;

гранецентрированная 000, 0 1/2 1/2, 1/2 0 1/2, 1/2 1/2 0.

Для всех этих решеток будут ещё по три трансляционных вектора

$$\bar{a}_1, \bar{a}_2, \bar{a}_3.$$

В настоящее время решетки Браве являются основными при изучении структур кристаллов и поликристаллических тел. Как правило, решетка всегда описывается числом атомов в базисе, координатами этих атомов и тремя трансляционными векторами.

На рис. 32 представлены все 14 решеток Браве.

— триклинная система характеризуется только одной простой решеткой; П — моноклинная система имеет две решетки: а — простую

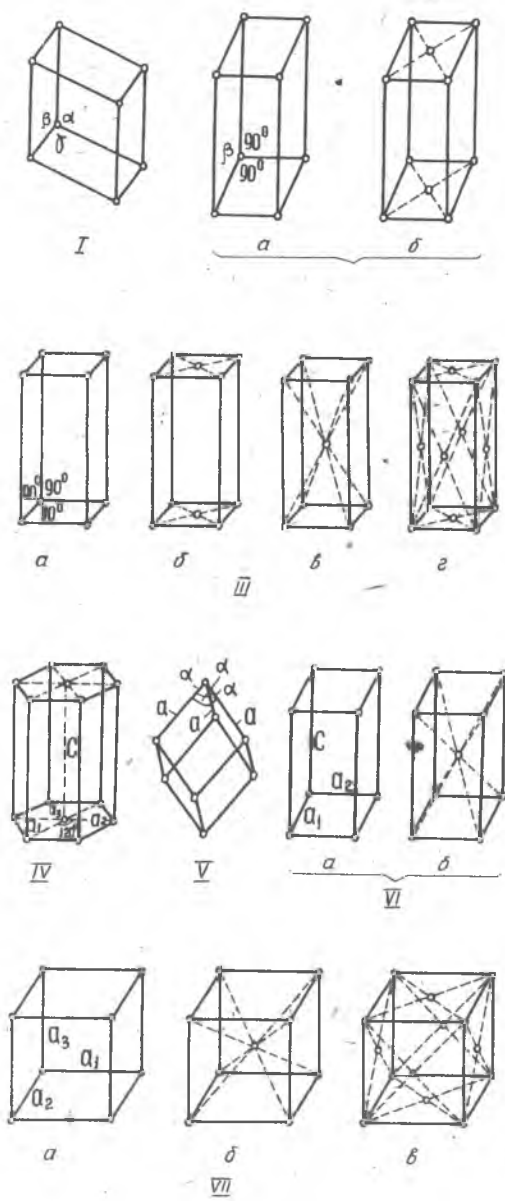


Рис. 32. Решетки Браве

и б - односторонне-гранецентрированную; в ромбической системе Ш четыре решетки: а - простая, б - односторонне-гранецентрированная, в - объемно-центрированная и г - всесторонне-гранецентрированная. Гексагональная 1У и ромбоэдрическая У могут быть только такими, как изображено на рис. 32. В тетрагональной системе У1 имеется: а - простая и б - объемно-центрированная решетки; в кубической системе УП может быть три решетки: а - простая, б - объемно-центрированная, в - гранецентрированная.



Г л а в а III.

ОСНОВЫ РЕНТГЕНОСТРУКТУРНОГО АНАЛИЗА

§ I. Квадратичная форма

В 1912 году немецкий физик-теоретик Макс фон Лауэ опубликовал работу, которая положила начало новому направлению в науке, — рентгеновский структурный анализ. Со времени открытия Рентгеном нового вида излучения его природа оставалась невыясненной, несмотря на упорные исследования многих ученых. Попытки получить дифракционную картину этого излучения на обычных дифракционных решетках оканчивались неудачей.

Лауэ сделал очень смелое предположение: кристалл по отношению к рентгеновским лучам является дифракционной решеткой трех измерений или, иными словами, длина волны рентгеновских лучей соизмерима с размерами элементарной ячейки кристаллической решетки. По существу, предположение Лауэ содержало волновую природу рентгеновских лучей электромагнитного происхождения. Так возникла задача о дифракции электромагнитных волн в дифракционной решетке трех измерений. Эта задача была решена Лауэ в общем виде для кристаллов триклинной системы. Мы сделаем этот вывод с некоторыми упрощениями для кубической системы.

На рис. 33 показана часть кристаллической решетки по кристаллографическому направлению  $\vec{a}_1$ . Рентгеновские лучи с длиной волны  $\lambda$  падают на кристалл по направлению единичного вектора  $\vec{S}_0$ .

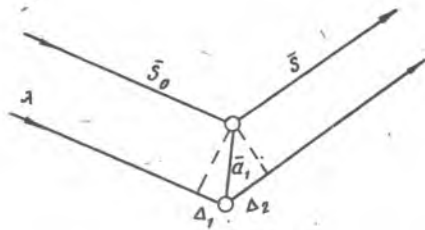


Рис. 33. Схема к выводу условий Лауэ

Интерференционный максимум пусть будет виден по направлению единичного вектора  $\vec{S}$ , пунктиром обозначен фронт волны. Тогда разность хода падающего и дифрагированного лучей обозначим  $\Delta_1$  и  $\Delta_2$ . В частном случае разность хода  $\Delta_1$  может равняться нулю, если направление  $\vec{S}_0$  перпендикулярно  $\vec{a}_1$ . Но разность

хода дифрагированного луча  $\Delta_2$  никогда не равна нулю. Из оптики известно, что интерференционный максимум будет наблюдаться при условии равенства общей разности хода двух лучей от двух когерентных источников целому числу длин волн  $\lambda$ , т.е.

$$\Delta = n\lambda. \quad (\text{Ш.1})$$

Общая или полная разность хода определяется как сумма двух разностей хода  $\Delta = \Delta_1 + \Delta_2$ . Разность хода есть проекция параметра кристаллической решетки  $\vec{a}$ , на единичные векторы  $\vec{S}_0$  и  $\vec{S}$ , поэтому

$$\Delta_1 = -(\vec{a}, \vec{S}_0) \text{ и } \Delta_2 = (\vec{a}, \vec{S}).$$

Отсюда

$$\Delta = \Delta_1 + \Delta_2 = (\vec{a}, \vec{S}) - (\vec{a}, \vec{S}_0) = (\vec{a}, \vec{S} - \vec{S}_0). \quad (\text{Ш.2})$$

Если в (Ш.1) подставить (Ш.2), получим условие для интерференционного максимума

$$(\vec{a}, \vec{S} - \vec{S}_0) = n\lambda$$

по первому координатному направлению в кристалле. Для всех трех направлений в кристалле мы получим

$$\left. \begin{aligned} (\vec{a}_1, \vec{S} - \vec{S}_0) &= h_1\lambda \\ (\vec{a}_2, \vec{S} - \vec{S}_0) &= h_2\lambda \\ (\vec{a}_3, \vec{S} - \vec{S}_0) &= h_3\lambda \end{aligned} \right\} \quad (\text{Ш.3})$$

или в сокращенном виде

$$(\vec{a}_i, \vec{S} - \vec{S}_0) = h_i\lambda.$$

Эти три уравнения называются условиями Лауэ. В них  $h_1, h_2, h_3$  - целые числа, физический смысл которых будет выяснен позже.

Если мы введем направляющие косинусы для единичных векторов  $\vec{S}$  и  $\vec{S}_0$  соответственно  $\alpha_i$  и  $\alpha_{0i}$  с условием, что

$$\sum \alpha_i^2 = 1 \text{ и } \sum \alpha_{0i}^2 = 1, \quad (\text{Ш.4})$$

то уравнения (Ш.3) можно написать в виде

$$\vec{a}_i(\alpha_i - \alpha_{0i}) = h_i\lambda, \quad (\text{Ш.5})$$

откуда

$$\alpha_i = \alpha_{0i} + \frac{h_i}{a} \lambda.$$

Теперь возведем в квадрат каждую строчку в (Ш.5) и сложим их вместе, предварительно заметив, что для кубической системы

$$|\vec{a}_1| = |\vec{a}_2| = |\vec{a}_3| = a \text{ и } \vec{a}_1^2 = \vec{a}_2^2 = \vec{a}_3^2;$$

$$\sum_i \alpha_i^2 = \sum \alpha_{0i}^2 + \frac{\lambda^2}{a^2} \sum h_i^2 + 2 \frac{\lambda}{a} \sum \alpha_{0i} h_i$$

или, учтя (Ш.4), получим  $\frac{\lambda^2}{a^2} \sum h_i^2 + 2 \frac{\lambda}{a} \sum \alpha_{oi} h_i = 0$ .

Так как  $\frac{\lambda}{a}$  никогда не равно нулю, мы можем сократить на этот множитель и получим

$$\begin{aligned} & \frac{\lambda}{a} \sum h_i^2 + 2 \sum \alpha_{oi} h_i = 0, \\ \text{откуда} \quad & \lambda = -2a \frac{\sum \alpha_{oi} h_i}{\sqrt{\sum h_i^2}}. \end{aligned} \quad (\text{Ш.6})$$

Представим это уравнение в таком виде:

$$\lambda = -2 \frac{a}{\sqrt{\sum h_i^2}} \cdot \frac{\sum \alpha_{oi} h_i}{\sum h_i^2}. \quad (\text{Ш.7})$$

Если числа  $h_i$  в условиях Лауэ есть индексы кристаллографических граней, то первый множитель - расстояние между гранями  $d$ :

$$\frac{a}{\sqrt{\sum h_i^2}} = d,$$

а второй множитель - произведение из направляющих косинусов единичного вектора  $\vec{S}_0$  (направление падающего луча) и направляющих косинусов нормали к грани с индексами  $h_i$ :

$$\frac{h_i}{\sqrt{\sum h_i^2}} = \alpha_i,$$

что следует из определения индексов граней  $h_i$ . Тогда второй множитель в (Ш.7) есть косинус угла между векторами  $\vec{S}_0$  и  $\vec{N}$ , т.е.

$$\sum \alpha_{oi} \frac{h_i}{\sqrt{\sum h_i^2}} = \cos(\vec{S}_0, \vec{N}) = \cos \varphi$$

( $\vec{N}$  - нормаль к грани с индексами  $h_i$ )

и формула (Ш.7) преобразуется в

$$\lambda = -2d \cos \varphi = -2d \cos(90^\circ + \theta) = 2d \sin \theta. \quad (\text{Ш.8})$$

На рис. 34 представлена геометрическая интерпретация этого уравнения.

Первичный луч длиной волны  $\lambda$  направлен по  $PO$  и характеризуется единичным вектором  $\vec{S}_0$ . Интерференционный максимум направлен по  $OB$  совпадающим с единичным вектором  $\vec{S}$ ,  $gg$  - отражающая грань и  $\vec{N}$  - направление нормали к грани  $gg$ . Мы будем рассматривать треугольник  $OAB$ , построенный на единичных векторах  $\vec{S}_0$  и  $\vec{S}$ . Этот треугольник равнобедренный. Сторону  $AB$  равную разности единичных векторов, обозначим

$$\vec{S} - \vec{S}_0 = H.$$

При строгом выводе доказывается, что вектор  $\vec{H}$  параллелен

нормали  $\vec{N}$  к грани  $gg$ , т.е.  $OC$  — след грани  $gg$  является высотой в равнобедренном треугольнике  $OAB$ . Если  $\theta$  — угол между  $\vec{s}_0$  и гранью  $gg$ , то угол между  $\vec{s}$  и  $\vec{s}_0$  будет равен  $2\theta$ . Из рис.34 видно, что угол  $\varphi = 90^\circ + \theta$ , следовательно, уравнение (III.8) примет вид

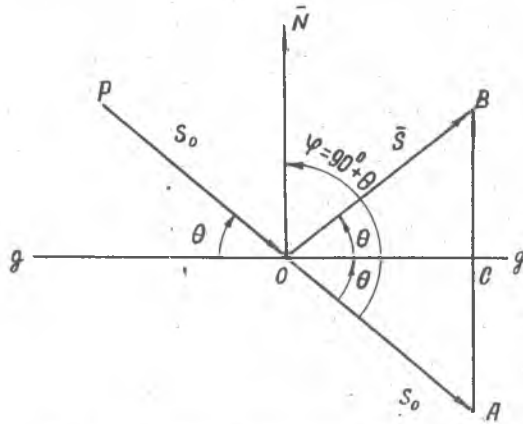


Рис.34. Геометрическая интерпретация квадратичной формы

$$\lambda = 2d \sin \theta \quad (III.9)$$

Его можно написать и так

$$\sin^2 \theta = \frac{\lambda^2}{4a^2} \sum h_i^2 \quad (III.10)$$

При строгом выводе получается уравнение в таком же виде, только в правой части стоит более сложное выражение и его принято называть квадратичной формой. В общем виде квадратичная форма (уравнение III.10) позволяет вычислить только направление интерференционного максимума  $\theta$ , если известна длина волны  $\lambda$  и параметр кристаллической решетки  $a$ . Если из эксперимента известен угол  $\theta$ , то из уравнения (III.9) можно вычислить  $d$  при известной длине волны  $\lambda$ .

Уравнение (III.9) для кристаллов кубической системы независимо друг от друга было выведено в Англии физиками У. Брэггом и У. Брэггом и у нас профессором Московского университета Д.В. Вульфом в 1913 году. В настоящее время это уравнение, являющееся частным случаем уравнения Лауэ (IV.1), називают уравнением Вульфа-Брэггов.

На рис.34 нетрудно увидеть, что имеется аналогия между законом отражения видимого света от зеркала и положением интерферен-

ционного максимума по отношению к направлению первичного луча и кристаллографической грани. Это дало основание применить к рентгеновской дифракционной картине терминологию оптики видимых лучей. Принято говорить: падающий луч ( $\vec{S}_0$ ), отраженный луч ( $\vec{S}$ ), отражающие грани (с индексами  $h_1, h_2, h_3$ ). Отмечаем, что рентгеновские лучи не отражаются от кристаллографических граней так, как отражается видимый свет от зеркала: для них условие отражения наблюдается при вполне дискретных значениях угла  $\theta$ , в то время как для видимых лучей отражение возможно при любом значении угла падения. Чисто внешнее сходство по форме, а не по существу, послужило основанием для введения в терминологию слова "отражение" и его производных.

Решение, данное Лауэ, было проведено экспериментально на кристалле цинковой обманки ( $ZnS$ ) кубической системы. В этой работе принимали участие Фридрих и Книппинг, результаты были опубликованы в 1912 г. Эта дата считается началом спектроскопии рентгеновских лучей и рентгеновского структурного анализа.

Опыты упомянутых авторов только подтвердили правильность предположений Лауэ при выводе его уравнений и основную гипотезу об электромагнитной природе рентгеновских лучей.

В уравнении Вульфа-Браггов ( $\sin \theta = \lambda / 2a$ ) имеется два неизвестных —  $\lambda$  и  $a$ . Параметр кристаллической решетки  $a$  кристалла *NaCl* был определен чисто расчетным путем следующим образом.

Вес элементарной ячейки кристалла хлористого натрия можно представить в виде

$$\rho = \rho \cdot a^3 \text{ гр.}$$

где  $\rho$  — плотность хлористого натрия. С другой стороны, вес элементарной ячейки может быть представлен через молекулярный вес  $M$

$$\rho = M m_n,$$

где  $m_n = 1,64 \cdot 10^{-24} \text{ г}$  — вес атома водорода.

Молекулярный вес хлористого натрия равен 58,454, плотность его  $\rho = 2,17 \text{ г/см}^3$ .

$$\text{Отсюда } \rho a^3 = M m_n \quad \text{или} \quad a = \sqrt[3]{\frac{M m_n}{\rho}}.$$

В этой формуле под знаком радикала стоят величины, которые определяются экспериментально с достаточно высокой степенью точности. Подставив эти значения под радикал, получим

$$a = 2,814 \cdot 10^{-8} \text{ см.}$$

Итак, вычисленная величина параметра кристаллической решетки хлористого натрия оказалась равной по порядку величины  $10^{-8}$  см. Отсюда следует, что и длина волны рентгеновских лучей будет того же порядка. Теперь можно объяснить неудачи определения длины волны рентгеновских лучей при помощи дифракционных решеток для видимого света. В них параметр составляет величину, отличающуюся от кристаллического параметра на 3 порядка ( $10^3$ ). В предыдущих главах приводились рассуждения и экспериментальные факты, которые подтверждали квантовую природу рентгеновских лучей. В этой главе описываются расчёты с экспериментальной проверкой, подтверждавшие волновую природу рентгеновских лучей. Двойственная природа рентгеновских лучей существует по настоящее время, ибо ещё не удалось создать такую теорию и на её основе вывести уравнение, которое описывало бы и волновую теорию и квантовую. Однако, двойственная природа рентгеновских лучей и отсутствие единого уравнения не мешают проведению количественных расчётов по выведенным формулам.

## § 2. Структурная амплитуда

Решение уравнения Лауэ приводит к зависимости направления дифрагированного луча от расстояния между отражающими гранями и от длины волны. Однако этого ещё недостаточно для полного решения вопроса о дифракции, так как неизвестна интенсивность дифрагированных лучей. Таким образом, полное решение задачи о дифракции рентгеновских лучей от любой кристаллической решетки должно включать, с одной стороны, направление, а с другой - интенсивность дифрагированных лучей.

Уравнение электромагнитного луча мы будем писать в комплексной форме

$$E_1 = E_0 e^{i\omega\tau} = E_0 (\cos \omega\tau + i \sin \omega\tau),$$

где  $E_0$  - амплитуда падающего луча;  $E_1$  - амплитуда падающего луча в момент времени  $\tau$ ;  $e$  - основание натуральных логарифмов;  $\omega = 2\pi\nu$  ( $\nu$  - частота падающего луча) и  $\nu = \frac{c}{\lambda}$  ( $\lambda$  - длина волны и  $c$  - скорость света);  $i = \sqrt{-1}$ . Уравнение дифрагированного луча  $E_2$  следует писать в форме

$$E_2 = E_0 e^{i\omega(\tau + \psi)},$$

где  $\psi$  - фаза, обусловленная разностью хода между падающим и дифрагированным лучами. Уравнение дифрагированного луча можно написать так:

$$E_2 = E_0 e^{i\omega\psi} \cdot e^{i\omega\tau}.$$

Здесь член, описывающий колебательный процесс  $e^{i\omega t}$ , остался неизменным. Таким образом, частота дифрагированного рентгеновского луча после прохождения через кристалл остается неизменной, амплитуда приняла более сложный вид по сравнению с амплитудой падающего луча  $E_0$ .

$$E_0 e^{i\omega\varphi} \quad (Ш.11)$$

Чтобы вычислить новую амплитуду, надо найти выражение для фазы  $\varphi$ .

Кристаллическая решетка полностью и однозначно описывается трансляциями в общем виде

$$\vec{R}_n = x_n \vec{a}_1 + y_n \vec{a}_2 + z_n \vec{a}_3, \quad (Ш.12)$$

где  $x_n, y_n, z_n$  - координаты базисных атомов, а  $n$  - число атомов в базисе. Введем вектор  $\vec{H}$  по условию

$$\vec{H} = \vec{s} - \vec{s}_0,$$

тогда разность хода между падающим и дифрагированным лучами можно записать следующим образом:

$$\Delta_i = (\vec{a}_i, \vec{s} - \vec{s}_0) = (\vec{a}_i, \vec{H}).$$

Полная разность хода будет равна сумме отдельных разностей ходов

$$\Delta = \sum \Delta_i = (\vec{a}_1, \vec{H}) + (\vec{a}_2, \vec{H}) + (\vec{a}_3, \vec{H}). \quad (Ш.13)$$

Но это выражение представляет проекцию вектора  $\vec{R} = \vec{a}_1 + \vec{a}_2 + \vec{a}_3$  на вектор  $\vec{H}$ . Тогда  $\Delta = (\vec{R}, \vec{H})$

или для более общего случая, когда в базисе  $n$  атомов,

$$\Delta_n = (\vec{R}_n, \vec{H}).$$

Зная разность хода, можно вычислить и фазу  $\varphi$ . Для этого разность хода  $\Delta_n$  надо выразить в долях скорости света, т.е.

$$\varphi = \frac{1}{c} \Delta_n = \frac{1}{c} (\vec{R}_n, \vec{H}). \quad (Ш.14)$$

Теперь перейдем к вычислению фазы  $\varphi$ . Сначала вычислим вектор  $\vec{H}$ . Найдем его скалярное значение:

$$H^2 = \vec{s}^2 + \vec{s}_0^2 - 2(\vec{s}, \vec{s}_0) = 2(1 - \cos 2\theta) = 4 \sin^2 \theta. \quad (Ш.15)$$

С другой стороны, из квадратичной формы имеем

$$4 \sin^2 \theta = \frac{\lambda^2}{a_i^2} \sum h_i^2.$$

Введем параметр решетки  $a$  под знак суммы и напишем его в векторном виде:

$$4 \sin^2 \theta = \lambda^2 \sum \frac{h_i^2}{a_i^2} = \lambda^2 \sum \frac{h_i^2}{a_i^2}. \quad (Ш.16)$$

Тогда из (Ш.15) и (Ш.16) получаем

$$\vec{H}^2 = \lambda^2 \left( \frac{h_1^2}{\bar{a}_1^2} + \frac{h_2^2}{\bar{a}_2^2} + \frac{h_3^2}{\bar{a}_3^2} \right). \quad (\text{Ш.17})$$

По правилам векторной алгебры можно написать

$$\vec{H}^2 = \lambda^2 \left( \frac{h_1}{\bar{a}_1} + \frac{h_2}{\bar{a}_2} + \frac{h_3}{\bar{a}_3} \right)^2$$

или

$$\vec{H} = \lambda \left( \frac{h_1}{\bar{a}_1} + \frac{h_2}{\bar{a}_2} + \frac{h_3}{\bar{a}_3} \right). \quad (\text{Ш.18})$$

Зная вектор  $\vec{H}$ , можно вычислить фазу  $\psi$ , подставив (Ш.18) и (Ш.12) в (Ш.14):

$$\psi = \frac{1}{c} (\vec{R}_n \vec{H}) = \frac{\lambda}{c} (\bar{a}_1 x_n + \bar{a}_2 y_n + \bar{a}_3 z_n, \frac{h_1}{\bar{a}_1} + \frac{h_2}{\bar{a}_2} + \frac{h_3}{\bar{a}_3}).$$

Здесь в выражении для вектора  $\vec{H}$  стоят векторы  $\frac{1}{\bar{a}_i}$ , которые параллельны векторам  $\bar{a}_i$ . Проведя операцию скалярного умножения, получим для фазы выражение

$$\psi = \frac{\lambda}{c} (h_1 x_n + h_2 y_n + h_3 z_n). \quad (\text{Ш.19})$$

Теперь подставляем значение фазы  $\psi$  из (Ш.19) в выражение для амплитуды (Ш.11) и, учтя  $\omega = 2\pi \frac{c}{\lambda}$ , получим

$$S_n = e^{2\pi i (h_1 x_n + h_2 y_n + h_3 z_n)}$$

В кристаллической решетке могут быть атомы с разными атомными номерами  $A_n$ . Рассеивающая способность атома пропорциональна числу электронов или атомному номеру. Поэтому выражение для амплитуды следует писать в таком виде:

$$S = \sum_n A_n e^{2\pi i (h_1 x_n + h_2 y_n + h_3 z_n)}. \quad (\text{Ш.20})$$

Это и есть структурная амплитуда. Так это выражение названо потому, что его величина зависит от значения, стоящего в показателе в скобках. Там же стоят координаты базисных атомов и индексы граней, т.е. величины, характеризующие структуру кристаллической решетки.

### §3. Вычисление структурной амплитуды

Для вычисления структурной амплитуды необходимо знать количество атомов в базисе и их координаты. Вычислим структурную амплитуду



Здесь член, описывающий колебательный процесс  $e^{i\omega t}$ , остался неизменным. Таким образом, частота дифрагированного рентгеновского луча после прохождения через кристалл остается неизменной, амплитуда приняла более сложный вид по сравнению с амплитудой падающего луча  $E_0$ .

$$E_0 e^{i\omega \psi} \quad (III.11)$$

Чтобы вычислить новую амплитуду, надо найти выражение для фазы  $\psi$ .

Кристаллическая решетка полностью и однозначно описывается трансляциями в общем виде

$$\vec{R}_n = x_n \vec{a}_1 + y_n \vec{a}_2 + z_n \vec{a}_3, \quad (III.12)$$

где  $x_n, y_n, z_n$  - координаты базисных атомов, а  $n$  - число атомов в базисе. Введем вектор  $\vec{H}$  по условию

$$\vec{H} = \vec{S} - \vec{S}_0,$$

тогда разность хода между падающим и дифрагированным лучами можно записать следующим образом:

$$\Delta_i = (\vec{a}_i, \vec{S} - \vec{S}_0) = (\vec{a}_i, \vec{H}).$$

Полная разность хода будет равна сумме отдельных разностей хода:

$$\Delta = \sum \Delta_i = (\vec{a}_1, \vec{H}) + (\vec{a}_2, \vec{H}) + (\vec{a}_3, \vec{H}). \quad (III.13)$$

Но это выражение представляет проекцию вектора  $\vec{R} = \vec{a}_1 + \vec{a}_2 + \vec{a}_3$  на вектор  $\vec{H}$ . Тогда  $\Delta = (\vec{R}, \vec{H})$

или для более общего случая, когда в базисе  $n$  атомов,

$$\Delta_n = (\vec{R}_n, \vec{H}).$$

Зная разность хода, можно вычислить и фазу  $\psi$ . Для этого разность хода  $\Delta_n$  надо выразить в долях скорости света, т.е.

$$\psi = \frac{1}{c} \Delta_n = \frac{1}{c} (\vec{R}_n, \vec{H}). \quad (III.14)$$

Теперь перейдем к вычислению фазы  $\psi$ . Сначала вычислим вектор  $\vec{H}$ . Найдем его скалярное значение:

$$\vec{H}^2 = \vec{S}^2 + \vec{S}_0^2 - 2(\vec{S}, \vec{S}_0) = 2(1 - \cos 2\theta) = 4 \sin^2 \theta. \quad (III.15)$$

С другой стороны, из квадратичной формы имеем

$$4 \sin^2 \theta = \frac{\lambda^2}{a^2} \sum h_i^2.$$

Введем параметр решетки  $a$  под знак суммы и напомним его в векторном виде:

$$4 \sin^2 \theta = \lambda^2 \sum \frac{h_i^2}{a_i^2} = \lambda^2 \sum \frac{h_i^2}{a_i^2}. \quad (III.16)$$

Тогда из (Ш.15) и (Ш.16) получаем

$$\vec{H}^2 = \lambda^2 \left( \frac{h_1^2}{a_1^2} + \frac{h_2^2}{a_2^2} + \frac{h_3^2}{a_3^2} \right). \quad (\text{Ш.17})$$

По правилам векторной алгебры можно написать

$$\vec{H}^2 = \lambda^2 \left( \frac{h_1}{a_1} + \frac{h_2}{a_2} + \frac{h_3}{a_3} \right)^2$$

или

$$\vec{H} = \lambda \left( \frac{h_1}{a_1} + \frac{h_2}{a_2} + \frac{h_3}{a_3} \right). \quad (\text{Ш.18})$$

Зная вектор  $\vec{H}$ , можно вычислить фазу  $\psi$ , подставив (Ш.18) и (Ш.12) в (Ш.14):

$$\psi = \frac{1}{c} (\vec{R}_n \vec{H}) = \frac{\lambda}{c} (\bar{a}_1 x_n + \bar{a}_2 y_n + \bar{a}_3 z_n, \frac{h_1}{a_1} + \frac{h_2}{a_2} + \frac{h_3}{a_3}).$$

Здесь в выражении для вектора  $\vec{H}$  стоят векторы  $\frac{1}{a_i}$ , которые параллельны векторам  $\bar{a}_i$ . Произведя операцию скалярного умножения, получим для фазы выражение

$$\psi = \frac{\lambda}{c} (h_1 x_n + h_2 y_n + h_3 z_n). \quad (\text{Ш.19})$$

Теперь подставляем значение фазы  $\psi$  из (Ш.19) в выражение для амплитуды (Ш.11) и, учтя  $\omega = 2\pi \frac{c}{\lambda}$ , получим

$$S_n = e^{2\pi i (h_1 x_n + h_2 y_n + h_3 z_n)}$$

В кристаллической решетке могут быть атомы с разными атомными номерами  $A_n$ . Рассеивающая способность атома пропорциональна числу электронов или атомному номеру. Поэтому выражение для амплитуды следует писать в таком виде:

$$S = \sum_n A_n e^{2\pi i (h_1 x_n + h_2 y_n + h_3 z_n)} \quad (\text{Ш.20})$$

Это и есть структурная амплитуда. Так это выражение названо потому, что его величина зависит от значения, стоящего в показателе в скобках. Там же стоят координаты базисных атомов и индексы граней, т.е. величины, характеризующие структуру кристаллической решетки.

### §3. Вычисление структурной амплитуды

Для вычисления структурной амплитуды необходимо знать количество атомов в базисе и их координаты. Вычислим структурную амплитуду

для трех решеток кубической системы - простой, объемно-центрированной и гранецентрированной, пользуясь формулами (Ш.10) и (Ш.20).

а) Простая кубическая решетка. Координаты базисных атомов будут 000, т.к. в базисе имеется лишь один атом, находящийся в начале координат. Из уравнения (Ш.20) получим

$$S = \sum_n A_n e^{2\pi i (h_1 x_n + h_2 y_n + h_3 z_n)} = A e^{2\pi i 0} = A.$$

Структурная амплитуда не зависит от индексов граней и равна постоянной величине А (атомному номеру атома). Следовательно, в простой кубической решетке будут отражать все грани.

б) Объемно-центрированная кубическая решетка. Здесь в базисе имеется два атома:  $n=2$

и координаты их будут: 0 0 0 и  $1/2 \ 1/2 \ 1/2$ .

Подставив эти значения в выражение (Ш.20) для структурной амплитуды, получим

$$S = A_1 e^{2\pi i 0} + A_2 e^{\pi i \Sigma h_i} = A_1 + A_2 (\cos \pi \Sigma h_i + i \sin \pi \Sigma h_i).$$

Аргумент тригонометрических функций представляет собой четное или нечетное число  $\pi$  :

$$2k\pi \text{ и } (2k+1)\pi.$$

При четном значении суммы индексов грани первый член в скобках будет всегда равен единице, а второй - нулю, т.е.

$$\text{при } \Sigma h_i = 2k\pi, \quad \cos \pi \Sigma h_i = 1 \quad \text{и} \quad \sin \pi \Sigma h_i = 0.$$

При нечетном значении суммы индексов первый член в скобках будет равен единице, а второй нулю, т.е.

$$\text{если } \Sigma h_i = 2k+1, \text{ то } \cos \pi \Sigma h_i = -1 \text{ и } \sin \pi \Sigma h_i = 0.$$

$$\text{Итак, при } \Sigma h_i = 2k \quad S = A_1 + A_2 \text{ и если } A_1 = A_2 = A, \text{ то } S = 2A;$$

$$\text{при } \Sigma h_i = 2k+1 \quad S = A_1 - A_2 \text{ и если } A_1 = A_2 = A, \text{ то } S = 0.$$

Таким образом, в объемно-центрированной кубической решетке в отражении участвуют грани, у которых сумма индексов есть четное число, если все атомы однородны, и все грани, если атомы разнородны. В выражение для полной интенсивности можно подставить значение квадрата структурной амплитуды, поскольку она вещественна, т.е.

$$\text{при } \Sigma h_i = 2k \quad S^2 = (A_1 + A_2)^2; \quad S^2 = 4A^2$$

$$\text{при } A_1 = A_2$$

$$\text{при } \Sigma h_i = 2k+1 \quad S^2 = (A_1 - A_2)^2; \quad S^2 = 0.$$

в) Гранецентрированная кубическая решетка: в ее базисе 4 атома с координатами

$$\begin{array}{ccc} 0 & 0 & 0 \\ 1/2 & 1/2 & 0 \\ 1/2 & 0 & 1/2 \\ 0 & 1/2 & 1/2 \end{array}$$

В этом случае структурная амплитуда примет вид

$$S = A_1 + A_2 e^{\pi i (h_1 + h_2)} + A_3 e^{\pi i (h_2 + h_3)} + A_4 e^{\pi i (h_3 + h_1)}$$

Аналогично предыдущему примеру необходимо проанализировать условия обращения тригонометрических функций в 0, +1 и -1. Индексы граней  $h_1, h_2, h_3$  могут быть все четными и все нечетными. В последнем случае возможны три комбинации: все три индекса нечетные  $2k+1$ , один четный, два нечетных и два четных, один нечетный.

В первом случае, когда все индексы четные, любая пара индексов в сумме всегда даст четное число. Тогда структурная амплитуда примет вид

$$S = A_1 + A_2 + A_3 + A_4.$$

Если все три индекса нечетные, то любая пара их в сумме будет также четным числом, т.е.

$$S = A_1 + A_2 + A_3 + A_4.$$

В случае смешанных индексов, т.е. индексов разной четности, как нетрудно убедиться, попарно в сумме будет получаться две суммы нечетных и одна сумма четная. Тогда для структурной амплитуды получим

$$S = A_1 + A_2 - A_3 - A_4.$$

При однородных атомах, очевидно, получим  $S = 4A$  при одинаковой четности индексов и  $S = 0$  при смешанной четности.

Итак, в гранецентрированной кубической решетке с одинаковыми атомами отражают грани с индексами только одинаковой четности. В табл. 8 приведены индексы отражающих граней для трех типов кубических решеток с одинаковыми атомами.

Случай с разными атомами в решетке будет рассмотрен ниже в разделе, посвященном твердым растворам.

Просматривая табл. 8 легко заметить своеобразные закономерности.

В объемно-центрированной кубической решетке отношение квадратов синусов углов Вульфа - Брэггов пропорционально квадрату четных чисел и поэтому положение линий на рентгенограмме будет находиться приблизительно на равных расстояниях. В случае грани-

Таблица 8

Простая кубическая	! ОЦК	! ГЦК	! $\Sigma h_i^2$	! $\sqrt{\Sigma h_i^2}$
100	-	-	1	1,000
110	110	-	2	1,414
111	-	111	3	1,732
200	200	200	4	2,000
210	-	-	5	2,236
211	211	-	6	2,449
220	220	220	8	2,828
300 221	-	-	9	3,000
310	310	-	10	3,162
311	-	311	11	3,317
222	222	222	12	3,464
320	-	-	13	3,606
321	321	-	14	3,742
400	400	400	16	4,000
410	-	-	17	4,123
411	411	-	18	4,243
330	330	-	18	4,243
331	-	331	19	4,359
420	420	420	20	4,472
421	-	-	21	4,583
332	332	-	22	4,690
422	422	422	24	4,899
500 430	-	-	25	5,000
510 431	431	-	26	5,099
511 333	-	511 333	27	5,196
520 432	-	-	29	5,385
521	521	-	30	5,477

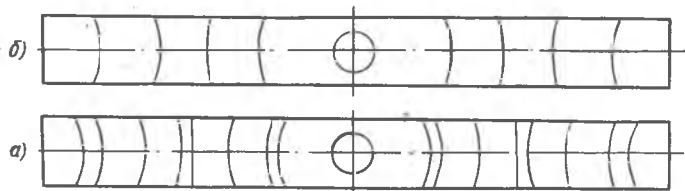


Рис. 35. Схема рентгенограмм Дебая для объёмно-(а) и (б)-гранцентрированных кубических решеток

центрированной кубической решетки линии будут располагаться так, как показано на рис. 35. Таким образом, по виду рентгенограммы, снятой с кристаллов кубической системы, можно определить тип решетки.

В простой кубической решетке ни одно вещество не кристаллизуется и поэтому её больше рассматривать не будем.

#### § 4. Шаровая проекция

При изучении формы кристаллов и обнаружении закономерностей в расположении граней в кристаллографии приняты различные проекции кристаллов. Мы остановимся на двух проекциях - шаровой и стереографической.

##### Шаровая проекция

представляет собой проектирование граней на поверхность шара. Для этого исследуемый кристалл помещается в центр шара, откуда проводятся радиусы, перпендикулярные к проектируемым граням. Точка пересечения радиуса с поверхностью шара является шаровой проекцией данной грани. На рис. 36 представлена шаровая проекция куба, которая характеризуется симметричным распо-

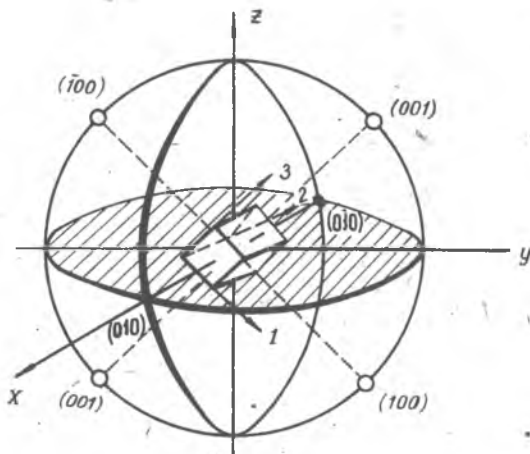


Рис. 36. Схема построения шаровой проекции

куба, которая характеризуется симметричным распо-

ложением 6 точек на поверхности шара. Она дает пространственное расположение проектируемых граней и не всегда является удобной. Поэтому русским кристаллографом Ю.В. Вульфom была разработана стереографическая проекция.

Стереографическая проекция является проекцией на экваториальную плоскость точек шаровой проекции (рис.37). Проектирование точки с шаровой проекции на экваториальную плоскость шара производится следующим образом. Глаз наблюдателя помещается в южном полюсе  $Ю$ , соединяем прямой с шаровой проекцией  $C$ . Точка пересечения этой прямой с экваториальной плоскостью  $B$  будет стереографической проекцией грани  $A$ .

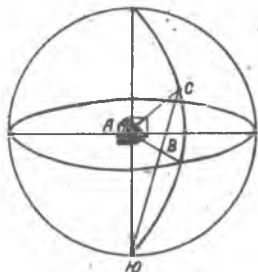


Рис.37. Схема построения стереографической проекции

На экваториальную плоскость можно спроектировать координатную сетку, нанесенную на поверхность шара в виде меридианов и параллелей. В этом случае на плоскости проекции получится координатная сетка, которая всем хорошо известна из географии - координатная сетка на полушарии. Такая

координатная сетка для стереографической проекции принята во всех странах мира. Ее размер - 20 см в диаметре и цена деления по экватору между меридианами составляет  $2^{\circ}$ ; на глаз легко отсчитать  $1^{\circ}$ . Такова точность отсчета при решении различных задач. Зная свойства стереографической проекции, можно решать многие задачи по ориентировке кристаллов, по определению углов между гранями и много других задач кристаллографии. Эта сетка называется сеткой Ю.В. Вульфа.

#### § 5. Метод Дебая

В 1917 году независимо друг от друга в Европе Дебай и Шеррер и в США Гуль открыли новый метод исследования образцов, состоящих из мелких кристалликов. С 1912 года структура кристаллов определялась только в крупных монокристаллах при помощи рент-

геновских спектрографов. Дебай и Шеррер истолкли кристаллик каменной соли в мелкий порошок, приготовили из него круглый образец и сняли рентгенограмму. Их опыты положили начало разработке нового метода исследования мелкокристаллического агрегата, в частности металлов.

В настоящее время имеются очень хорошо разработанная методика съёмки рентгенограмм с поликристаллических образцов, фокусировка и теория метода. Теперь это основной метод исследования металлов и сплавов при изучении свойств, построении диаграмм равновесного состояния и пр. В научной литературе его принято называть методом Дебая.

Сущность метода Дебая разберем при помощи шаровой проекции. Возьмем кристаллик кубической системы и построим для граней куба шаровую проекцию. На поверхности шара получится шесть точек. На рис. 36 представлена эта шаровая проекция с индцированием точек. Принято такие проекции строить только для одной совокупности граней. Если нас будут интересовать проекции других граней - ромбического додекаэдра, октаэдра и др., - надо для каждой из них строить свою шаровую проекцию. Это делается для того, чтобы не запутаться в большом числе точек.

Для одного кристаллика мы получили 6 точек при проектировании грани куба. Если в нашем образце будет очень большое число кристалликов, расположенных беспорядочно, то шаровая проекция граней куба во всех кристалликах представится в виде большого числа точек, равномерно расположенных по поверхности шара. Чем мельче кристаллики, тем больше их в единице объёма, тем выше плотность распределения точек на поверхности шара.

Условия опыта определяются длиной волны монохроматического рентгеновского излучения  $\lambda$ , параметром кристаллической решёт-



ки исследуемого вещества  $a$  и индексами исследуемых граней ( $h_1, h_2, h_3$ ). Связь между этими величинами дается условием Вульфа-Брэггов

$$\sin \theta = \frac{\lambda}{2d},$$

где  $d = \frac{a}{\sqrt{\sum h_i^2}}$  - расстояние между отражающими гранями, которое было выведено для монокристалла. Это уравнение справедливо и для мелких кристалликов, так как при выводе уравнения (III.9) никаких ограничений на размеры кристалликов не было.

Рассмотрим равномерное расположение точек на поверхности шара, которое будет соответствовать беспорядочной ориентировке кристалликов в образце. Возможно и другое расположение точек на поверхности шара, если рассуждать абстрактно. Например, можно задать расположение точек по поясам в широтном направлении или в меридиональном или собрать все точки на полюсах и т.д. (К возможным расположениям точек на поверхности шара мы вернемся в разделе, посвященном текстуре).

Рассмотрим шаровую проекцию, представленную на рис. 38. Рентгеновский луч с длиной волны  $\lambda$  направлен по  $OO'$  в плоскости чертежа. В центре шара расположен образец и одна из отражающих граней  $K$  характеризуется нормалью  $N$ , также лежащей в плоскости чертежа. В плоскости чертежа условие Вульфа-Брэггов определяется точками  $\varphi$  (выход на поверхность шара отражающей грани),  $N$  (нормаль к отражающей грани) и  $S$  (выход отраженного луча). Однако мы имеем дело с образцом, в котором расположение кристалликов беспорядочное и изображается равномерным распределением точек на поверхности шара. Если повернуть нормаль  $N$  вокруг  $OO'$  (вокруг падающего луча) на любой угол, то условие Вульфа-Брэггов не нарушится. Таким образом, вращение нормали  $N$  вокруг  $OO'$  обусловит появление двух поверхностей конусов, пересечение которых с поверхностью шара даст нам малые круги. Первый из них называется кругом нормалей и обозначается  $R_{\lambda d}$ , где  $\lambda$  и  $d$  - длина волны и расстояние между отражающими гранями соответственно, или  $R_N$ . Второй малый круг называется кругом отражений и обозначается  $R_S$ . Это пространственная интерпретация условия Вульфа-Брэггов. Теперь, как нетрудно видеть, в нашем случае отражение рентгеновского луча возможно только при наличии на круге нормалей  $R_N$  точек - шаровых проекций реальных граней.

Положение круга нормалей  $R_N$  определяется углом  $\gamma$ , равным  $90^\circ - \theta$ . т.е.

$$\gamma = 90^\circ - \theta.$$

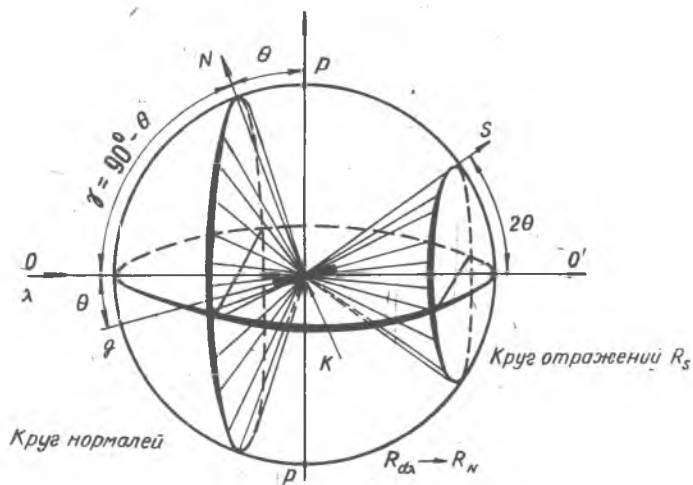


Рис.38. Метод Дебая в шаровой проекции

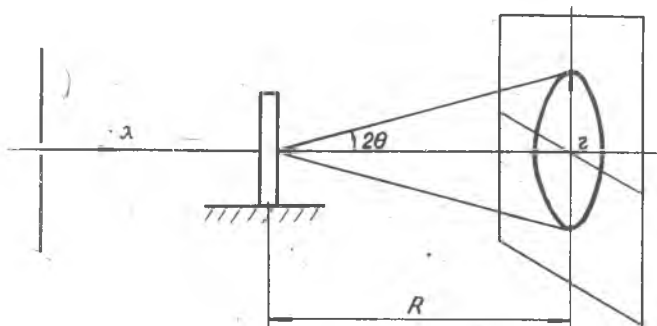


Рис.39. Схема съёмки рентгенограмм "на просвет" в проходящем свете

Угол  $\theta$  всегда отсчитывается от направления  $00'$  и является углом между направлением  $00'$  и отражающей гранью  $K$ . Он изменяется от  $0^\circ$  до  $90^\circ$ . В соответствии с этим угол  $\gamma$  меняется от  $90^\circ$  до  $0^\circ$ . Угол раствора конуса, образующими которого являются нормали к отражающим граням, опирающимся на круг нормалей  $R_N$ , будет составлять  $2\gamma = 180^\circ - 2\theta$ .

Угол между направлением  $00'$  и направлением отраженного луча  $S$  будет  $2\theta$ . Он может изменяться в пределах от  $0$  до  $180^\circ$ . Конус отражений, образующими которого являются отраженные лучи, имеет угол раствора  $4\theta$ . В дальнейшем изложении мы будем пользоваться чаще кругом нормалей  $R_N$ .

Для кристаллов кубической системы в уравнении Вульфа-Брэггов по известным значениям  $\lambda$  и  $\theta$ , можно определить расстояние между отражающими гранями  $d$ . Таким образом, экспериментальная задача заключается в измерении угла  $\theta$  и переходе по соответствующим формулам к параметру кристаллической решетки  $\alpha$ .

Для регистрации отраженных лучей применяется несколько приемов с использованием фотографической пленки.

1. На рис. 39 изображено расположение щели, выделяющей узкий пучок рентгеновских лучей, образца и фотопленки. При выводе условий интерференции по Лауэ или по Вульфу-Брэггам предполагается наличие строго параллельного пучка рентгеновских лучей. Так как источник их в первом приближении бывает всегда точечным (вернее излучателем является поверхность анода диаметром 1-2 мм), то стараются щелями выделить пучок, приближающийся к параллельному. Степень отклонения этого пучка от параллельного характеризуется углом сходимости  $\beta$ , т.е. углом, под которым виден источник лучей с поверхности образца (рис.40).

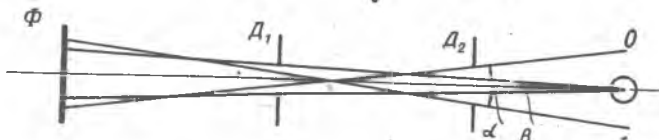


Рис.40. Определение параметров пучка рентгеновских лучей:  $\Phi$  - фокус анода,  $D_1, D_2$  - диафрагма  $\theta$  - образец,  $\alpha$  - угол расхождения пучка,  $\beta$  - угол сходимости пучка

От образца отраженные лучи распространятся по поверхности конусов с углами раствора  $4\theta$  от 0 до  $360^\circ$ . На пленке, установленной перпендикулярно к направлению первичного луча, след от лучей получится в виде концентрических окружностей с возрастающими радиусами. Угол  $\theta$  ( см. рис.39) может быть определен по формуле

$$\operatorname{tg} 2\theta = \frac{g}{D},$$

где  $g$  - радиус круга на пленке и  $D$  - расстояние пленки от образца.

Практически на пленке можно зарегистрировать лучи, распространяющиеся под углом  $2\theta$  не более  $30-40^\circ$ . В этом заключается недостаток указанной схемы регистрации.

2. На рис.41 показана схема Дебая в ее первоначальном виде, применяемая до сего времени. Регистрирующая пленка располагается по поверхности цилиндра; ось его расположена перпендикулярно оси конусов, по которым распространяются отраженные лучи. В этом случае отраженные лучи под всеми углами регистрируются на пленке. Если

развернуть пленку, то на ней будут дуги кривых 4-го порядка. Эти дуги до угла  $2\theta = 90^\circ$  имеют центр кривизны, расположенный в месте выхода первичного пучка из камеры. При  $2\theta = 90^\circ$  кривая вырождается в прямую и при  $2\theta > 90^\circ$  центр кривизны переходит в противоположную сторону, т.е. в место входа пучка в камеру.

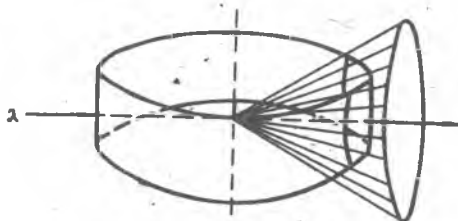


Рис.41. Схема метода Дебая

Расшифровка такой рентгенограммы не представляет труда.

## § 6. Расчет рентгенограмм Дебая

Расчет рентгенограмм Дебая, полученных по схеме на рис.41, производится следующим образом. Рентгенограмма (рис.42) кладется на специальный столик, имеющий освещаемое матовое стекло, для лучшей видимости линий. Сначала производится нумерация линий, затем качественная оценка интенсивности линий по схеме: очень слабая (о.сл.), слабая (сл.), средняя (ср.), сильная (с.), очень сильная (о.с.). Затем тонким твердым карандашом или острой иглой с помощью линейки проводится прямая, соединяющая все линии так, чтобы она была следом

экватора (рис.42). На этой прямой расстояния между линиями мини-

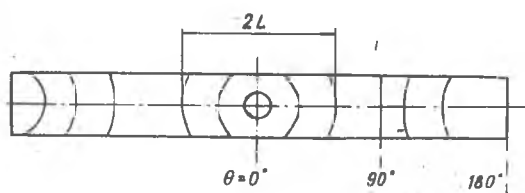


Рис.42. Схема рентгенограммы, полученной по методу Дебая

мальные. Для измерения применяется металлическая линейка со скошенной кромкой для устранения параллакса. Обычно цена деления линейки составляет 0,5 мм. На глаз свободно можно отсчитать 0,25 мм. Это бу-

дет гарантированной степенью точности измерения расстояния между одноименными линиями  $2L$ .

При измерении расстояния между линиями на рентгенограмме рекомендуется положение линии определять на середине линии, а не по какому-нибудь краю. Для этого лучше всего пользоваться компаратором с малым увеличением и тремя нитями в объективе - одной горизонтальной и двумя вертикальными параллельными с регулируемым расстоянием между ними. Для измерения положения линии отсчётная труба компаратора перемещается до появления её в поле зрения. Затем расстояние между вертикальными нитями устанавливается так, чтобы измеряемая линия оказалась между ними по середине. Изменяя расстояние между нитями находят расстояние, при котором наиболее точно можно установить линию между двумя вертикальными нитями, ориентируясь одинаковыми зазорами между нитями и краями линии. Чем меньше оптическое увеличение, тем точнее установка нитей. Затем измеряется расстояние между одноименными дугами  $2L$ , которое соответствует углу  $4\theta$ . Путём деления этого расстояния на радиус камеры  $R$  получается угол в радианах  $\theta = \frac{2L}{4R}$ , а затем по таблицам получают значение угла  $\theta$  в градусах и минутах. Есть более простой и удобный способ определения углов: камера делается диаметром равным столькоим миллиметрам, сколько градусов в радиане, т.е.  $2R = 57,30$ . Тогда один миллиметр на пленке будет равен одному градусу, что следует из определения радиана.

При выводе квадратичной формы принято считать, что дифрагированные лучи распространяются из центра окружности или сферы. В реальных условиях источником дифрагированных лучей являются образцы конечных размеров, обладающие разной поглощающей способностью по отношению к падающему монохроматическому лучу. Поэтому факти-

чески дифрагированные лучи исходят не из центра, а из освещаемого объема образца.

При сильном поглощении рентгеновских лучей в материале исследуемого образца, что имеет место в большинстве случаев, в отражении принимают участие кристаллики поверхностного слоя толщиной несколько микрон. Если через  $z$  обозначим радиус образца (рис.43) и угол

$2\theta_0$  будет соответствовать истинному положению отраженной линии, то фактическое положение линии определится геометрическим построением. При параллельном пучке, падающем на поверхность образца, освещается половина поверхности, обращенная к источнику рентгеновских лучей, по дуге  $DD'$ .

Для нахождения отражающей поверхности надо провести к поверхности образца две касательных: одну параллельно падающему лучу, а другую - под углом  $2\theta_0$ . Отражать будут

кристаллики, расположенные на поверхности дуги образца  $CD$ , это сравнительно широкий пучок, который на пленке оставит след в виде линии шириной  $b$ . Теперь видно, что на рентгенограмме положение линии смещается в сторону больших углов  $2\theta$  и на пленке при измерении дуги  $2L$  будет допущена ошибка. Обозначим истинное расстояние между линиями  $2L_{ист}$  и измеренное на пленке  $2L_{изм}$ .

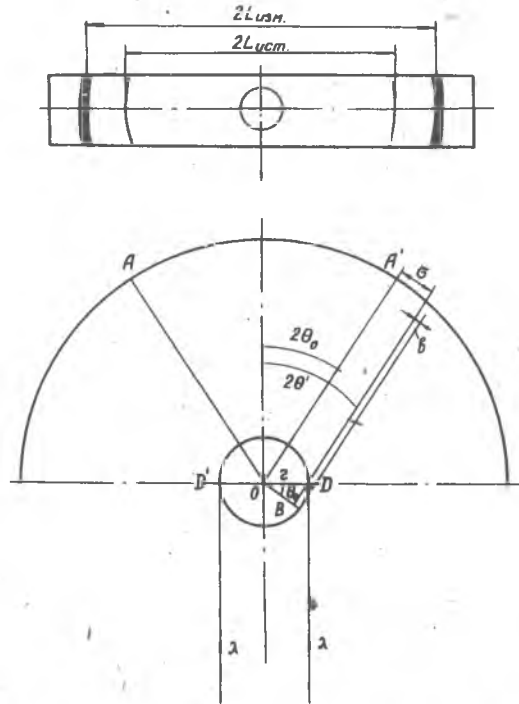


Рис.43. Схема к определению поправки на толщину образца

Из рисунка следует, что для получения  $L_{уст}$  надо от  $L_{uzm}$  отнять поправку  $\sigma = OB + \frac{\delta}{2} = z - \frac{\delta}{2}$ . Величину  $\delta$  легко определить из прямоугольного треугольника ОВД откуда

$$\delta = z - z \cos \theta = z(1 - \cos \theta).$$

Тогда

$$\sigma = z - \frac{\delta}{2} = \frac{z}{2}(1 + \cos 2\theta_0). \quad (\text{Ш.21})$$

Итак

$$L_{уст} = L_{uzm} - \frac{z}{2}(1 + \cos 2\theta_0)$$

или

$$2L_{уст} = 2L_{uzm} - z(1 + \cos 2\theta_0). \quad (\text{Ш.22})$$

Так как разница между значениями  $\cos 2\theta_0$  и  $\cos 2\theta'_0$  незначительная, то в пределах ошибок измерений можно считать  $\cos 2\theta_0 = \cos 2\theta'_0$ . Тогда расчет будет производиться по следующей схеме. Сначала измеряется на пленке  $2L$  и по ней находится угол  $2\theta'_0$  и для него  $\cos 2\theta'_0$ , который мы полагаем равным  $\cos 2\theta_0$ . Теперь вычисляем поправку на толщину образца  $\sigma$ , вычитая её из  $2L_{uzm}$ , получаем  $2L_{уст}$ .

Из формулы (Ш.21) следует, что величина поправки зависит от радиуса образца  $z$  и угла  $\theta$ . Принято для удобства расчетов составить таблицы или построить графики для функции

$$2\sigma = z(1 + \cos 2\theta_0)$$

для разных значений радиуса образца ( $z = 0,5, 0,75, 1,0$  мм) и находить поправку на толщину образца  $2\sigma$  по этим кривым (рис.44).

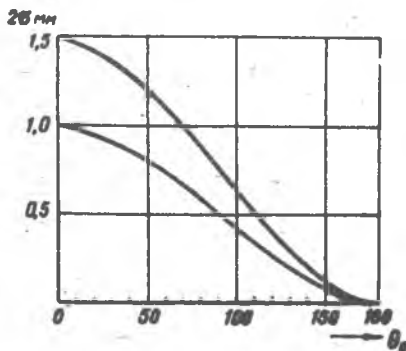


Рис.44. Графики поправки на толщину образца

Так как в спектре серии К наряду с линией  $\alpha$ , всегда присутствует линия  $\beta$ , то на рентгенограмме получаются две системы линий, соответствующие компонентам спектра  $\alpha$  и  $\beta$ . Мы должны разделить эти системы линий спектра и расчеты вести только для линий спектра  $\alpha$ .

Из формулы (Ш.10) следует, что отношение синусов углов линий, отраженных от одной

и той же грани, пропорционально отношению длин волн этих линий:

$$\sin \theta_{\beta} : \sin \theta_{\alpha} = \lambda_{\beta} : \lambda_{\alpha} = K.$$

Первая линия на рентгенограмме в обычных условиях всегда относится к серии  $\beta$ , поскольку  $\lambda_{\beta} < \lambda_{\alpha}$ . Поэтому надо синус первой линии разделить на синус второй и при совпадении вычисленного отношения с теоретическим считают задачу выполненной: первая линия отмечается значком  $\beta$ , а вторая значком  $\alpha$ . Затем берется вторая пара на такую же пробу и т.д. В качестве проверки для ориентации следует помнить, что линии  $\beta$  по интенсивности всегда слабее линий  $\alpha$  в два раза.

Из квадратичной формы или из условия Вульфа-Брэггов  $\sin \theta$  равен длине волны, деленной на межплоскостное расстояние между отражающими линиями (Ш.10). Чтобы вычислить его, необходимо знать параметр кристаллической решетки и индексы отражающих граней. Иными словами, мы располагаем одним уравнением Вульфа-Брэггов

$$\sin \theta = \frac{\lambda}{2a} \sqrt{\sum h_i^2},$$

в котором имеется две неизвестных величины - параметр решетки  $a$  и индексы отражающих граней ( $h_1, h_2, h_3$ ). Если для каждой линии на рентгенограмме будем знать величину межплоскостного расстояния  $d$  или индексы граней ( $h_1, h_2, h_3$ ), то вычисление параметров кристаллической решетки по методу Дебая производилось бы сравнительно легко. Поэтому весьма важной задачей при расшифровке рентгенограмм является нахождение индексов отражающих граней - "индицирование" рентгенограммы. В общем случае эту задачу решать очень трудно. Для тетрагональной и гексагональной систем разработаны графические методы индицирования и расчета одновременно.

Для кристаллов кубической системы процесс индицирования производится относительно просто. Из уравнения (Ш.10) следует, что отношение квадратов синусов углов линий пропорционально сумме квадратов индексов:

$$\sin^2 \theta_1 : \sin^2 \theta_2 : \dots = Q_1 : Q_2 : \dots,$$

где

$$Q = \sum h_i^2.$$

При расчете рекомендуется пользоваться табл.8, составленной до грани с суммой квадратов индексов 30.

Берется отношение квадратов первых двух синусов. Для объемно-центрированной и гранецентрированной решеток оно должно быть соответственно 0,5 и 0,75. Точно эти цифры не получаются, так как



исходные данные были с определенной погрешностью. Эти отношения соответственно являются 1:2 или 2:4 и 3:4. Числам 2 и 4, которые являются суммами квадратов индексов, соответствуют индексы граней (110) и (200). Отношению 0,75, равному 3:4, будут соответствовать грани с индексами (111) и (200). Таким путем мы проиндцировали только первые две линии. Следующие линии индицируются так: если

$$\frac{\sin^2 \theta_{n-1}}{\sin^2 \theta_n} = \frac{(\sum h_i^2)_{n-1}}{(\sum h_i^2)_n} = k,$$

то

$$(\sum h_i^2)_n = \frac{(\sum h_i^2)_{n-1}}{k},$$

т.е. сумма квадратов индексов последующей грани равна сумме квадратов индексов предыдущей линии, деленной на отношение квадратов синусов этих линий. Так производится индцирование рентгенограммы. После этого проверяется соответствие полученных индексов основным типам кубических решеток по структурной амплитуде.

Теперь делается завершающая проверка, вытекающая из уравнения (Ш.10):

$$\frac{\sum h_i^2}{\sin^2 \theta} = \text{const.}$$

По среднему значению этого отношения можно вычислить средний параметр решетки:

$$a = \frac{\lambda}{2} \sqrt{\left( \frac{\sum h_i^2}{\sin^2 \theta} \right)_{cp.}}$$

Зная параметр решетки, следует определить ее тип, т.е. найти число базисных атомов. Вес элементарной базисной ячейки равен  $\rho a^3$ , где  $\rho$  - удельный вес исследуемого вещества, который берется из таблиц или определяется экспериментально. С другой стороны, вес ячейки можно выразить через атомный  $A$  или молекулярный  $M$  вес вещества

$$n A m_H,$$

где  $n$  - число атомов в базисе,  $m_H = 1,64 \times 10^{-24}$  г - вес атома водорода. Если приравняем эти два выражения, то для числа атомов в базисе получим

$$n = \frac{\rho a^3}{A m_H}.$$

Итак, мы вычислили параметр решетки, число базисных атомов и проиндцировали все линии. Остается, воспользовавшись структурной амплитудой, проверить правильность расшифровки рентгенограммы. Для этого берется выражение для интенсивности линий (Ш.20), подставляются туда значения для структурной амплитуды, и полученные относительные числа интенсивностей сравниваются с найденными эксперимен-

тально. Это последний и завершающий этап расшифровки рентгенограммы, полученной по методу Дебая. Он применяется для определения фазового состава образца. В этом случае на рентгенограмме должно быть столько систем интерференционных линий, сколько фаз и рентгенограмма получается почти сплошь покрытой линиями, в которых иногда бывает очень трудно разобраться. В таких случаях обязательно применение монохроматизации пучка рентгеновских лучей за счет применения метода селективного поглощения. В табл.9, составленной В.И. Ивероновой, приведены необходимые сведения для монохроматизации излучений, применяемых в лабораторной практике.

Если определяется фазовый состав легированной стали, то полезно иметь расчетные рентгенограммы для разных фаз (железо-альфа, железо-гамма, цементит, нитрид железа и пр.). В этом случае методом исключения можно составить представление о фазовом составе стали.

Все приведенные приемы расчета рентгенограмм можно свести в одну таблицу, форма которой приведена ниже. Все вычисления можно производить при помощи логарифмической линейки и четырехзначных таблиц тригонометрических величин.

№ линии	Интенсивность	$2L$ изм.	$\theta$ изм.	Поправка на толщину образца	$2L_{уч}$	$\theta_{уч}$	$\sin \theta$	$\sin^2 \theta$	$\frac{\sin^2 \theta_m}{\sin^2 \theta_n}$	$h_i$	$\alpha$
---------	---------------	-----------	---------------	-----------------------------	-----------	---------------	---------------	-----------------	---	-------	----------

### § 7. Метод Закса

Для прецизионной съёмки рентгенограмм, производится регистрация только самых последних линий, т.е. линий, отраженных под углами, близкими к  $180^\circ$ . На рис.45 приведена схема такой съёмки, получившей название "метод Закса или метод обратной съёмки". Съёмка по этому методу производится с металлов с известной структурой и линии отражаются от известной грани; требуется только с высокой степенью точности определить параметр кристаллической решетки для решения вопроса о наличии остаточных напряжений или образовании однородного твердого раствора и т.п.

В методе Закса, в котором съёмка рентгенограмм может производиться от плоского образца и даже от большой детали применяется фокусировка рентгеновских лучей. Сущность ее заключается в применении образца, имеющего заданную кривизну, и в расположении на одной окружности: щели, поверхности образца и места па-

Таблица 9

Подбор излучения для получения рентгенограмм прецизионными методами

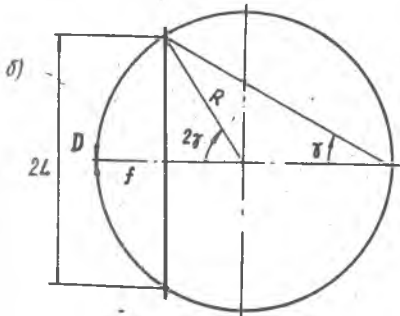
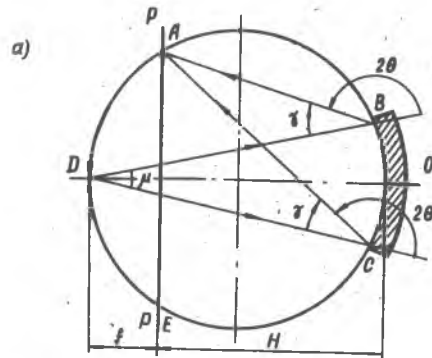
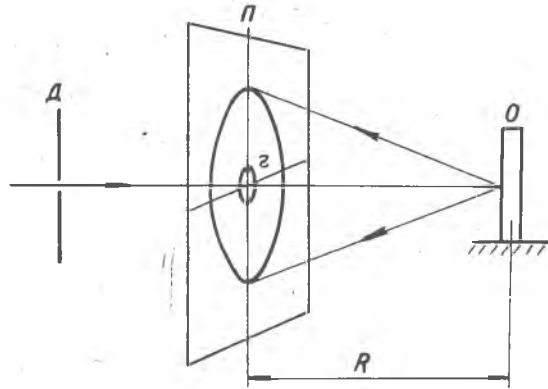
Элемент (фаза)	Спектральная линия	$\lambda$ кХ	hкC	$\nu$
Mg	$K_{\alpha}, Fe$	1,932	1015 1124	$81^{\circ}10'$ $73^{\circ}13'$
Al	$K_{\alpha}, Cu$ $K_{\alpha}, Co$	1,537 1,785	(511) (420)	$81^{\circ}16'$ $81^{\circ}06'$
$\alpha$ -Fe (и мартенсит)	$K_{\alpha}, Cu$ $K_{\beta}, C2$	1,785 2,28	310 211	$81^{\circ}00'$ $78^{\circ}06'$
Аустенит	$K_{\alpha}, Co$ $K_{\beta}, C2$ $K_{\alpha}, Fe$	1,785 2,080 1,932	400 311 222	$82^{\circ}$ $73^{\circ}$ $69^{\circ}$
$\gamma$ - фаза системы Fe-N ( $Fe_4 N$ )	$K_{\alpha}, C2$	2,285	311	$77^{\circ}$
$\epsilon$ - фаза системы Fe-N ( $Fe_2 N$ )	$K_{\alpha}, C2$	2,285	1013 1122	$68^{\circ}30'$ $80^{\circ}40'$
Ni	$K_{\alpha}, Cu$ $K_{\alpha}, Mn$ $K_{\alpha}, V$	1,537 2,097 2,498	420 (311) 220	$73^{\circ}55'$ $80^{\circ}10'$ $86^{\circ}10'$
Cu	$K_{\alpha}, Cu$ $K_{\alpha}, Co$	1,537 1,785	420 400	$72^{\circ}17'$ $81^{\circ}40'$
Zn	$K_{\alpha}, Cu$	1,537	1016 1232	$82^{\circ}50'$ $69^{\circ}30'$
W	$K_{\alpha}, Ni$ $K_{\alpha}, Cu$	1,654 1,537	321 400	$78^{\circ}50'$ $77^{\circ}10'$
$\alpha$ -W <sub>2</sub> C	$K_{\alpha}, Co$	1,785	2132	$79^{\circ}$
VC	$K_{\beta}, Cu$	1,389	531	$82^{\circ}$
TiC	$K_{\beta}, Cu$	1,389	442 600	$74^{\circ}$

I Таблица заимствована (с небольшими дополнениями и исправлениями) из статьи В.И. Ивероновой.

дения отраженного луча на пленку. На рис. 46 дана указанная геометрическая схема.

Рис.45. Схема метода Закса или метода обратной съемки:

$D$  - диаграмма для выделения пучка рентгеновских лучей;  
 $\Pi$  - фотографическая пленка;  
 $O$  - плоский образец



Щель  $D$  выделяет расходящийся пучок рентгеновских лучей с углом расхождения  $\mu$ . Луч  $DC$  дает отраженный луч  $CA$ , характеризующийся углом  $2\theta$ . То же самое относится и другой точке образца  $B$ . Углы  $DCA$  и  $DBA$  по условию Вульфа-Бреггов должны быть равны, следовательно, дуги, стягивающие их, также должны быть равны. Это означает, что отраженные лучи от точек образца  $B$  и  $C$  и всех лежащих между ними, должны сойтись в точке  $A$ . Такова сущность фокусировки рентгеновских лучей в данном методе. Эти же рассуждения применимы и к точке  $E$ , симметрично расположенной относительно точки  $A$ .

Рис.46. Геометрическая схема к теории метода Закса

Если обозначить (см. рис. 46, а) через  $H$  расстояние от образца  $O$  до пленки  $PP$  и через  $f$  расстояние от щели до пленки, то очевидно, что их сумма равна диаметру окружности  $2R$ , на которой расположены образец, щель и место фокусирования отраженных лучей от поверхности образца.

С помощью рис. 46, б вычислим величину  $f$  при известных  $R$  и  $\gamma$ . Если  $R$  радиус окружности в условии фокусировки, то

$$f = R - R \cos 2\gamma = 2R \sin^2 \gamma.$$

Угол  $\gamma$  определяется из условия  $\gamma = 180^\circ - 2\theta$ , угол  $\theta$  - из условий эксперимента (исследуемый материал, длина волны, индекс отражающей грани). Расстояние  $2L$  между линиями на пленке и  $R$  будут равны:

$$2L = \frac{H \sin 2\gamma}{\cos^2 \gamma} = 2 \frac{H \sin 2\gamma}{1 + \cos 2\gamma}, \quad R = \frac{H}{2 \cos^2 \gamma} = \frac{H}{1 + \cos 2\gamma} \quad (\text{Ш.23})$$

Если зададим расстояние от образца до пленки  $H$ , то расстояние от щели до пленки  $f$  будет равно

$$f = H \tan^2 \gamma. \quad (\text{Ш.24})$$

Таким образом, мы имеем все необходимые данные для проектирования камеры для съёмки рентгенограмм по методу Закса.

Вернемся еще раз к шаровой проекции. Если в образце размер кристалликов очень мал, то на единице поверхности будет большое число точек. В соответствии с этим линия на рентгенограмме будет сплошной. Если в образце, наоборот, кристаллики очень крупные, то плотность заполнения поверхности шара точками будет низкая. Возможно, что между отдельными точками будут заметные промежутки. В соответствии с этим на рентгенограмме линия получается прерывной, состоящей из отдельных точек. Таким образом, можно качественно оценивать размер отражающих кристалликов. По появлению на сплошной линии, полученной с холодно деформированного образца, отдельных точек после разных режимов отжига делается однозначное заключение о пороге рекристаллизации.

### § 8. Точность и чувствительность методов Дебая и Закса

Расшифровка рентгенограмм производится путем промера расстояний между одноименными линиями и перехода к углам, затем к синусам этих углов. Определение величины параметра кристаллической решетки производится по формуле

$$a = \frac{\lambda}{2 \sin \theta} \sqrt{\sum h_i^2}$$

Видно, что точность в определении параметра  $a$  зависит от точности вычисления  $\sin \theta$ . Обычно при промере рентгенограмм точность измерения положения линии определяется в среднем около  $\pm 0,1$  мм. Проанализируем уравнение Вульфа-Брэгга, считая  $a$  и  $\theta$  переменными. Дифференциал этого уравнения может быть представлен в виде

$$\Delta a = - \frac{\lambda \sqrt{\sum h_i^2}}{\sin \theta} \cos \theta \Delta \theta = - \frac{a \Delta \theta}{\operatorname{tg} \theta}$$

или

$$\frac{\Delta a}{a} = - \frac{\Delta \theta}{\operatorname{tg} \theta}.$$

Но связь между углом  $\theta$ , дугой  $S$  и радиусом круга  $R$  выражается так:

$$\theta = \frac{S}{R},$$

откуда

$$\Delta \theta = \frac{\Delta S}{R} \quad (\text{Ш.25})$$

и тогда

$$\frac{\Delta a}{a} = - \frac{\Delta S}{R \operatorname{tg} \theta}.$$

Из этой формулы следует, что относительная погрешность определения параметра решетки пропорциональна погрешности определения дуги  $\Delta S$ , обратно пропорциональна радиусу камеры  $R$  и тангенсу угла Вульфа-Брэгга  $\operatorname{tg} \theta$ .

Таким образом при постоянной точности измерения дуги на пленке  $\Delta S$  и постоянном значении радиуса камеры  $R$  (существуют разумные размеры камер) точность измерения будет определяться величиной угла  $\theta$ . При углах, близких к  $90^\circ$ , тангенс принимает большие значения. Поэтому для наибольшей точности определения параметра кристаллической решетки выбирают такое соотношение между параметром  $a$  и длиной волны  $\lambda$  (материал анода), чтобы последняя линия на рентгенограмме получалась при угле Вульфа-Брэгга больше  $80^\circ$  ( $\operatorname{tg} 80^\circ = 5,67$ ). При этих условиях вполне достаточно произвести определение параметра  $a$  по одной линии, которая обычно называется последней. Поясним сказанное на примере. Примем точность измерения положения линии на пленке  $\Delta S = 0,2$  мм, радиус камеры  $R = 50$  мм и тангенс угла  $\operatorname{tg} \theta = 5,0$ . Тогда

$$\left| \frac{\Delta a}{a} \right| = \frac{0,2}{50 \times 5} = 0,0008 \quad \text{и}$$

при  $a = 3,0 \text{ \AA}$  абсолютная погрешность будет равна

$$\Delta a = \pm 0,002 \text{ \AA}.$$

Это значит, что параметр чистого железа можно записать так:

$$a = 2,861 \pm 0,002 \text{ \AA}.$$

Рассмотрим теперь разрешающую способность метода Дебая по отношению к разделению дублета  $K_{\alpha_1}$  и  $K_{\alpha_2}$ . Для этого в уравнении Вульфа-Брэггов надо принять за переменные  $\theta$  и  $\lambda$  и вычислить дифференциал:

$$\Delta \lambda = 2d \cos \theta \Delta \theta = \frac{\lambda}{\sin \theta} \cos \theta \Delta \theta,$$

откуда

$$\Delta \theta = \frac{\Delta \lambda}{\lambda} \operatorname{tg} \theta$$

или

$$\Delta S = \frac{\Delta \lambda}{\lambda} R \operatorname{tg} \theta.$$

(Ш.26)

Примем  $\Delta \lambda = 0,004 \text{ \AA}$ ,  $\lambda = 1,936 \text{ \AA}$ ,  $R = 50 \text{ мм}$ ,  $\operatorname{tg} \theta = 5,0$ , тогда  $\Delta S = 0,5 \text{ мм}$ .

Как видим, в методе Дебая дублет  $K_{\alpha}$  может быть разделен и отчетливо виден.

Разрешающую способность метода Закса легко вычислить. Из рис.46, следует, что половина расстояния между линиями на пленке  $L$  может быть выражена через радиус окружности  $R$  и угол  $\gamma$  следующим образом:

$$L = R \sin 2\gamma$$

или, выразив  $\gamma$  через  $\theta$ ,

$$L = -R \sin 2\theta.$$

Отсюда получим

$$\Delta L = -2R \cos 2\theta \Delta \theta$$

или

$$\Delta \theta = -\frac{\Delta L}{2R \cos 2\theta}.$$

Подставив это в выражение для чувствительности

$$\Delta \theta = -\frac{\Delta a}{a} \operatorname{tg} \theta,$$

окончательно получим

$$\Delta L = \frac{\Delta a}{a} 2R \cos 2\theta \operatorname{tg} \theta.$$

(Ш.27)

Для метода Дебая чувствительность имела вид

$$\Delta S = -\frac{\Delta a}{a} R \operatorname{tg} \theta,$$

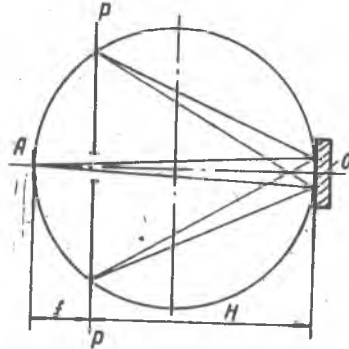
т.е. в методе Закса чувствительность почти в два раза больше, чем в методе Дебая.

Если вместо образца с заданной кривизной взять плоский образец, то условие фокусировки будет выполняться неточно. Однако, ограничив размеры образца по длине окружности, можно принять небольшую

хорду за дугу и за счет незначительного размытия дублета получать рентгенограммы с плоских образцов, что и делается в настоящее время. На рис. 47 представлена обычная схема съёмки рентгенограмм по методу Закса.

Рис. 47. Схема метода Закса:

- $A$  - диафрагма;
- $pp$  - фотографическая пленка;
- $O$  - образец



### § 9. Интенсивность дифрагированных линий

Интенсивность пропорциональна квадрату амплитуды. Выбранная нами амплитуда выражается комплексным числом, поэтому для интенсивности мы должны написать

$$I = SS^*, \quad (Ш.28)$$

где  $S^*$  - сопряженное комплексное число.

Полное выражение для интенсивности дифрагированного луча будет иметь вид

$$I = SS^* F W (1 + \cos^2 2\theta) \frac{1}{\sin^2 \theta \cos \theta} \quad (Ш.29)$$

где

$1 + \cos^2 2\theta$  - поляризационный множитель, учитывающий рассеивающую способность атомов в зависимости от угла рассеяния  $\theta$  ;

$\frac{1}{\sin^2 \theta \cos \theta}$  - множитель Лоренца:

$$W = e^{-\frac{\alpha T}{\lambda^3} \sin^2 \theta} = e^{-\frac{8}{3} \pi r^0 \left(\frac{\sin \theta}{\lambda}\right)^2} \quad (Ш.30)$$

- множитель Дебая.

В нем  $T$  - абсолютная температура образца ;

$\lambda$  - длина волны рентгеновских лучей ;



$u^2$  - среднее квадратичное смещение атомов от положения равновесия, обусловленное нагревом тела до температуры  $T$  ;

$F$  - множитель повторяемости граней при беспорядочном расположении кристалликов в исследуемом образце.

Множитель Дебая учитывает тепловое движение атомов около положения равновесия. При нагреве от теплового расширения увеличивается параметр кристаллической решетки, а от увеличения амплитуды колебательного движения атомов происходит уменьшение интенсивности пропорциональное абсолютной температуре тела  $T$  и углу отклонения  $\theta$  . Как видно, тип решетки остается прежним.

Множитель повторяемости  $F$  показывает количество граней, которые одновременно могут участвовать в отражении. Ниже приведены значения для кубической системы

$h_i$	$F$
(100)	6
$(h, h, h)$	8
$(h, h, 0)$	12
$(h, h, 0)$	24
$(h, h, h_3)$	48
$(h, h_2, h_3)$	

В формуле (Ш.30) имеется величина  $\bar{u}^2$  , которая представляет среднее квадратичное смещение атомов из положения равновесия при тепловом движении. Можно предположить, что тепловое движение атомов в "замороженном" состоянии, т.е. статическое смещение атомов должно дать тот же эффект. В обоих случаях в кристаллической решетке атомы смещены из своих положений равновесия, которые могут быть описаны средним квадратичным смещением  $\bar{u}^2$  . Исходя из этого, можно по уравнению (Ш.30) вычислить величину статического смещения атомов из положения равновесия в материале, подвергнутом пластической деформации в холодном состоянии. Для этого необходимо снять две рентгенограммы с образца: в исходном состоянии и после деформации.

В настоящее время применяются рентгеновские установки с ионизационным методом регистрации распределения интенсивности в спектральной линии (УРС-50И, ДРОН), работают они очень надежно и даю

очень стабильные показания за счет применения различных стабилизаторов, гарантирующих исключение влияния колебаний в питающей электросети на показания приборов. Поэтому можно пользоваться для определения величины среднеквадратичного смещения атомов следующей формулой:

$$\bar{u}^2 = \frac{3a^2}{4\pi^2 \sum h_i^2} \ell \pi \frac{J_{недеф}}{J_{деф}}, \quad (\text{Ш. 31})$$

где  $a$  - параметр кристаллической решетки;

$h_i$  - индексы граней;

$J_{недеф}$  - интенсивность линии от недеформированного образца;

$J_{деф}$  - интенсивность линии от деформированного образца.

Следует особо подчеркнуть то, что наличие текстуры в образце чрезвычайно сильно затрудняет выявление статических искажений в кристаллической решетке. Известно, что деформация образца сопровождается образованием текстуры, характерной для каждого вида деформации.

## Глава 4

### РЕНТГЕНОСТРУКТУРНЫЙ АНАЛИЗ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ

По выведенным соотношениям видно, что методом Закса можно измерить малые изменения параметра кристаллической решетки, возникающие при нагревании, при упругой деформации образца от приложения внешней нагрузки, при образовании твердого раствора в сплавах. Рассмотрим каждую причину появления  $\frac{\Delta a}{a}$ .

#### §1. Определение коэффициента линейного расширения

Макродеформация образца или детали  $\Delta l$  складывается из деформаций отдельных кристалликов, независимо от причины. Например, при нагревании образца происходит увеличение размеров на малую величину, определяемую по формуле

$$\Delta L = L_0 \alpha (t - t_0),$$

где  $L_0$  - исходная длина образца,  $\alpha$  - коэффициент линейного расширения материала образца и  $t - t_0$  - повышение температуры образца в градусах Цельсия. Отсюда определится относительное увеличение длины образца или величина тепловой деформации:

$$\frac{\Delta L}{L_0} = \alpha (t - t_0). \quad (IV.1)$$

Так как каждый кристаллик также будет подвергаться тепловой деформации при нагреве, то, очевидно, относительная тепловая деформация кристаллической решетки будет равна  $\frac{\Delta a}{a}$ . В свою очередь, относительная деформация кристаллической решетки по выведенному ранее будет равна:

$$\frac{\Delta a}{a} = - \frac{\Delta S}{R t_0 \theta}$$

Приравняв эту деформацию тепловой (IV.1), получим

$$\alpha = \frac{\Delta S}{(t - t_0) R t_0 \theta}. \quad (IV.2)$$

Таким образом рентгеновским методом можно определять коэффициент линейного расширения  $\alpha$  хрупких или порошкообразных веществ. Для этой цели применяется специальная камера, в которой производится нагрев образца до высоких температур и многократная съёмка рентгенограмм при заданных температурах.

## § 2. Измерение временных и остаточных напряжений

В зависимости от характера внешних причин в металле могут возникать временные и остаточные напряжения. Раньше был еще термин "внутренние напряжения", но он оказался очень неудачным (внешних напряжений в металле не бывает) и встречается только в старой литературе. Временными называются напряжения, которые исчезают после удаления внешней причины, вызвавшей появление напряженного состояния. Например, образец в разрывной машине после разгрузки свободен от напряженного состояния. Это справедливо лишь в том случае, если нагружение происходило в пределах упругих деформаций. Жестко заделанная балка с обоих концов при нагреве оказывается в напряженном состоянии до тех пор, пока ее температура не придет в исходное состояние.

Остаточными напряжениями называются такие, которые остаются в образце или изделии после удаления вызвавшей их внешней причины. Эти напряжения уравниваются в пределах изделия, детали, заготовки. Почти всегда возникает объемное напряженное состояние, которое в некоторых случаях определяется внешней геометрической формой. Например, в цилиндре после равномерного охлаждения от высоких температур возникает напряженное состояние, описываемое в цилиндрических координатах. Причиной появления остаточных напряжений было появление температурного градиента в цилиндре в начале охлаждения, которое сопровождалось прохождением пластических деформаций в объеме цилиндра. Этому способствовало пониженное значение предела текучести. При остывании цилиндра предел текучести повышался и при полном выравнивании температуры в объеме цилиндра разные слои цилиндра испытывали разную тепловую деформацию, которая является причиной возникновения остаточных напряжений.

Второй пример возникновения остаточных напряжений - неравномерная пластическая деформация по сечению изделия при разных технологических операциях. При холодной прокатке полосы течение металла в очаге деформации неравномерно; при волочении прутков или проволоки пластическая деформация по сечению оказывается также неравномерной. Холодная штамповка деталей из листа, обработка металла резанием и шлифование являются причиной возникновения остаточных напряжений. Различные виды термической обработки, которые сопровождаются изменением объема в приповерхностных слоях, также обуславливают появление напряженного состояния. Как правило, величина

остаточных напряжений не может превышать предел текучести материала.

Для снятия остаточных напряжений достаточно нагреть металл до температуры, при которой предел текучести значительно снижается. Присутствие остаточных напряжений в изделиях весьма отрицательно сказывается на эксплуатационных качествах. Особенно опасны остаточные напряжения в изделиях, подвергающихся знакопеременной нагрузке. Например, если в изделии в приповерхностных слоях возникли растягивающие остаточные напряжения, то при рабочих растягивающих напряжениях в тех же слоях суммарные напряжения могут превысить предел текучести или даже предел прочности и обусловить появление трещины. Зародышевая трещина при знакопеременной нагрузке будет развиваться, и изделие разрушится (усталостное разрушение). В последнее время в ряде случаев удается создавать в приповерхностных слоях изделий сжимающие остаточные напряжения, которые, складываясь о растягивающими рабочими напряжениями, разгружают эти слои и детали уже не грозят усталостное разрушение.

Для измерения остаточных напряжений разработано много методов, основанных, к сожалению, на частичной порче изделия (высверливание отверстий и измерение при этом поверхностных деформаций при помощи специальных датчиков). Наиболее точный и надежный метод определения остаточных напряжений в цилиндрах был разработан Заксом. Он основан на расточке изделия по слоям заданной величины и последующего измерения осевой и радиальной деформаций. Затем по формулам теории упругости производится расчет главных напряжений в цилиндре. Этот метод весьма трудоемок и сложен.

В настоящее время разработан метод определения остаточных напряжений на поверхности изделий любой формы путем измерения величины изменений параметра кристаллической решетки  $\frac{\Delta a}{a}$  в определенных положениях падающего монохроматического рентгеновского луча относительно поверхности изделия. Мы рассмотрим простейшие случаи измерения остаточных напряжений на поверхности изделия.

При упругой деформации металлов относительное удлинение образца должно быть равно относительному изменению параметра решетки кристалликов, составляющих образец. По закону Гука между напряжением и деформацией существует связь

$$\sigma = E \epsilon,$$

где  $\sigma$  - напряжение,  $E$  - модуль упругости и  $\epsilon = \frac{\Delta l}{l}$  - относительная деформация образца. Это уравнение можно записать так:

$$\sigma = E \frac{\Delta a}{a} = E \left( - \frac{\Delta S}{R \tan \theta} \right). \quad (1.9.3)$$

Здесь  $\frac{\Delta a}{a}$  - относительная деформация параметра кристаллической решетки (определяется по формуле (Ш.25)). Если в выражение для закона Гука подставить значение  $\frac{\Delta a}{a}$  из (Ш.25), то получим

$$\sigma = -E \frac{\Delta S}{Rt_0 \theta} \quad (IV.4)$$

Эта формула показывает, что в принципе можно вычислять упругие напряжения по измеренному значению упругой деформации  $\frac{\Delta a}{a}$ .

По законам теории упругости в образце связь главных напряжений с деформациями описывается уравнениями:

$$\begin{aligned} \varepsilon_x &= \frac{1}{E} [\sigma_x - \nu (\sigma_y + \sigma_z)]; \\ \varepsilon_y &= \frac{1}{E} [\sigma_y - \nu (\sigma_x + \sigma_z)]; \\ \varepsilon_z &= \frac{1}{E} [\sigma_z - \nu (\sigma_x + \sigma_y)]. \end{aligned} \quad (IV.5)$$

Здесь  $\sigma_x, \sigma_y, \sigma_z$  и  $\varepsilon_x, \varepsilon_y, \varepsilon_z$  - главные напряжения и деформации (по осям координат)  $\nu$  - коэффициент Пуассона.

Для линейного напряженного состояния (растяжение образца вдоль оси) эти уравнения примут вид ( $\sigma_x = \sigma_y = 0$ )

$$\begin{aligned} \varepsilon_x = \varepsilon_y &= -\frac{\nu}{E} \sigma_z, \\ \varepsilon_z &= \frac{\sigma_z}{E}. \end{aligned}$$

На рис.48 приведена съёмка рентгенограммы по методу Закса с нагруженного образца.

Видно, что деформация межплоскостного расстояния  $\frac{\Delta d}{d}$  совпадает с деформацией в поперечном направлении  $\varepsilon_x = -\frac{\nu}{E} \sigma_z$ . В этом случае уравнение (IV.5) следует написать в таком виде:

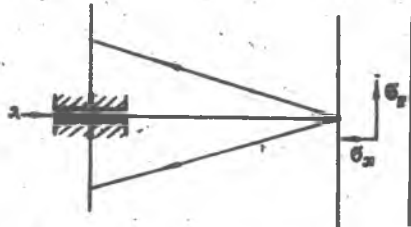


Рис.48. Определение остаточных напряжений

$$\varepsilon_x = -\frac{\nu}{E} \sigma_z = -\frac{\Delta S}{R \operatorname{tg} \theta} \quad (IV.6)$$

откуда

$$\sigma_z = \frac{E}{\nu} \frac{\Delta S}{R \operatorname{tg} \theta} \quad (IV.7)$$

Формула (IV.7) справедлива, если известно направление главного напряжения  $\sigma_z$  в изделии. В этом случае, как правило, мы можем снять рентгенограмму с поверхности, перпендикулярной к направлению  $\sigma_z$ . Так как для большинства металлов можно принять  $\nu \approx \frac{1}{3}$ , то измеряемая деформация будет в три раза меньше действующей.

В деталях после разных видов термической обработки и методов холодной обработки (холодная штамповка, дробеструйная обработка и др.) возникают остаточные напряжения, которые оказывают весьма заметное и в ряде случаев отрицательное влияние на служебные свойства детали. Поэтому рентгеновский метод обнаружения остаточных напряжений в готовых деталях без их разрушения является весьма полезным.

Как правило, в изделиях всегда возникает сложное напряженное состояние (плоское или объемное). Снимать рентгенограмму можно только с поверхности изделия. По законам теории упругости на поверхности изделия с объемным напряженным состоянием существует только плоское напряженное состояние. Третья компонента, перпендикулярная к поверхности, всегда равна нулю. В этом случае из уравнения (IV.5) для деформации, направленной перпендикулярно к поверхности, мы получим

$$\varepsilon_z = -\frac{\nu}{E} (\sigma_x + \sigma_y),$$

если ось  $z$  перпендикулярна к поверхности образца. Тогда вместо (IV.7) получим

$$\sigma_x + \sigma_y = \frac{E}{\nu} \frac{\Delta S}{R \operatorname{tg} \theta} \quad (IV.8)$$

Итак, по рентгенограмме, снятой с поверхности изделия с объемным напряженным состоянием, можно измерить суммарную деформацию, обусловленную суммой главных напряжений; лежащих в поверхностном слое. При условии  $\sigma_x = -\sigma_y$  смещение на рентгенограмме равно нулю и будет сделано ошибочное заключение. В связи с этим была разработана специальная методика на основе законов теории упругости, по которой можно определять положение главных напряжений  $\sigma_x$ ,  $\sigma_y$ ,

их величину и знаки. Так как необходимо определить три величины (угол между одним из главных напряжений и координатным направлением в детали, два главных напряжения), то делается три снимка под разными углами к поверхности детали и с различными азимутами.

Принципиальным было решение вопроса о величине коэффициента  $\frac{F}{V}$ , который определялся расчетным путем. Для стали, например, она равнялась 60.000 кг/мм<sup>2</sup>. Однако экспериментальная проверка этой величины дала значение, отличное от расчетного на 20%. Такое различие было объяснено позже.

Все металлы принято считать изотропными телами, что вполне соответствует действительности. Однако на рентгенограмме мы получаем информацию от каждого отдельного кристаллика. Кристаллики в образце ориентированы беспорядочно. Поэтому положение их по отношению к приложенному извне усилию  $P$  также беспорядочно. Несмотря на указанную беспорядочность, можно точно установить поведение каждого кристаллика и вычислить величину деформации межплоскостного расстояния  $\frac{\Delta d}{d}$  для любой отражающей грани, расположенной в заданном положении. Упругие свойства кристалликов кубической системы в силу высшей степени симметрии описываются тремя модулями упругости  $S_{11}$ ,  $S_{12}$ ,  $S_{44}$ , которые являются компонентами тензора четвертого ранга.

Вычисление деформаций производится по формулам теории упругости для анизотропного тела. Вычисленные значения коэффициента пропорциональности, эквивалентного  $\frac{F}{V}$ , позволили получать точное значение для напряжений. Следует отметить, что величина этого коэффициента была разная и зависела от индексов отражающих граней.

### § 3. Определение искажений кристаллической решетки

После холодной пластической деформации в образце появляются искажения кристаллической решетки  $\frac{\Delta a}{a}$ , которые иногда называют остаточными напряжениями II рода, в отличие от остаточных напряжений I рода, рассмотренных выше. Искажения кристаллической решетки возникают при холодной пластической деформации, когда происходит дробление зерен на более мелкие объемы, называемые блоками когерентного рассеяния. Эти блоки оказываются в состоянии сильного неравномерного деформирования в широких пределах. Если кристаллическая решетка изменила свои размеры на величину  $\Delta a$ , то этому будет соответствовать на рентгенограмме смещение линии на  $\Delta S$  в соответствии с уравнением

14-4352

$$\Delta S = - \frac{\Delta a}{a} R \operatorname{tg} \theta.$$



При наличии набора значений  $\Delta a$  от 0 до  $\Delta a_{max}$ , очевидно, смещение линии от каждой группы кристалликов также будет находиться в пределах от 0 до  $\Delta S_{max}$ . Если учесть, что по знаку деформация кристаллической решетки может быть и положительной и отрицательной, то, следовательно, и смещение линии будет также одинаковым в обе стороны от исходного положения. Если в исходном состоянии (до пластической деформации) на рентгенограмме дублет был отчетливо виден, то при наличии искажений решетки  $\pm \frac{\Delta a}{a}$  в первую очередь заметим его размытие (рис. 49, а). Если произвести регистрацию распределения интенсивности в спектральной линии, то отчетливо видимый дублет превратится в размытую линию (рис. 49, б). Величина размытости находится в прямой связи с величиной искажений кристаллической решетки.



Рис. 49. Искажения кристаллической решетки и вид рентгенограммы: а - рентгенограмма и распределение интенсивности по ширине спектральной линии, полученной с образца без искажений кристаллической решетки; б - то же с образца с искажением кристаллической решетки

Ширина спектральной линии  $B$  находится на кривой распределения интенсивности, получаемой на микрофотометре или на рентгеновской установке УРС-50И с ионизационной регистрацией распределения интенсивности и запись на бумажной ленте (рис. 50, а). Теоретически это распределение приня-

то давать в виде равнобедренного треугольника (рис. 50, б). Измерить ширину спектральной линии по основанию кривой распределения очень трудно из-за неровного перехода от фона к линии. Поэтому считается, что в идеальном случае распределение интенсивности в спектральной линии может быть описано равнобедренным треугольником. Ширина линии на кривых распределения интенсивности с большей точностью может быть измерена на половине высоты. Для этого по фону

проводится прямая, которая будет основанием равнобедренного треугольника, затем проводится высота и на её половине измеряется ширина линии  $B$ , фактически равная половине действительной.

За ширину спектральной линии  $B$  принимается ее ширина на половине высоты. Чтобы найти уширение линии за счет искажений кристаллической решетки, необходимо иметь эталонный образец, лишенный искажений. Получаемая ширина эталонной линии  $b$  называется инструментальной шириной. Физическая ширина линии  $B$ , обусловленная каким-либо физическим процессом (искажением), равняется разности ширины линии от исследуемого образца  $B$  и от эталона  $b$   
 $B = B - b$ .

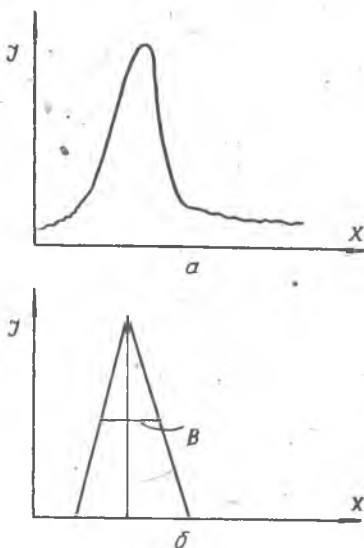


Рис. 50. Схема определения ширины спектральной линии

Как уже отмечалось, при пластической деформации происходит дробление кристалликов. Это отражается на уширении спектральной линии. Для идеального случая (параллельный пучок рентгеновских лучей, бесконечно тонкий образец) физическая ширина линии будет равна

$$B = \frac{0,94 \lambda R}{L \cos \theta}$$

откуда размер блоков будет равен

$$L = R \frac{0,94 \lambda}{B \cos \theta} \quad (IV.9)$$

Эти формулы показывают, что влияние размеров блоков на уширение линии пропорционально  $\frac{1}{\cos \theta}$ , а влияние искажений кристаллической решетки пропорционально  $\operatorname{tg} \theta$ . В действительности при пластической деформации всегда происходит два процесса: искажение кристаллической решетки и измельчение блоков когерентного рассеяния. Так как оба явления отражаются на ширине спектральной линии, то необходимо разделить эти два эффекта. Такой метод разделения разработан и описан в специальной литературе.

При образовании твердого раствора типа замещения происходит изменение параметра кристаллической решетки на определенную величину, которая определяется концентрацией компонентов сплава. Если образовался однородный твердый раствор по всему исследуемому объёму, то и параметр кристаллической решетки должен быть также однородным в том же объёме. В тех случаях, когда создаются условия для образования неоднородного твердого раствора - дендритная ликвация ( в пределах одного зерна), параметр кристаллической решетки также будет иметь разное значение в соответствии с распределением растворенного компонента. Величина параметра кристаллической решетки может заключаться в пределах  $\alpha_0 + \Delta\alpha$ , где  $\alpha_0$  - параметр растворителя, а  $\Delta\alpha$  - приращение параметра при образовании твердого раствора.

Вычислим изменение параметра кристаллической решетки меди после растворения в ней 1% (вес) серебра. Здесь образуется твердый раствор замещения. Вычисление параметра производится по формуле для веса элементарной ячейки:

$$\rho = \alpha^3 \rho = n \bar{A} m_n,$$

где  $n = 4$  - число атомов в базе;  $\bar{A}$  - средний атомный вес;  $\rho$  - плотность г/см<sup>3</sup>;  $\alpha$  - параметр ячейки твердого раствора;  $m_n = 1,65 \times 10^{-24}$  г. Из этой формулы для  $\alpha$  имеем выражение

$$\alpha = \sqrt[3]{\frac{n \bar{A} m_n}{\rho}}. \quad (IY.10)$$

Для вычисления среднего атомного веса воспользуемся формулой

$$\bar{A} = \frac{100}{\left(\frac{P}{A}\right)_{Cu} + \left(\frac{P}{A}\right)_{Ag}},$$

где  $A_{Cu} = 63,57$  атомный вес меди;  $P_{Cu} = 99\%$  (вес) - содержание меди,  $A_{Ag} = 107,88$  - атомный вес серебра;  $P_{Ag} = 1\%$  (вес) содержание серебра в сплаве. После подстановки для  $\bar{A}$  получается число

$$\bar{A} = 63,833.$$

Для плотности непосредственным определением получено число

$$\rho = 8,928 \text{ г/см}^3.$$

Подставим в (IY.10) численные значения входящих в него букв и получим для параметра величину

$$\alpha = 3,6136 \text{ \AA}.$$

Теперь найдем изменение параметра решетки меди:

$$\Delta a_{Cu} = 3,6136 - 3,6080 = 0,0056 \text{ \AA}.$$

Вычисленному значению увеличения параметра решетки меди будет соответствовать смещение линии на рентгенограмме  $\Delta S$  в сторону меньших углов. Вычислим  $\Delta S$  для следующих условий эксперимента:  $\lambda_{Cu} = 1,539 \text{ \AA}$ ,  $\theta = 72^\circ$ ,  $R = 60 \text{ мм}$ ,  $a = 3,6136 \text{ \AA}$ ,  $\Delta a = 0,0056 \text{ \AA}$  и для грани (420)  $\operatorname{tg} \theta = 3,08$ .

После подстановки в  $\Delta S = -\frac{\Delta a}{a} R \operatorname{tg} \theta$  получим  $\Delta S = 0,287 \approx 0,3 \text{ мм}$ .

Если воспользоваться излучением  $K_{\alpha}$ -Co, то при  $\lambda_{Co} = 1,787 \text{ \AA}$ , для грани (400)  $\theta = 82^\circ 45'$  и  $\operatorname{tg} \theta = 7,80$ ; тогда для смещения линии получим

$$\Delta S = 0,725 \text{ мм} \approx 0,7 \text{ мм}.$$

При этих же условиях эксперимента разделение дублета  $K_{\alpha_1, \alpha_2}$  будет равно

$$\Delta S = R \frac{\Delta \lambda}{\lambda} \operatorname{tg} \theta,$$

где  $\Delta \lambda = 0,004 \text{ \AA}$ , а остальные значения были уже приведены. После подстановки численных значений, получим

$$\Delta S_{\alpha_1, \alpha_2} = 60 \cdot \frac{0,004}{1,539} \cdot 3,08 = 0,47 \approx 0,5 \text{ мм}.$$

Итак, в нашем случае дублетное расстояние между линиями  $K_{\alpha_1}$  и  $K_{\alpha_2}$   $\Delta S = 0,5 \text{ мм}$  и смещение линии на рентгенограмме от сплава Cu-Ag составляет  $\Delta S = 0,3 \text{ мм}$ , т.е. линия смещается на половину дублетного расстояния.

Рассмотрим случай образования дендритной ликвации в сплаве меди с 1% серебра. Допустим, что серебро растворяется в меди так, что в пределах исследуемого объема образуются кристаллики с концентрацией, обеспечивающей равномерное изменение параметра решетки сплава в пределах от  $a = 3,6136 \text{ \AA}$  до  $a = 3,6054 \text{ \AA}$  с равномерным распределением кристалликов. Это идеальный случай, но его расчет даст общие представления о распределении интенсивности по ширине спектральной линии. На рис. 51 схематически представлено это распределение интенсивности в дублете  $K_{\alpha_1}, K_{\alpha_2}$  при помощи двух равнобедренных треугольников.

В результате образования твердого раствора серебра в меди с указанным распределением концентрации в кристалликах отражение от каждой концентрационной группы кристалликов будет происходить под своим углом  $\theta$ . Это приведет к наложению всех дублетов друг на друга и на рентгенограмме получится размытая линия. На рисунке

видно, что размытая линия сместилась влево; высота максимума стала

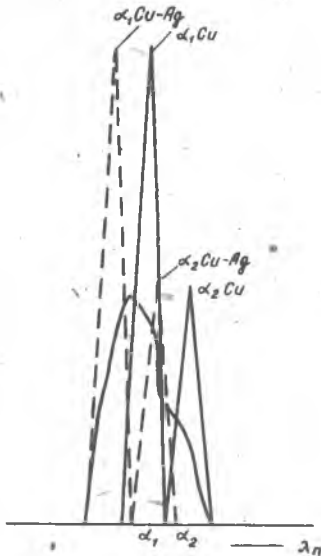


Рис. 51. Влияние дендритной ликвации на распределение интенсивности в спектральной линии

той линии от неоднородного твердого раствора.

Микроструктурный метод исследования сплавов не в состоянии дать ответ на вопрос об образовании однородного или неоднородного твердого раствора с такой малой концентрацией второго компонента. Однако из этого не следует противопоставление одного метода другому. Наоборот, они лишь дополняют друг друга.

#### §4. Определение границы растворимости на диаграммах равновесного состояния с образованием области ограниченной растворимости

Благодаря рентгеновскому структурному анализу в настоящее время почти во всех диаграммах равновесного состояния с областью ограниченной растворимости было уточнено положение линии ограниченной растворимости. Это делается следующим образом. Отливается, например, 10 плавок с разным содержанием компонента *B* в компоненте *A* через 1%. В качестве ориентира служит предполагаемая линия огра-

примерно в два раза ниже, чем у основного дублета, полученного от чистой меди. Таким образом, и ее яркость (степень почернения) также будет почти в два раза ниже, чем яркость дублета  $K_{\alpha}$ .

Итак, при наличии в сплаве дендритной ликвации дублет размывается, смещается в сторону меньших углов и яркость его уменьшается. Производя гомогенизационный отжиг для облегчения выравнивания концентрации серебра в меди, мы получим однородный твердый раствор серебра в меди и на рентгенограмме получится четкий, полностью разделенный дублет, представленный на рис. 51 пунктиром. В таком состоянии сплава дублет сместится еще влево по отношению к размы-

ниченной растворимости на диаграмме (рис.52,а). Затем все образцы отжигаются при температуре  $t_K$  для приведения сплавов в равновесное состояние и медленно охлаждаются.

С полученных образцов снимаются рентгенограммы и определяется параметр  $\alpha$  для каждого образца. Полученные значения параметра откладываются на графике (рис. 52,б) по оси ординат  $\alpha$ . В

области твердого раствора параметр линейно возрастает с увеличением концентрации компонента  $B$ . Начиная с границы растворимости, увеличение параметра прекращается с ростом концентрации компонента  $B$ . Так определяется граница растворимости при температуре  $20^\circ\text{C}$ .

После этого все образцы снова нагреваются до температуры  $t_K$  и подвергаются закалке ( в воде или на воздухе), вновь со всех образцов снимаются рентгенограммы и определяются параметры  $\alpha$ . Полученные значения  $\alpha$  откладываются в новом графике по оси ординат (рис.50,в), получается градуировочный график  $\alpha = f(B\%)$ . На (рис.52,б и в) имеется горизонтальный участок. Он указывает на отсутствие растворимости компонента

$B$ . Для нахождения более точного положения, линии растворимости на диаграмме в этих областях готовят сплавы с разницей концентраций в 0,5% или еще меньшей. Чем меньше разница в концентрациях между исследуемыми образцами и чем

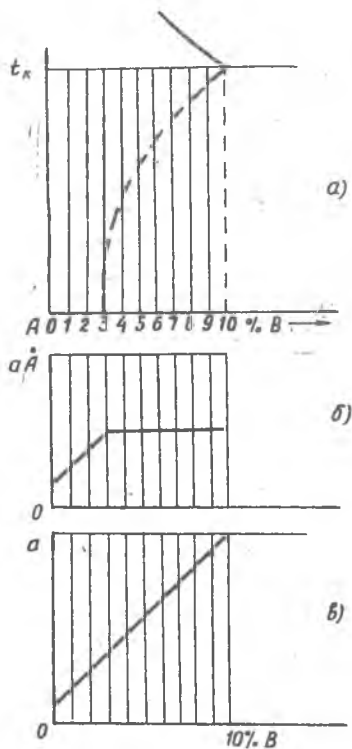


Рис.52.Определение границы растворимости: а - часть диаграммы равновесного состояния; б - зависимость параметра от концентрации в отожженных образцах; в - зависимость параметра от концентрации в образцах закалённых от температуры  $t_K$  (кривая является градуировочной)

точнее температура нагрева для их закалки, тем точнее будет найдено положение искомых точек на градуировочном графике.

Наконец берется образец с предельной концентрацией, закаливается от температуры  $t_k$  и снимается рентгенограмма для определения параметра в закаленном состоянии. Затем образец отпускается при температуре  $t_1 < t_k$  и с него снимается рентгенограмма для определения параметра  $a$ . После этого образец снова закаливается от температуры  $t_k$  и также отпускается уже при температуре  $t_2 < t_1$ , снимается с него рентгенограмма и т.д. После каждого отпуска образец обязательно подвергается закалке для фиксации структурного состояния, соответствующего температуре отпуска. Продолжительность отпуска определяется опытным путем.

Полученные значения параметра  $a$  переводятся в концентрации компонента  $B$  по градуировочному графику (рис. 52, в). Так получается для каждой температуры отпуска концентрация компонента  $B$  и строится линия ограниченной растворимости, приведенная на рис. 53.

Все описанные операции по построению линии ограниченной растворимости можно объединить в одной номограмме, приведенной на рис. 54. В левом верхнем квадранте строится градуировочный график

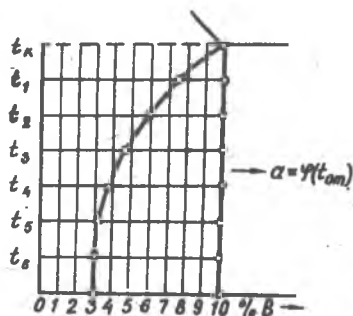


Рис. 53. Построение границы растворимости

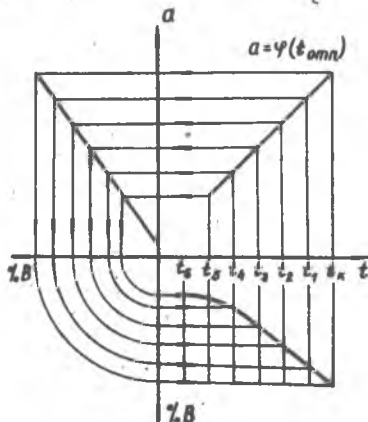


Рис. 54. Номограмма для нахождения границы растворимости

(см. рис. 52, в), в правом верхнем - график зависимости параметра  $a$  от температуры отпуска закаленных образцов и, наконец, в пра-

всем нижнем квадранте строится линия ограниченной растворимости в координатах " температура - концентрация " ( см.рис.53).

Конобеевский и Тарасова при помощи рентгеновского структурного анализа определили время полного распада твердого раствора в хорошо известной диаграмме равновесного состояния " медь- олово " в области сплавов, именуемых бронзами. Область ограниченной растворимости в этой диаграмме со стороны меди дается вертикальной прямой, соответствующей 15% олова. Авторы производили отпуск закаленных образцов, как было описано выше, но при разных выдержках, пока не прекращалось изменение параметра  $\alpha$  после данной выдержки. Полученные результаты представлены в табл.10.

Таблица 10

Температура отпуска, град	Продолжительность отпуска, час
400	10
350	100
310	300
218	1000
167	2000

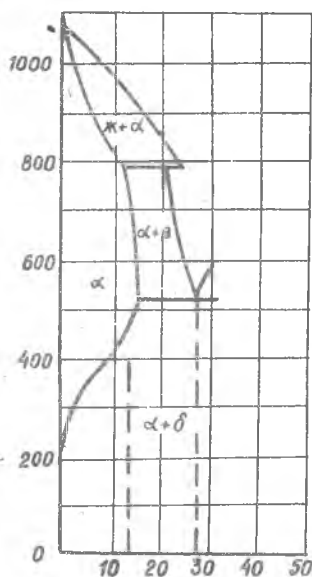


Рис.55. Часть диаграммы равновесного состояния " медь-олово " (пунктиром проведена линия ограниченной растворимости по первоначальным сведениям)

По ним была построена кривая ограниченной растворимости (рис.55). В современных диаграммах " медь- олово " область ограниченной растворимости олова в меди дается в соответствии с приведенными результатами.



## § 5. Систематика сплавов

### а) Упорядоченные и неупорядоченные твердые растворы

В настоящее время различают твердые растворы внедрения и замещения. Среди некоторых растворов замещения обнаружены состояния, обусловленные так называемым "упорядоченным состоянием" атомов в решетке. Это состояние характеризуется тем, что атомы каждого компонента занимают в решетке вполне определенные места, например, в решетке  $NaCl$ . Такое упорядоченное положение атомов вполне соответствует химическому соединению. Поэтому между упорядоченным состоянием и химическим соединением разницы нет.

Рассмотрим пример упорядочения в сплавах системы "золото-медь". Эта система служила предметом исследований с давних времен. Она представляет собой ряд непрерывных твердых растворов. В 1916 г. Курнаков, Жемчужный и Заседателев опубликовали работу, в которой на основании исследования удельного сопротивления в закаленном и отожженном состояниях обнаружили превращения в области низких температур ( $250-450^{\circ}$ ). Эти результаты были нанесены на диаграмму состояния "золото - медь" на (рис.56).

На рис. 57 показана зависимость удельного электросопротивления от концентрации для закаленных и отожженных образцов. После закалки от температуры  $650^{\circ}$ , которой было зафиксировано высокотемпературное состояние, отвечающее однородному твердому раствору, получена куполообразная кривая. Она является типичной для изменения удельного электросопротивления в твердых растворах: с увеличением растворенного компонента удельное электросопротивление растет. Это наблюдается для обоих компонентов. В средней части концентрации получается максимум.

Однако после отпуска образцов при температуре  $200^{\circ}$  этот ход изменился (пунктирная кривая на рис.57). При концентрациях меди в золоте, соответствующих 25 и 50 атомным процентам, на этой кривой появились резко выраженные минимумы. Курнаков сделал вывод, что при таких концентрациях образуются химические соединения  $Cu_3Au$  и  $CuAu$ , названные им Дальтонидами (соединения постоянного состава), в отличие от Бертоллидов - соединений переменного состава. В настоящее время к этим химическим соединениям между металлами применяется термин - интерметаллиды или интерметаллические соединения.

Рентгенографические исследования названных сплавов полностью

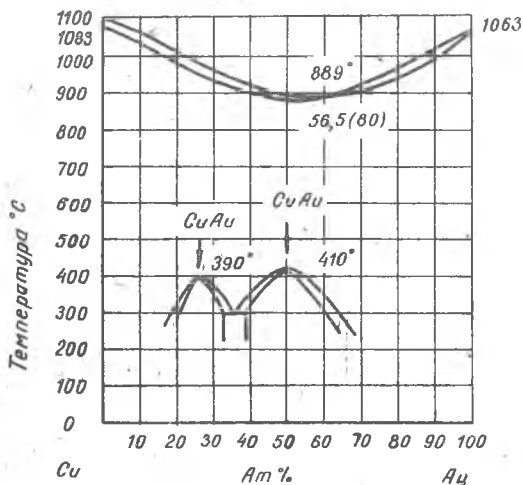


Рис.56. Диаграмма равновесного состояния "медь - золото"

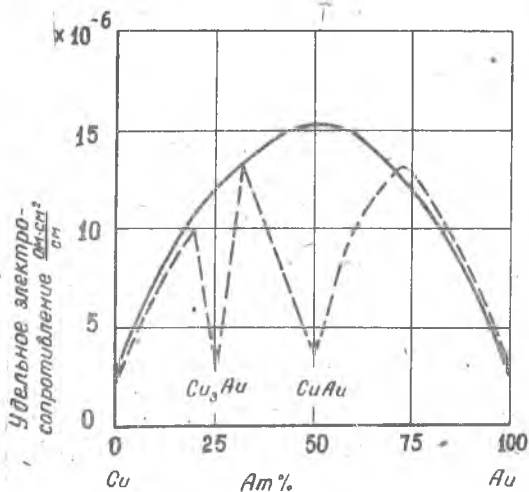


Рис.57. Зависимость удельного электро-сопротивления от концентрации в системе "медь - золото" (сплошная линия - свойство после закалки от температуры 650°C, пунктирная линия - свойство после отпуска при 200°C)

подтвердили существование упомянутых интерметаллидов. Оказалось возможным вычислить параметр кристаллической решетки этих соединений, их тип и координаты атомов.

При съёмке рентгенограмм с закаленных образцов на них были линии, характерные для гранецентрированной кубической решетки. Золото и медь кристаллизуются в гранецентрированную кубическую решетку с параметрами

$$a_{Au} = 4,070 \text{ \AA} , \quad a_{Cu} = 3,608 \text{ \AA} , \quad Z_{Au} = 79 , \quad Z_{Cu} = 29.$$

На рентгенограммах, полученных с отожженных образцов при температуре  $200^{\circ}$ , появились дополнительные линии к основным линиям гранецентрированной решетки. Эти линии названы "сверхструктурными". Первый интерметаллид имел формулу  $Cu_3Au$ .

Теперь необходимо разместить атомы золота и меди в гранецентрированной кубической ячейке. Формуле  $Cu_3Au$  соответствует нахождение в элементарной ячейке одного атома золота и трех атомов меди. Очевидно, что атомы золота должны быть размещены по вершинам куба, а атомы меди - в центре каждой грани с координатами

$Au$	$000$	$Cu$	$1/2$	$1/2$	$0$
			$1/2$	$0$	$1/2$
			$0$	$1/2$	$1/2$

На рис.58, а представлено такое расположение атомов в базе.

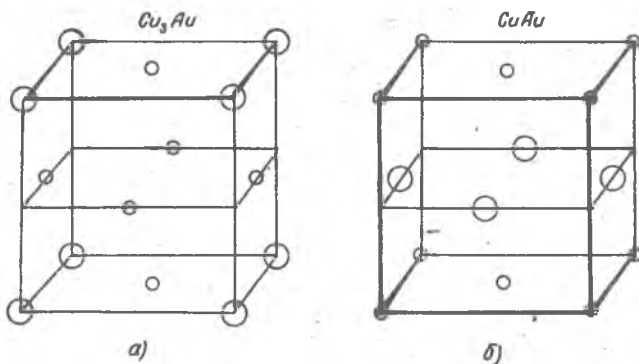


Рис.58. Упорядоченное состояние в системе "медь-золото":  
 а - интерметаллид  $Cu_3Au$  ; б - интерметаллид  $CuAu$  ;  
 о - атомы меди; О - атомы золота

Структурная амплитуда в квадрате для такого расположения атомов будет иметь выражение:

для неупорядоченного состояния несмешанные индексы

$$S^2 = (A_1 + A_2 + A_3 + A_4)^2 = (A_{Au} + 3A_{Cu})^2 = (79 + 3 \cdot 29)^2 = 27556;$$

для упорядоченного состояния смешанные индексы

$$S^2 = (A_1 + A_2 - A_3 - A_4)^2 = (A_{Au} - A_{Cu})^2 = (79 - 29)^2 = 2500.$$

Видно, что линии от граней с индексами одинаковой четности имеют интенсивность, пропорциональную числу 27 556, а линии от граней с индексами разной четности имеют интенсивность, пропорциональную 2 500, т.е. примерно в 10 раз слабее.

Таким образом, данные рентгеновского анализа показали, что при отпуске закаленных образцов происходит перестройка кристаллической решетки, в результате которой образуется интерметаллическое соединение  $Cu_3Au$ .

Аналогичным путем были исследованы сплавы с содержанием золота и меди по 50 атомных процентов, что соответствует интерметаллиду состава  $CuAu$ . Так как основой является и в этом случае гранецентрированная решетка, то для упорядоченного состояния с двумя атомами золота и двумя атомами меди было предложено расположение атомов меди по вершинам куба и в центре верхней и нижней граней. Для атомов золота остались места в центре боковых граней (рис. 58, в). Координаты базисных атомов будут такими:

золото	1/2	0	1/2	медь	0	0	0
	0	1/2	1/2		1/2	1/2	0

Вычислим для этого случая квадрат структурной амплитуды. Для несмешанных индексов получим

$$|S|^2 = [A_{Cu}(e^{2\pi i 0} + e^{\pi i (h_1 + h_2)}) + A_{Au}(e^{\pi i (h_2 + h_3)} + e^{\pi i (h_2 - h_3)})]^2 =$$

$$= [2A_{Cu} + 2A_{Au}]^2 = 46656.$$

Для всех комбинаций смешанных индексов квадрат структурной амплитуды будет равен:

$$|S|^2 = 4 (29 - 79)^2 = 10\ 000.$$

В этом случае сверхструктурные линии будут более интенсивными, чем в предыдущем, где  $|S|^2 = 2500$ .

На рис.59 схематически представлены рентгенограммы Дебая с образцов в состоянии неупорядоченного и упорядоченного однородного твердого раствора. Пунктиром обозначены "сверхструктурные" линии,

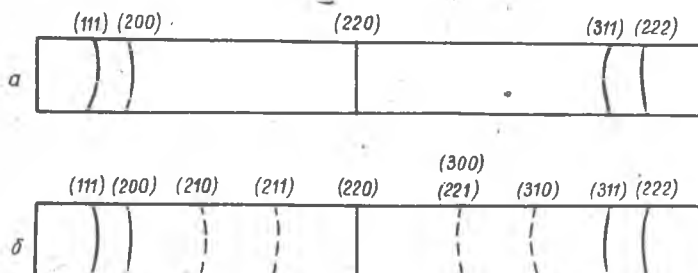


Рис.59. Схема рентгенограмм Дебая:

а - для неупорядоченного состояния; б - в случае образования упорядоченного твердого раствора

по интенсивности они значительно слабее основных линий, относящихся к гранецентрированной кубической решетке. Сверху приведены индексы граней, от которых отражаются линии.

Здесь приведены результаты самых первых исследований структуры интерметаллидов, отнесенных к кубической гранецентрированной решетке. Однако последующие многочисленные исследования этих интерметаллидов привели к заключению, что структура их значительно сложнее и кубической ее можно считать только в первом приближении.

Образование сверхструктуры предполагается в системе "железо - никель" в области концентрации 78% никеля. Здесь возможно образование интерметаллида  $FeNi_3$ . Предполагается, что образование в сплаве интерметаллида обуславливает резкое падение магнитных свойств магнитно-мягкого сплава, называемого "пермаллоем". Из опыта известно, что весьма незначительные пластические деформации сердечника из этого пермаллоя резко снижают его высокие магнитные характеристики. Следовательно, незначительные микроискажения кристаллической решетки являются ответственными за свойства. Тогда и образование упорядоченного твердого раствора с образованием интер-

металлида также может обусловить искажения в кристаллической решетке весьма незначительные, но резко снижающие магнитные свойства. Однако близость атомных номеров железа и никеля не позволяет обнаружить рентгеновским методом образование интерметаллида. Это, в свою очередь, препятствует выбору научно обоснованного режима термической обработки для получения высоких магнитных свойств у сплавов типа " пермаллой".

Образование упорядоченного твердого раствора и его влияние на свойства очень наглядно проявляется на магнитном сплаве "Алси-фер", имеющем состав: алюминия 5,6; кремния 9,5; железа 84,9%.

Этот сплав характеризуется высоким значением начальной магнитной проницаемости  $\mu_0$  и потерями на гистерезис, близкими к нулю, если он представляет обыкновенный неупорядоченный твердый раствор. Если путем термической обработки создать в нем упорядоченный твердый раствор типа  $Fe(AlSi)$ , то значение  $\mu_0$  резко падает, а потери на гистерезис значительно возрастают.

Этот пример показывает, что рентгеновским методом можно контролировать режимы термической обработки магнитных сплавов.

Жаропрочные свойства сплавов на никелевой основе обуславливаются образованием мельчайших кристалликов упорядоченного твердого раствора состава  $Ni_3(Ti, Al)$ . Опытным путем было доказано, что наличие в твердом растворе упрочняющей фазы препятствует пластическим деформациям матрицы. Поэтому нихром (основа жаропрочных сплавов) легируют такими элементами, которые после соответствующей термической обработки образуют интерметаллиды, являющиеся упорядоченным твердым раствором. Если частицы упрочняющей фазы очень маленькие и когерентно связаны с основой (матрицей), то они оказывают большое сопротивление пластическому течению зерен. При росте этих кристалликов в результате коалесценции упрочняющее действие против пластической деформации снижается. Процессы образования упорядоченного состояния приводят к так называемому дальнему порядку, т.е. упорядочение распространяется на большое число элементарных ячеек кристаллической структуры. Этот тип порядка в расположении атомов исследуется обычно рентгеновским методом путем изучения появления и интенсивности сверхструктурных линий. Кроме дальнего порядка, в твердых растворах часто имеется так называемый ближний порядок. При высоких температурах, при которых происходит разрушение дальнего порядка (нарушение упорядоченного состояния), существует стремление у растворенных атомов сохранить

ближний порядок с атомами растворителя. Таким образом, речь идет об упорядоченном состоянии на малых расстояниях вокруг растворенных атомов. По сравнению с дальним порядком, когда весь объем любого кристаллика находится в упорядоченном состоянии, при ближнем порядке в упорядоченном состоянии находится незначительная часть объема кристаллика. Упорядоченные объемы равномерно распределены в объеме кристаллика. Рентгеновским методом, описанным выше, такое состояние обнаружить нельзя. По теории рассеяния рентгеновских лучей наличие ближнего порядка должно привести к возникновению максимумов интенсивности фона. По распределению интенсивности фона можно рассчитать степень ближнего порядка. Этот новый метод исследования называется методом малоуглового рассеяния рентгеновских лучей.

При помощи рентгеновского структурного анализа сплавов можно определять места расположения атомов растворенного компонента в решетке растворителя. Благодаря этому, в настоящее время принята систематика в твердых растворах.

Твердые растворы внедрения. В этом случае атомы растворимого компонента находятся в междузлиях кристаллической решетки растворителя. Такие растворы могут образовывать элементы, у которых атомный радиус небольшой. Мартенсит закалки является пересыщенным твердым раствором внедрения углерода в альфа-железе. Аустенит есть твердый раствор внедрения углерода в гамма-железе.

Твердый раствор замещения - наиболее распространенный вид твердых растворов. В этом случае в кристаллической решетке растворителя атомы растворенного вещества (компонента) располагаются беспорядочно, занимая места атомов растворителя. Например, альфа-латунь представляет собой твердый раствор цинка в меди; бронза - твердый раствор олова в меди, пермаллой - твердый раствор железа в никеле или наоборот. Возможны образования твердых растворов между химическими соединениями: нитрид титана ( $TiN$ ) образует твердый раствор в карбиде титана ( $TiC$ ). Карбиды ниобия ( $NbC$ ) и титана ( $TiC$ ) образуют непрерывный ряд твердых растворов. Карбид вольфрама ( $WC$ ) растворяется в карбидах ниобия ( $NbC$ ) и титана ( $TiC$ ). Но эти карбиды практически не растворяются в карбиде вольфрама ( $WC$ ). Наконец может образоваться твердый раствор, например, никеля в химическом соединении  $NiAl$ .

Твердый раствор вычитания - растворы образуются только на основе химических соединений.

### б) Определение порога рекристаллизации

При холодной пластической деформации (холодная прокатка, волочение и пр.) в металле наступает такое состояние, при котором дальнейшее пластическое деформирование сопровождается образованием сначала мелких, а в дальнейшем и крупных надрывов, в первую очередь на кромках холоднокатаной ленты. Это является, с одной стороны, показателем значительного уменьшения запаса пластичности материала, а с другой, - пределом технологического режима холодной прокатки, за которым следует увеличение отходов из-за необходимости обрезки рваных кромок.

Восстановление исходных пластических свойств металла осуществляется за счет процесса рекристаллизации, который заключается в образовании новых зерен с неискаженной кристаллической решеткой. Потеря пластических свойств, как отмечалось выше, является результатом появления искажений кристаллической решетки  $\Delta a/a$  и измельчения блоков. Такая решетка обладает повышенным запасом свободной энергии и является неустойчивой. Если такой материал нагревать, т.е. сообщать дополнительную энергию в виде тепловой, то в местах наибольшего значения полной энергии наступит состояние "плавления", и некоторая группа атомов окажется в "расплавленном состоянии", за которым должен последовать процесс "кристаллизации", т.е. образования зародышей рекристаллизации с неискаженной кристаллической решеткой. По Бочвару, порог рекристаллизации определяется по формуле

$$T_{\text{рекр}} = 0,4 \text{ пл.}$$

Металлографическими методами обнаружить порог рекристаллизации чрезвычайно трудно. Зато методом рентгеноструктурного анализа обнаружение его в наклепанных металлах производится сравнительно легко.

С наклепанного образца снимается рентгенограмма или на просвет (в проходящих лучах для легких металлов  $Al$ ,  $Mg$  и сплавов на их основе), или в отраженных лучах по методу Закса так, чтобы на рентгенограмме в обоих случаях было полное кольцо Дебая. С такого образца на рентгенограмме будет размытая линия с признаками текстуры (рис.60,а). Затем образцы подвергаются отпуску при разных температурах и времени выдержки и с них после каждой термической операции снимается рентгенограмма. На первых стадиях перехода металла в более равновесное состояние - отдых - происходит небольшое снятие искажений кристаллической решетки с уменьшением разности линий.



Первые равновесные кристаллики, возникшие по указанной выше схеме, дают на рентгенограмме хорошо видимые на размытом фоне линии яркие отражения в виде точек (рис.60, б). Так принято устанавливать порог рекристаллизации по появлению первых ярких точек на рентгенограмме после термической операции в зависимости от температуры, времени выдержки, присутствия легирующих примесей и т. п. Конец процесса рекристаллизации заключающийся в полном исчезновении деформированных кристалликов и образовании новых с полным запасом пластичности, на рентгенограмме проявится в полном отсутствии размытости или фона и наличии только отдельных точек (рис.60, в). Размер и количество точек взаимно

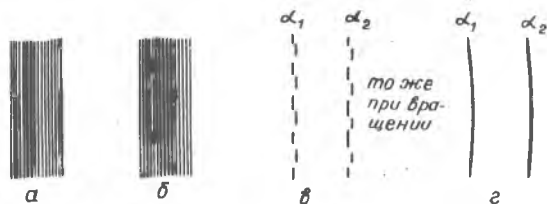


Рис.60. Схема структуры линий: а - линия с наклепанного образца; б - первые рекристаллизованные кристаллики (точки), начало рекристаллизации; в - конец рекристаллизации; г - рентгенограмма с рекристаллизованного образца с вращением кассеты или образца

связаны. С увеличением размера точек на рентгенограмме их количество должно уменьшаться, так как в облучаемом объеме количество металла постоянно. Поэтому длительность рекристаллизационного отжига определяет размер рекристаллизованных зерен. Экспериментальным путем с помощью оптического микроскопа можно в каждом конкретном случае составить эталоны рентгенограмм и соответствующих им микроструктур для управления процессом рекристаллизационного отжига.

При съёмке рентгенограмм с крупнокристаллических образцов линии получаются состоящими из отдельных точек. Это иногда затрудняет точное определение ее положения. Чтобы получить линию обычного вида - сплошную, - применяется или вращение кассеты вокруг оси, по которой направлен первичный пучок, или вращение образца

вокруг оси, перпендикулярной его плоскости, или и то и другое одновременно. Все это достигается конструкцией камеры. Вращение со скоростью около 20-30 об/мин осуществляется через редуктор от маленького электромотора.

Вращение кассеты и образца не допускается при съёмке рентгенограмм для определения остаточных напряжений I рода. В этом случае допускается только качание образца или кассеты в пределах  $10-15^\circ$ .

### в) Закалка стали

Природа закаленной стали долгое время была предметом систематического изучения, но без успеха. Лишь применение рентгеновского структурного анализа для систематического и всестороннего изучения процессов закалки и отпуска стали позволило достичь весьма значительных результатов и создать вполне стройную теорию закалки стали. Приоритет в этом принадлежит нашим ученым Н.А.Семякову, Г.В. Курдюмову и Н.Т.Гудцову (1927 г.). Они первыми начали заниматься систематическим изучением природы мартенсита, которое и по сей день продолжается Г.В. Курдюмовым с сотрудниками.

Рассмотрим сначала аллотропическое превращение  $\alpha \rightleftharpoons \gamma$  в чистом железе. Для этого возьмем две ячейки гамма-железа (рис.61) и выделим в них ячейку тетрагональной решетки (обведена жирными линиями). Если параметр ячейки гамма-железа  $a$ , то в тетрагональной ячейке оси  $a$  и  $b$  будут равны  $\frac{\sqrt{2}}{2} a$ , а ось  $c - a$ . Отношение осей будет равно:

$$c/a = 2 .$$

Так как аллотропические превращения в металлах происходят с большой скоростью, то наиболее вероятным может быть механизм бездиффузионного превращения. Бездиффузионным принято называть всякое превращение, связанное с перемещениями атомов при перестройке на расстоянии, не превышающие параметра кристаллической решетки. Скорость такого превра-

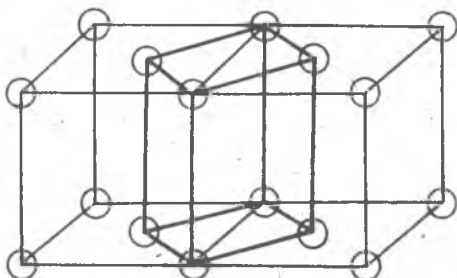


Рис.61. Схема начальной стадии аллотропического превращения в железе

чения может быть порядка скорости распространения звука в металле. Однако диффузионное превращение, связанное с большими перемещениями атомов, выходящими за пределы элементарной ячейки, будет зависеть от температуры и по скорости значительно ниже бездиффузионных превращений.

В нашем случае перестройка решетки при аллотропическом превращении  $\gamma \rightarrow \alpha$  может происходить следующим образом. Параметры решетки гамма - и альфа-железа примем равными соответственно

$$a_{\gamma} = 3,63 \text{ \AA} , \quad a_{\alpha} = 2,90 \text{ \AA}$$

при температуре превращения, равной  $900^{\circ}$ . В тетрагональной ячейке параметры будут следующими:

$$a_m = 2,58 \text{ \AA} , \quad c_m = 3,63 \text{ \AA} .$$

Бездиффузионное превращение может произойти в одной ячейке путем перемещения атомов по осям  $a$  и  $c$  на величины

$$\Delta a = 2,90 - 2,58 = 0,32 \text{ \AA} \quad \text{и} \quad \Delta c = 2,90 - 3,63 = -0,73 \text{ \AA} ,$$

т.е. по оси  $c$  решетка будет сжиматься, а по оси  $a$  - расширяться.

Бездиффузионное превращение может произойти в обе стороны от основного атома в  $2 \times (2,58 : 0,32) = 16$  ячейках по оси  $a$  и по оси  $c$  в  $2 \times (3,63 : 0,73) = 10$  ячейках. Таким образом, размер зародышевого блока будет равен  $46,4 \times 46,4 \times 29,0 \text{ \AA}$ .

На рентгенограмме никаких следов указанного превращения обнаружить не удастся.

Так можно схематически представить перестройку решетки гамма-железа в альфа-железо. Никаких помех к перестройке нет и при температуре аллотропического превращения проследить за деталями этой перестройки решеток не представляется возможным (высокие температура и скорость перестройки). Что же может быть центром, около которого начинается бездиффузионное превращение? По всей вероятности, такими центрами могут быть дефекты кристаллической решетки. Это - искажения, вакансии, инородные включения, дислокации.

Теперь перейдем к рассмотрению механизма закалки стали.

Закаленные образцы содержали 1,4% углерода и принимались меры предосторожности для исключения влияния обезуглероженного слоя на характер рентгенограмм. На рис.62 схематически представлена рентгенограмма с закаленного образца с содержанием углерода 1,4%. Там же для сравнения приведена рентгенограмма с чистого железа. Основное различие в этих рентгенограммах заключается в разделении линий от мартенсита, смещении их относительно линий феррита и явно выраженное отношение интенсивностей разделенных линий как 2:1.

Расшифровка рентгенограмм может быть выполнена следующим образом.

Если все линии альфа-железа на рентгенограмме после закалки раздвоились, то можно предположить, что образова-

лась новая кристаллическая решетка другой системы, отличной от кубической. Возьмем квадратичные формы для кубической и тетрагональной систем:

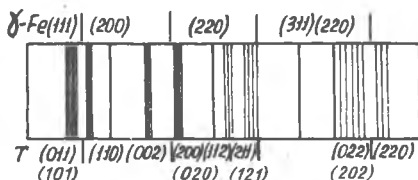


Рис. 62. Схема рентгенограммы с закаленного образца (I, 4% C)

$$\sin^2 \theta = \frac{\lambda^2}{4} \left[ \frac{h_1^2}{a^2} + \frac{h_2^2}{a^2} + \frac{h_3^2}{c^2} \right] = \frac{\lambda^2}{4a^2} \left[ h_1^2 + h_2^2 + \left( \frac{c}{a} \right)^2 h_3^2 \right], \quad (\text{IV.12})$$

$$\sin^2 \theta = \frac{\lambda^2}{4} \left[ \frac{h_1^2}{a^2} + \frac{h_2^2}{a^2} + \frac{h_3^2}{c^2} \right] = \frac{\lambda^2}{4a^2} \left[ h_1^2 + h_2^2 + \left( \frac{c}{a} \right)^2 h_3^2 \right].$$

Здесь  $a$  и  $c$  - главные оси кристаллов, а  $c/a$  - отношение осей в кристаллах тетрагональной системы. Если в квадратичной форме для кубической системы перестановка индексов граней не влияет на величину  $\sin^2 \theta$ , например (110), (101), (011), то в тетрагональной системе от такой перестановки изменится величина  $\sin^2 \theta$ , что легко проверить непосредственной подстановкой индексов в квадратные скобки. При этом будет обнаружено, что для каждой грани кубической системы в тетрагональной будет раздвоение с отношением интенсивностей 2:1. На рис. 62 под каждой линией в тетрагональной системе проставлены индексы граней.

Так как соотношение интенсивностей на рентгенограмме от закаленного образца полностью совпадает с приведенным отношением интенсивностей на основании анализа квадратичной формы для кристаллов тетрагональной системы, то можно сделать однозначное заключение: сталь в закаленном состоянии имеет тетрагональную кристаллическую решетку. Изучение влияния содержания углерода в стали на параметры тетрагональной кристаллической решетки привело к следующим результатам. С увеличением содержания углерода в стали (точнее в аустените перед закалкой) параметр  $a$  убывает, а параметр  $c$  увеличивается, как показано на рис. 63. В табл. II, заимствованной из работы Эмана, приведены значения параметров

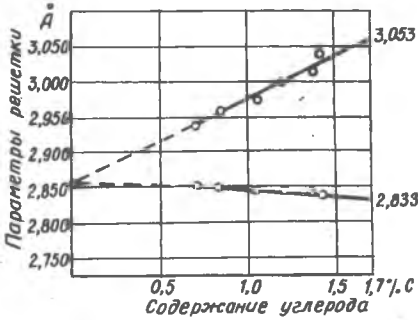


Рис. 63. Зависимость параметров  $a$  и  $c$  тетрагональной решетки в закалённой стали

тетрагональной решетки мартенсита в зависимости от содержания углерода в аустените. Видно, что с увеличением содержания углерода в аустените отношение осей также растёт, достигая для предельного содержания углерода в аустените значения  $c/a = 1,08$ .

Таблица II

Содержание C	Параметр аустенита	Параметр мартенсита		
		$a \text{ \AA}$	$c \text{ \AA}$	$c/a$
0,71	3,581	2,853	2,941	1,031
0,80	3,584	2,852	2,956	1,036
1,04	3,592	2,848	2,979	1,046
1,20	3,600	2,846	2,999	1,054
1,35	3,609	2,843	3,014	1,060
1,40	3,616	2,840	3,034	1,068
1,70	3,631	2,833	3,053	1,08

Из сказанного следует важный для практики вывод. Рентгеновским методом можно определять содержание углерода в аустените по отношению осей  $c/a$  в тетрагональной решетке. В настоящее время рекомендуется для этой цели следующее соотношение:

$$\frac{c}{a} = 1 + 0,0467\rho \quad \text{или} \quad \rho = 21,40 \left( \frac{c}{a} - 1 \right),$$

где  $\rho$  - содержание углерода в весовых процентах.

Для предельного содержания углерода в стали 1,7% методом экстраполяции можно получить следующие данные:

параметр решетки аустенита  $a = 3,631 \text{ \AA}$ ,

параметры мартенсита:

$$\begin{aligned} a &= 2,833 \text{ \AA} \\ c &= 3,053 \text{ \AA} \\ c/a &= 1,08. \end{aligned}$$

Исходным состоянием стали перед закалкой является аустенит. После отжига закаленной стали мы получаем также вполне равновесное и устойчивое состояние, которое характеризуется структурой перлита со структурно-свободным ферритом или цементитом в зависимости от содержания углерода. В закаленном образце получается промежуточное неустойчивое состояние, которое называется тетрагональный мартенсит или мартенсит закалки.

В опытах по закалке стали Курджимовым было установлено, что тетрагональный мартенсит сравнительно легко получался в углеродистых сталях с содержанием углерода от предельно высокого до 0,6%. При содержании углерода в стали меньше 0,4% не удавалось получать мартенсит закалки. В структуре всегда присутствовал мартенсит отпуска, т.е. при закалке мартенсит частично подвергался отпуску, несмотря ни на какие доступные скорости охлаждения. Видимо, возможные на практике скорости охлаждения были недостаточны для получения мартенсита закалки. При уменьшении содержания углерода в стали повышается температура мартенситного превращения ( $M_n$ ) до 400-500° и резко возрастает скорость распада мартенсита при этих же температурах.

Возникшее затруднение было преодолено изучением влияния углерода на процесс закалки на сталях, легированных марганцем и никелем, которые понижают температуру  $M_n$  до 65, 70, 50, 25, 5°С при содержании углерода в образцах соответственно 0,25; 0,31; 0,35; 0,44; 0,57%.

Известно, что чем мельче иглы мартенсита, тем выше свойства его в закаленной стали, и что структура мартенситных игл зависит от размеров аустенитного зерна. Поэтому технологи стремятся, с одной стороны, растворить углерод в аустените не больше 0,7%, а с другой стороны, - не поднимать температуру нагрева выше предела, гарантирующего незначительный рост аустенитного зерна. Для каждой марки стали имеется своя температура допустимого нагрева аустенита.

Длительная выдержка аустенита при высоких температурах обуславливает рост зерна и устраняет всевозможные дефекты в кристаллической решетке. Наличие таких дефектов равносильно существованию центров кристаллизации альфа-фазы при закалке. Длительная выдержка аустенита при высоких температурах снижает до минимума число центров кристаллизации альфа-фазы. Это было использовано для получения мартенсита закалки в малоуглеродистых сталях. Путем нагрева до

температуры выше 1150° в образцах железа с содержанием углерода менее 0,01% при быстром охлаждении можно было заставить превращение идти по типу мартенситного. Твердость этих образцов и ширина спектральных линий такая же, как у материала после холодной пластической деформации весьма высокой степени.

Элементарная ячейка решетки мартенсита чистого железа не отличается от решетки отожженного железа. Различие между ними только в субструктуре и искажениях кристаллической решетки. Самым интересным был следующий вывод: мартенситный механизм превращения  $\gamma \rightarrow \alpha$  в железе приводит к состоянию, похожему на состояние после холодной пластической деформации.

Так как ход изменения твердости и размеров блоков в зависимости от степени холодной деформации совершенно одинаков - кривые идут параллельно, - то напрашивается очевидное заключение: измельчение блоков когерентного рассеяния является одной из причин высокой твердости мартенсита. Вторая, не менее важная причина, заключается в присутствии углерода в решетке мартенсита, который повышает предел упругости. Чем выше содержание углерода в стали, тем больше влияние его на твердость закаленной стали.

Итог изучения образования мартенсита в железе с разным содержанием углерода привел к выводу, что образование твердого раствора углерода в альфа-железе с образованием тетрагонального мартенсита начинается с содержания углерода от 0,2% и выше.

Кроме измельчения блоков когерентного рассеяния в мартенсите обнаружены искажения кристаллической решетки  $\frac{\Delta a}{a}$ , которые в сплошном материале раза в четыре выше, чем в порошковом мартенсите, т.е. в мартенсите, свободном от внешних связей с соседними зернами. Для высокоуглеродистой стали величина искажений кристаллической решетки достигает значительной величины:

$$\frac{\Delta a}{a} = 10^{-2}.$$

Наиболее вероятным механизмом образования мартенсита с тетрагональной решеткой может быть бездиффузионное превращение по описанной ранее схеме (см. рис. 61). Разница заключается в наличии атомов углерода, обозначенных черными кружками (рис. 64). Предполагая, что механизм перестройки решетки при закалке происходит в принципе по схеме бездиффузионного превращения, можно подсчитать размеры зародышевого блока. Известно, что при закалке стали необходима скорость охлаждения не меньше критической  $V_{\text{крит}}$ . При этом температура превращения аустенита в мартенсит понижается до

200°, что следует из рассмотрения С-образных кривых. При такой температуре диффузионная подвижность атомов и железа и углерода значительно понижена. Значит, при бездиффузионной перестройке решетки из ГЦК в ОЦК атомы углерода оказывают мешающее действие, перестройка до конца не идет и мы обнаруживаем тетра-

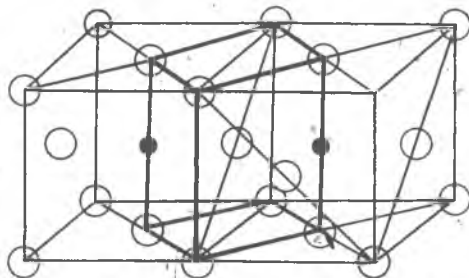


Рис.64. Положение атома углерода о в решетке гамма-железа перед закалкой

гональность, которую можно рассматривать как твердый раствор углерода в альфа-железе. Поэтому принято считать мартенсит закалки (с тетрагональной решеткой) как пересыщенный твердый раствор углерода в альфа-железе.

Курдимов и Закс на монокристалле углеродистой стали изучали механизм этого превращения и установили в соответствии с ориентационно-структурным принципом, сформулированным ранее Данковым, следующее: грань аустенита (III) оказывается параллельной грани (0II) мартенсита и направление в аустените [10I] параллельно направлению [111] в мартенсите. Итак, превращение аустенит - мартенсит совершается по строго определенному пути, а не беспорядочно.

Видимые в микроскоп иглы мартенсита состоят из отдельных блоков когерентного рассеяния. Их размер определял Лысак по уширению рентгеновских линий от мартенсита. Средний размер оказался в пределах

$$120 + 170 \text{ \AA} \quad (1,2 - 1,7 \times 10^{-6} \text{ см}).$$

Средний размер областей когерентного рассеяния мартенсита, независимо от содержания углерода в стали (для безуглеродистого железа и для высокоуглеродистой стали), оказался в пределах  $200-300 \text{ \AA}$ .  $(2,0 + 3,0) \times 10^{-6} \text{ см}$ .

### г) Отпуск закаленной стали

Мартенситное состояние термодинамически неустойчиво. Мартенсит закалки всегда стремится перейти в более устойчивое состояние, поэтому отпуск закаленной стали по существу является операцией перевода



мартенсита из неустойчивого состояния в устойчивое. С давних времен было известно, что мерительный инструмент, изготовленный из стали У10 - У12, после закалки в течение нескольких лет пребывания при комнатной температуре меняет свои размеры. Теперь мы знаем, что давно известное изменение размеров закаленного мерительного инструмента является следствием стремления системы к равновесному состоянию. Этот процесс сопровождается уменьшением объема закаленной стали и переходом тетрагональной решетки мартенсита закалки в кубическую без изменения размеров блоков когерентного рассеяния.

При отпуске закаленной стали обнаружено три интервала температур, в которых наблюдается заметное изменение свойств стали. Эти превращения получили название - первое, второе и третье и лежат в интервале температур  $100-150^{\circ}$ ,  $250-300^{\circ}$  и  $325-400^{\circ}$ . Первое и третье превращения в стали обусловлены изменением состояния твердого раствора и возникновением карбидной фазы. Второе превращение связано с распадом остаточного аустенита и наблюдается только в его ствии в закаленной стали.

На рис. 65 схематически показана серия рентгенограммной стали после отпуска при температуре  $100^{\circ}$  в течение времени. В закаленном состоянии на рентгенограмме отчетливо видно

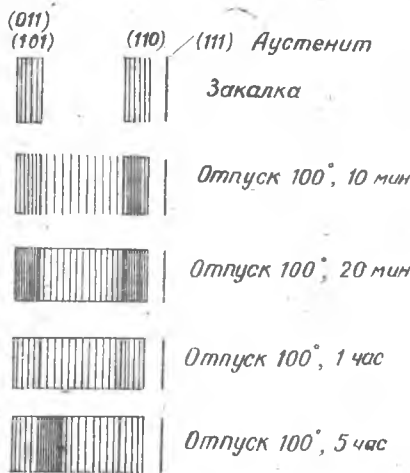


Рис. 65. Схема изменения вида рентгенограммы с образца закаленной стали после разных режимов отпуска

разделение первой линии на две, характерные для тетрагональной решетки: первая с индексами (011) и (101), вторая - (110). Правее их находится линия (111) о точного аустенита. По мере увеличения времени отпуска при температуре  $100^{\circ}$  линии тетрагонального мартенсита расширяются, промежуток между ними затемняется и через 5 часов отпуска на заметном фоне линий тетрагонального мартенсита появляется еще размытая линия от грани (011) альфа-железа.

Эти изменения вида рентгенограмм позволили сделать однозначное заключение: при отпуске происходит распад пересыщенного твердого раствора углерода в альфа-железе с выделением углерода из решетки - появление линий альфа-железа. Процесс распада твердого раствора в зависимости от температуры иллюстрируется табл. 12.

Таблица 12

Температура отпуска, °С	Время полу-распада	Температура отпуска, °С	Время полу-распада
0	340 лет	100	50 минут
20	6,4 года	120	8 минут
40	2,5 месяца	140	2,3 минуты
60	3 дня	160	45 секунд
80	7 час.50 мин		

В настоящее время распад твердого раствора при отпуске закаленной стали в области первого превращения (100-150°) представляется следующим образом. Процесс распада твердого раствора состоит из двух стадий. На первой происходит выделение высокодисперсных частиц карбида очень медленно при 20°С и довольно быстро при 100°С. Распад твердого раствора происходит не до полного выделения углерода из твердого раствора, а до концентрации его около 0,25-0,3%, что соответствует отношению осей 1,012 - 1,013. Этот твердый раствор оказывается более устойчивым, чем исходный, так как выделение углерода продолжается с меньшей скоростью до температур 300°.

Такое скачкообразное изменение концентрации твердого раствора получило название "двухфазный распад твердого раствора" и является первой стадией распада. Вторая стадия распада заключается в дальнейшем выделении углерода из твердого раствора вплоть до температуры 300°.

Итак, распад пересыщенного твердого раствора углерода в альфа-железе ( в мартенсите закалки) происходит в две стадии. Первая стадия заключается в двухфазном распаде твердого раствора с образованием новой фазы - твердого раствора с концентрацией около 0,3%. Новая фаза растет за счет распада исходной. При этом образуются зародыши карбидной фазы в высокодисперсном состоянии, вокруг карбидной частицы остается твердый раствор с пониженной концентрацией,

которая находится в равновесии с карбидной частицей. Это равновесие зависит от кривизны карбидных частиц. Поэтому выделение углерода из твердого раствора задерживается и может продолжаться только после роста карбидных частиц, для чего необходимо повышение температуры.

Вторая стадия распада мартенсита происходит по типу "однофазного" или "гомогенного" распада. Он может происходить только при нарушении равновесия между концентрацией углерода и величиной кривизны карбидных частиц. Это возможно только при росте карбидных частиц. Вторая стадия протекает медленно при температуре 150° и достаточно быстро при 250°. Кроме того, первое превращение сопровождается уменьшением объема. При измерении длины возможно уменьшение её до 0,1% (относительное изменение длины - 0,001) при завершении первого превращения при температуре 150°. Это явление было давно известно инструментальщикам. Например, калибры, пролежавшие несколько лет при комнатной температуре, заметно изменяли свои размеры и переставали быть эталонами размеров или формы. В настоящее время на основании работ по изучению природы закалки и отпуска закаленной стали весь мерительный инструмент и разные детали из легированных инструментальных сталей (кольца шарикоподшипников, сопрягаемые детали плунжерного топливного насоса) после закалки обязательно подвергаются отпуску в масляной ванне при температуре 150-180° в течение около 0,5 - 1 часа.

Второе превращение при отпуске закаленной стали (230-260°) сопровождается увеличением объема и исчезновением линий аустенита. Как уже упоминалось выше, здесь происходит распад остаточного аустенита. Продуктом распада будет, очевидно, мартенсит отпуска, в котором произойдет первое превращение. Теперь состав закаленной стали будет совершенно однородным по фазовому составу.

Все перечисленные превращения в закаленной стали и их рентгеноструктурное состояние схематически представлены на рис.66. Первая рентгенограмма представляет закаленное состояние - тетрагональный мартенсит и остаточный аустенит, вторая - после отпуска при температуре 100-150° (после первого превращения) характеризуется линиями остаточного аустенита и размытыми линиями тетрагонального мартенсита и третья (после отпуска при температуре 200-300°) представляет законченный процесс распада пересыщенного твердого раствора углерода в ал-

аустенита. Хотя большая часть углерода вышла из решетки альфа-железа, но линии карбидной фазы еще отсутствуют на двух последних рентгенограммах, что указывает на весьма высокую степень дисперсности частиц карбидной фазы.

Размытость линий альфа-железа на последних двух рентгенограммах указывает на неполный распад пересыщенного твердого раствора углерода в альфа-железе.

В области третьего превращения при отпуске закаленной стали (потеря свойств закаленной стали) было обнаружено в первых опытах появление новых линий на рентгенограмме от закаленной и отпущенной стали. Эти

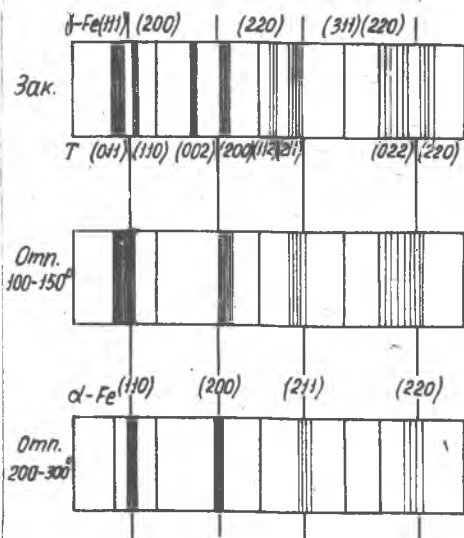


Рис. 66. Схемы рентгенограммы с закаленной стали после разных температур отпуска

изменения привели вначале к заключению о существовании при отпуске закаленной стали цементита, который был описан формулой  $Fe_xC$ . Сущность третьего превращения была приписана переходу цементита  $Fe_xC$  в цементит  $Fe_3C$ .

М.П. Арбузовым, занимавшимся детальным изучением карбидов в отпущенной стали, была разработана специальная методика выделения карбидов из образцов закаленной и отпущенной при разных температурах углеродистой стали, содержащей 1,0% углерода. Температуры отпуска были от 200 до 600° через 50°. Выделение порошки карбидов подвергались рентгенографическому исследованию для определения параметров решетки и размеров частиц карбидов. Цементит  $Fe_3C$  кристаллизуется в ромбической системе с осями

$$a = 4,517 \text{ \AA} ; \quad b = 5,079 \text{ \AA} ; \quad c = 6,730 \text{ \AA} .$$

В базисе находится 12 атомов углерода и 4 атома железа.

Сняты рентгенограммы с карбидных порошков, полученных из образцов после разных температур отпуска, были проиндифицированы и сопоставлены друг с другом. Детальный анализ их дал возможность сделать следующие заключения (рис.67).

При самом низком отпуске при температуре 200° на рентгенограмме было обнаружено только 12 линий, а при температуре отпуска 700° - 35 линий. Наиболее резкие линии получались от карбидных порошков высокоотпущенных образцов. Чем ниже температура отпуска, тем больше размытость линий, вплоть до полного исчезновения их при температуре отпуска 150°. Так как остаточных напряжений не могло быть в выделенных карбидах, то расширение линий было приписано величине блоков когерентного рассеяния рентгеновских лучей.

Расширились не все линии в одинаковой степени. Наибольшее расширение было обнаружено у линий с малым третьим индексом. При низких температурах отпуска на рентгенограммах были линии от граней (021), (112), (200), (120), (211), (122), (113), (130), (140), (233), (330), (331) и слабые отражения от граней (212), (222) и (312). Как видно, у этих граней третий индекс небольшой. По мере повышения температуры отпуска появлялись линии от граней с третьим индексом до 5. Такая закономерность в расширении линий указывает на то, что размер кристалликов в направлении третьей оси *c* значительно меньше, чем в двух других направлениях *a* и *b*. Для проверки сказанного было произведено измерение размера кристалликов (когерентных блоков) карбида по формуле

$$\beta = \frac{\lambda}{\cos \theta} \sqrt{\frac{h_1^2}{m_1^2 a^2} + \frac{h_2^2}{m_2^2 b^2} + \frac{h_3^2}{m_3^2 c^2}}$$

- где  $\beta$  - истинная ширина линии;  
 $h_1, h_2, h_3$  - индексы отражающих граней;  
 $m_1, m_2, m_3$  - число элементарных ячеек по осям;  
 $a, b, c$  - постоянные решетки (оси кристаллов);  
 $\lambda$  - длина волны;  
 $\theta$  - угол Вульфа-Брэггов.

На рис.68 представлены результаты определения размеров кристалликов по трем направлениям *a*, *b*, *c*. Из приведенного графика

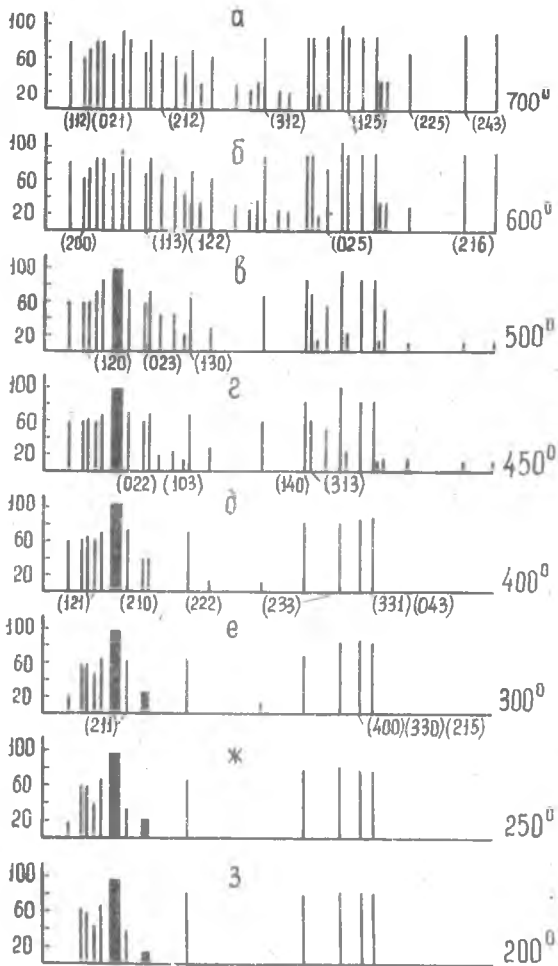


Рис. 67. Схематический вид рентгенограмм с карбидного остатка, выделенного из закалённых образцов после разных температур отпуска

весьма убедительно следует, что размер кристалликов вначале до температур отпуска 350–380° изменяется медленно. Зато после этой температуры рост их становится значительным. Наименьший размер кристалликов, как было предсказано, оказался по оси *c*.

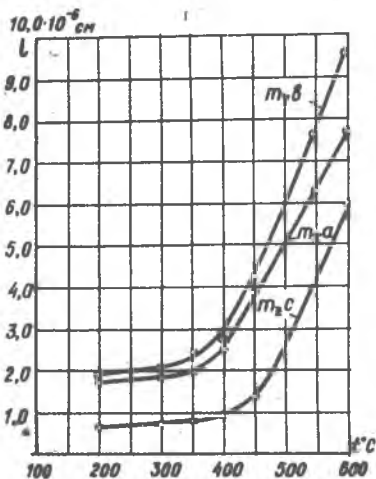


Рис. 68. Зависимость размеров частиц карбида железа от температуры отпуска стали

рчаасового отпуска они практически уже не растут. Время отпуска, необходимое для достижения такого состояния кристалликов, различно для разных температур отпуска. Например, для температуры отпуска 300° оно составляет 10–15 минут.

Такой характер роста кристалликов карбида в зависимости от температуры отпуска можно объяснить следующим образом. В области низких температур слабый рост кристалликов обусловливается понижением концентрации углерода в мартенсите вокруг выпавших частичек карбида, за счет пониженной скорости диффузии "питание" кристалликов происходит очень медленно. В этой области температур карбида когерентно связаны с матрицей, из которой они возникли. При повышении температуры отпуска ( в области 300–400°) происходит обособление или отрыв кристалликов карбидной фазы от матрицы и дальнейший рост их может происходить уже за счет коалесценции, т.е. роста крупных кристалликов за счет мелких.

Нетрудно представить, что кристаллики цементита в первые стадии их развития имеют форму малых пластинок. С повышением температуры отпуска форма кристалликов приближается к равновесной.

Исследование кинетики роста кристалликов карбидной фазы в зависимости от времени выдержки при отпуске показало, что кристаллики карбида в начале отпуска растут быстро. За короткий промежуток времени они достигают значительных размеров. Затем их рост замедляется и после полуто-

В области третьего превращения закаленная сталь теряет свойства - твердость, механическую прочность. При этом в стали происходят следующие структурные изменения. Нарушается когерентная связь между матрицей и карбидной фазой, происходит рост кристалликов карбидной фазы (коалесценция) и когерентных блоков твердого раствора (альфа фазы) и дальнейший распад твердого раствора. Такова природа разупрочнения закаленной стали при отпуске.

Затем было проведено специальное исследование по изучению влияния легирующих элементов на состояние карбидной фазы. Для этого было взято четыре марки стали следующего состава:

1. 1,00% C	1,45% Cr
2. 0,97% C	3,92% Co
3. 1,25% C	2,13% W
4. 1,20% C	2,0% Mo

Рентгенографическое исследование электролитически выделенного карбидного порошка из образцов после разных температур отпуска закаленных образцов проводилось по вышеописанной методике.

Так же было обнаружено появление на рентгенограммах линий цементита с несколько измененными постоянными  $a$ ,  $b$ ,  $c$ . Это позволяет сделать заключение, что в легированных сталях образуются легированные карбиды типа цементита и отсутствуют специальные карбиды, образуемые легирующими элементами с углеродом. Вывод несколько неожиданный. Характер вида рентгенограмм оставался тем же, что и для цементита, лишь температура отпуска, при которой начинали появляться линии, была выше приблизительно на 100-150° по сравнению с цементитом.

Форма карбидов была также пластинчатой. Однако температура начала интенсивного роста карбидных частиц была выше. Для хромистой и кобальтовой стали она составляла около 450°, а для вольфрамовой и молибденовой стали соответственно 550 и 500°. Таким образом, вольфрам оказывается наиболее энергичным элементом, задерживающим рост карбидных частиц при отпуске закаленной стали.

После отпуска при температуре около 600° происходит окончательное обособление цементита от феррита, обе кристаллические решетки находятся в равновесном состоянии, т.е. без искажений, получается структура пластинчатого перлита с избыточным цементитом в соответствии с содержанием углерода.

Итак, описанная схема процесса закалки стали и ее отпуска



появилась только благодаря применению метода рентгеновского структурного анализа в сочетании с известными данными металлографического и дилатометрического анализов закаленной и отпущенной стали.

На изложенном изучении процесса закалки и отпуска стали останавливаться нельзя. Если бы мы имели аппаратуру для кино съемки процесса закалки стали в рентгеновских лучах, т.е. могли бы получить кинорентгенограммы состояния кристаллической решетки во время процесса закалки стали, то изложенная схема была бы или подтверждена, или исправлена и дополнена. Такая аппаратура будет создана, и исследования процесса закалки стали и других сплавов будут продолжены.

### § 6. Текстура

#### а) Теория текстуры

В методе Дебая рассматриваются образцы мелкозернистые и с беспорядочной ориентировкой. Поэтому шаровая проекция для любой грани будет характеризоваться равномерным распределением точек на поверхности шара.

Однако можно представить распределение плотности точек на поверхности шара, отличное от равномерного. Например, все точки можно расположить только на экваторе или около полюсов. Хотя на первый взгляд

такие рассуждения могут показаться абстрактными, но, как показывает опыт, они близки к действительности.

Для примера представим себе, что в цилиндрическом образце все кристаллики расположены так, что параллельно оси ориентировано кристаллографическое направление  $110$ . У кристаллов остается одна свобода в расположении - вращение вокруг этого направления (рис.69). В этом случае на шаровой проекции появится три круга-

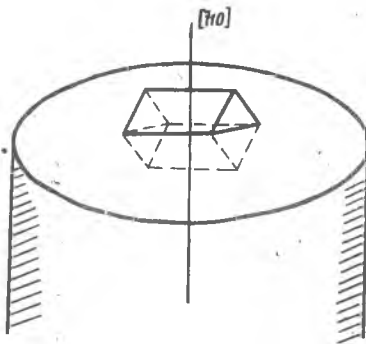


Рис.69. Направление текстуры  $110$ , ориентированное параллельно оси образца

экватор  $S_3$  и два малых круга  $S_1, S_2$ , расположенных на угловом расстоянии от экватора в  $45^\circ$ , как это показано на рис. 70, а.

Из рис. 70, б видно, что на рентгенограмме вместо сплошного круга получаются его части в виде 6 точек, симметрично расположенных относительно вертикальной и горизонтальной линий.

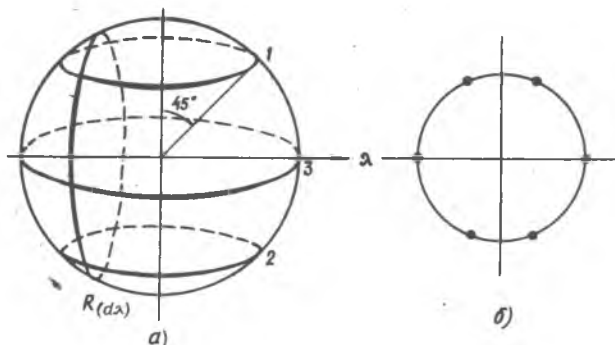


Рис. 70: а - шаровая проекция, соответствующая ориентировке кристаллов, представленной на рис.69; б - схема рентгенограммы

При помощи шаровой проекции мы можем описать расположение грани кристалликов в исследуемом образце. Если рентгенограмму считать за отражательную проекцию, то можно установить связь между этими проекциями, для чего воспользуемся формулами сферической тригонометрии. На поверхности сферы проводятся дуги больших кругов, которые образуют стороны сферического треугольника, обозначаемые малыми буквами  $a, b, c$ . Противоположные им вершины и углы обозначаются большими буквами  $A, B, C$ .

На рис. 71 изображена шаровая проекция и справа от нее отражательная (рентгенограмма). В шаровой проекции проведены малый и большой круги, в соответствии с рис. 70, а, обозначенные буквами  $DD'$  и  $AA'$  (экваториальная плоскость). Нормаль  $N$  к грани  $(h_1 h_2 h_3)$  выходит на поверхность шара в точке  $C$ , а в точке  $E$  выходит отраженный луч, оставляющий след на рентгенограмме в точке  $E'$ .

Теперь построим треугольники на сфере, проводя дуги больших кругов через точки  $A, B, C, E$ . Рассмотрим сферический треугольник  $ABC$ . Сторона  $AB$  по чертежу равна  $90^\circ$ . Но для общности

вывода, обозначив его  $\beta$ , положим равным меньше  $90^\circ$ . Сторона  $BC$  измеряется углом  $\rho$  от полюса  $B$  до положения малого

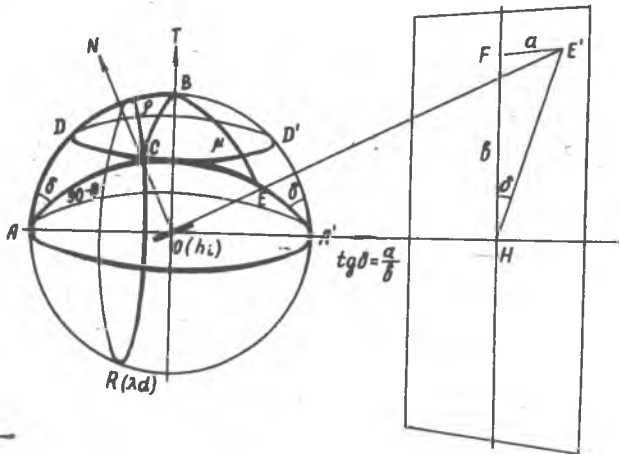


Рис.71. Связь между шаровой и отражательной проекциями

круга  $DD'$ , на котором расположены нормали  $N$ . Сторона  $CA$  измеряется углом  $\gamma = 90 - \theta$ . В этом треугольнике между сторонами  $AB$  и  $AC$  имеется двугранный угол  $\delta$ , который можно определить по рентгенограмме из условия

$$\operatorname{tg} \delta = \frac{FF'}{HF}$$

В сферическом треугольнике  $ABC$  значения его элементов будут такими: сторона  $AB = b$  определена выше, сторона  $BE$  определяется углом  $\mu$  и сторона  $EA$  измеряется углом  $180^\circ - 2\theta$ .

Для установления связи между шаровой и отражательной проекциями воспользуемся основной формулой сферической тригонометрии, формулой косинуса стороны:

$$\cos a = \cos b \cdot \cos c + \sin b \cdot \sin c \cdot \cos A. \quad (\text{IV.I3})$$

Для треугольника  $ABC$  получим

$$\cos \rho = \cos \beta \cdot \cos (90 - \theta) + \sin \beta \cdot \sin (90 - \theta) \cos \delta, \quad (\text{IV.I4})$$

а для треугольника  $ABE$  будем иметь

$$\cos \mu = \cos \beta \cdot \cos (180 - 2\theta) + \sin \beta \cdot \sin (180 - 2\theta) \cos \delta. \quad (\text{IV.I5})$$

Если положить угол  $\beta = 90^\circ$ , то эти формулы примут более простой вид:

$$\cos \rho = \cos \theta \cdot \cos \delta, \quad (\text{IV.16})$$

$$\cos \mu = \sin 2\theta \cdot \cos \delta. \quad (\text{IV.17})$$

Такова связь между углами  $\theta$  и  $\delta$  в отражательной проекции (на рентгенограмме) и углами  $\rho$  и  $\mu$  в шаровой проекции. Значение угла  $\rho$  можно вычислить для каждого пятна на рентгенограмме, отраженного под углом  $2\theta$ . Это означает, что каждой точке кольца Дебая можно найти соответствующее положение отражающего кристаллика на шаровой проекции и, следовательно, в образце.

Описанное расположение кристалликов в образце называется преимущественной кристаллографической ориентировкой кристалликов или текстурой. Рассмотренный тип текстуры называется аксиальной; полярная ось  $OT$  называется осью текстуры. Нетрудно видеть, что перпендикулярно оси текстуры лежит плоскость, в нашем случае, ромбического додекаэдра (IIO).

На основании приведенных формул (IV.15 - IV.17) следует, что по виду рентгенограммы можно дать пространственное расположение кристалликов в образце. В дальнейшем мы познакомимся с основными результатами изучения текстуры, опустив методы количественной расшивки рентгенограмм с применением метода полюсных фигур.

При изучении текстуры мы сталкиваемся с множеством кристалликов, ориентированных, например, нормалью к грани (100) параллельно данной оси. Но эти кристаллики могут вращаться вокруг этой нормали, сохраняя условие Вульфа-Бреггов. Такое множество граней принято обозначать индексами, заключенными в фигурные скобки. Совокупность граней октаэдра записывается  $\{111\}$ . Аналогично совокупность кристаллографических направлений записывается индексами, заключенными в угловые скобки: вместо  $[h_1, h_2, h_3]$ , пишется  $\langle h_1, h_2, h_3 \rangle$ .

Связь между механическими свойствами и наличием или отсутствием текстуры в металле вполне однозначная. Каждый кристаллик является средой анизотропной, в которой свойства (механические и физические) зависят от кристаллографического направления. Например, в кристаллах кубической системы анизотропией обладают магнитные свойства, модуль упругости, удлинение, сопротивление разрыву.

Поверхностная энергия  $\sigma$  для разных кристаллографических граней также неодинакова. Это обуславливает различную скорость растворения кристаллографических плоскостей в различных химических реактивах. Скорость роста кристаллов из расплава при кристаллизации будет определяться для разных кристаллографических направлений величиной поверхностной энергии соответствующих граней: наибольшей скоростью роста будет обладать грань с минимальным значением поверхностной энергии.

В реальных металлах расположение кристалликов беспорядочно. Поэтому все анизотропные свойства усредняются и получается изотропный материал, в котором свойства не зависят от направления. Мы исключаем из рассмотрения случаи анизотропии некоторых свойств в металле (особенно ударная вязкость вдоль и поперек направления оси слитка). Это относится к неоднородности в слитке, обусловленной условиями кристаллизации, и проявляется обычно в прокатанном или прокованном материале и известно под названием "волокно в стали". Поэтому узаконено испытание свойств в таких материалах на продольных и поперечных образцах.

Мы будем рассматривать случаи появления анизотропии, как следствие различных технологических операций (волочение, прокатка, отжиг и пр.), считая исходный материал изотропным. Не будем забывать, что вся теория упругости и пластичности разработана для изотропного материала. Конструктор, рассчитывая деталь на прочность, всегда считает, что она будет изготовлена из изотропного материала, технолог также считает металл изотропным. Однако в ряде случаев металл оказывается частично анизотропным и в практике наблюдаются заметные отклонения от данных предварительного расчета.

Текстуру, образующуюся в металле, очень трудно обнаружить обычными методами исследования металлов. В микроскоп она может быть обнаружена только при специальной подготовке образцов и при специальном методе наблюдения с применением особых приспособлений. Этот метод не получил распространения.

Текстура хорошо изучена рентгеновским методом, который позволяет делать количественную оценку. Мы рассмотрим некоторые разделы из теории текстуры.

Опыт показывает, что рассмотренное выше распределение точек на поверхности шара является идеальным и в природе, особенно в металлах, не встречается. В действительности для реальных образцов

на поверхности шара точки располагаются в шаровых поясах. Ширина пояса определяется углом рассеяния в градусах, отсчитываемых от середины пояса до его границ  $\pm \rho$ .

Пояс определяется углом  $\rho$ , который отсчитывается от полюса  $P$  до его середины. На рис. 72 представлена схема расположения точек на поверхности шара в виде трех поясов с углом рассеяния  $\Delta\rho$  (сравни с рис. 70,а). Слева проведен круг нормалей  $R_N$ , а угол  $\beta$  принят равным  $90^\circ$ .

Расположение точек в поясах, приведенному на рис.72, будут отвечать на рентгенограмме (рис.73,а) 6 частей дуг 1,2,3,4,5,6 при условии, что угол  $\rho$  больше угла  $\theta$ , но меньше  $90^\circ$ . Итак, при значении угла

$$\theta < \rho < 90^\circ$$

на рентгенограмме будет 6 пятен (рис.73,а).

В предельном случае, когда  $\rho$  будет приближаться к  $\theta$  и примет значение

$$\rho = \theta,$$

на рентгенограмме точки 1,2 и 5,6 будут двигаться друг к другу, соединятся они на вертикальной линии и на рентгенограмме будет 4 пятна (рис. 73,б).

Если шаровые пояса переместятся по направлению к полюсам  $\rho$  и  $\rho'$  так, что будет выполняться условие

$$90^\circ > \rho > \theta,$$

то на рентгенограмме появятся только два пятна на горизонтальной прямой: в положении отражения будет только пояс, расположенный на экваторе (рис.73,в).

Для полноты картины о свойствах текстуры на рис.74 приведено расположение шаровой проекции относительно направления первичного луча  $\lambda$  под углом  $\beta$ , отличным от  $90^\circ$ . В этом случае на

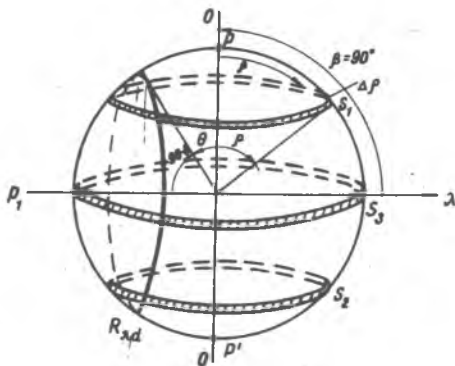


Рис.72. Шаровая проекция для реального случая с рассеянием

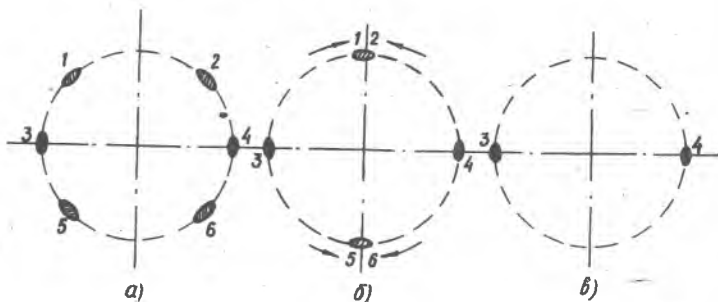


Рис.73. Влияние изменения угла  $\rho$  на вид рентгенограммы

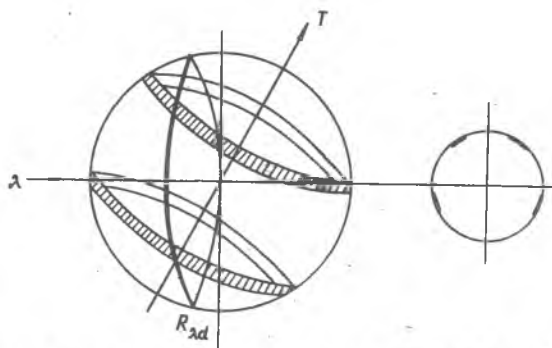


Рис.74. Влияние наклона образца (угол  $\beta \neq 90^\circ$ ) на вид рентгенограммы

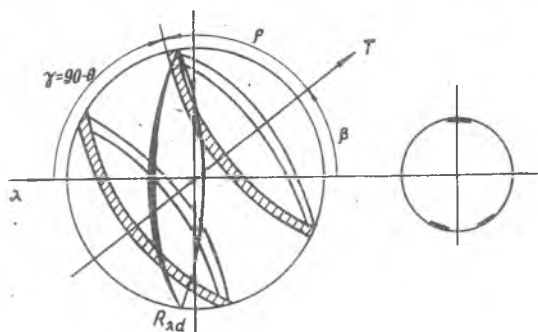


Рис.75. Схема рентгенограммы с предельным случаем варьирования угла  $\beta$

рентгенограмме сохраняется симметричное расположение пятен только относительно вертикальной линии. Варьированием угла  $\beta$  можно получить следующие виды рентгенограмм.

1. На рентгенограмме расположено 4 пятна с симметрией только относительно вертикальной линии (рис.74).

2. При значении угла  $\beta$ , равном  $90^\circ + \theta - \rho$ , два пятна в верхней части рентгенограммы сольются в одно (рис.75).

3. При условии  $\beta < 90^\circ + \theta - \rho$  в верхней части рентгенограммы пятно исчезнет и останется только 2 пятна внизу, что следует из рис.75.

Последние два условия применяются для проверки правильности количественного расчета рентгенограмм с текстурой.

При расшировке текстуры в образцах (проволоках) применяется такой прием. Если характер текстуры, как на рис.56,а, то на шаровой проекции будут два пятна на полюсах  $\rho$  и  $\rho'$ , так как они лежат в поперечном сечении образца от грани ромбического додекаэдра (II0).

В этом случае установка образца осью текстуры под некоторым углом  $\beta$  к направлению первичного луча должно дать на рентгенограмме в верхней части пятно. Угол  $\beta$  определится из условия приведения полюса  $\rho$  в соприкосновение с кругом нормалей  $R_1 d$ , для чего необходимо наклонить образец на угол  $90^\circ + \theta$  (наклон делается в сторону от фотоленки). На рис.75 это представлено схематически.

Таковы в общих чертах основы теории текстур. Здесь мы рассмотрели один случай распределения текстуры - круговой, называемый по расположению нормалей на шаровой проекции по малым кругам. Можно представить расположение точек не по кругам, а по спиральям, расположенным по поверхности шара - "спиральная" текстура. В природе этот случай встречается довольно редко.

Описание выше способов изображения текстуры требует пояснений и уточнения. На шаровой проекции обычно строится система полюсов только для одной совокупности граней  $\{h_1, h_2, h_3\}$ , чтобы не затруднять чтение проекции. Обычно это отражающие грани с наименьшими индексами. При помощи многократных съёмок рентгенограмм, полученных при разных значениях угла  $\beta$ , определяются угол  $\rho$  и ширина пояса  $\Delta\rho$ . Если производить съёмку с образцов, подвергавших какой-либо технологической операции, влияющей на текстуру, мож-



но установить зарождение и развитие текстуры. Для количественных расчетов удобнее пользоваться стереографической проекцией. Нанесение на стереографическую проекцию положения граней, например, куба, после разных технологических операций позволяет проследить за кинетикой ориентировки кристалликов под действием внешних причин. Такие проекции называются полюсными фигурами. При изучении текстуры прокатки и рекристаллизации они получили весьма широкое распространение.

Переходим к описанию результатов текстуры.

В 1913 году Ничикава и Оно в Японии, а затем в 1920 году Герцог и Янке в Германии на рентгенограммах, полученных с различных естественных волокон (шелк, мочала и пр.), обнаружили неравномерное распределение почернения вдоль кольца Дебая. Степень неравномерности характеризовалась колебаниями ее в пределах от максимального значения до нуля. Такое странное и необъяснимое в то время распределение интенсивности послужило толчком к развитию волокнистой структуры, поскольку впервые она была обнаружена в естественных волокнах. Причиной неравномерного распределения интенсивности вдоль дебаевской линии оказалась преимущественная ориентировка в расположении полимеризованных молекул, обладающих длинными цепями. В настоящее время изучено большое количество естественных и искусственных волокон (мускулы, волосы, асбест, горные породы, каучук и многие искусственные органические волокна). Во всех обнаружена характерная рентгеновская дифракционная картина, которая называется текстурограммой. Однако не следует забывать, что в органических волокнах нет кристаллов. Там имеются длинные цепочки сложных молекул, ориентированные правильным образом. Определение параметра, как это делаем для металлов по формуле Вульфа-Брэггов, производить нельзя. Мы знаем индексы отражающих "кристаллографических граней", или, вернее, молекулярных конгломератов. Как видно, изучение волокнистой структуры в естественных и искусственных волокнах представляет весьма существенные затруднения.

Высокополимерные вещества не образуют монокристаллов. Они состоят из молекулярных цепей, расположенных вполне определенным образом в пределах некоторой области. Вдоль молекулярной цепи наблюдается периодическое повторение химических структурных единиц, из которых построен полимер. Если молекулярные цепи очень длинные и наблюдается трехмерное правильное расположение их, то можно гово-

рить об элементарной ячейке, составленной из определенной химической структурной единицы. И все же это не кристалл, а правильное пространственное распределение молекулярных цепей. При такой схеме можно производить расчеты параметра или периода повторяемости (периода идентичности) в молекулярных цепях и определять кристаллографическую систему для унификации терминологии.

Мы привели пример изучения структур полимерных молекул при помощи рентгеновского структурного анализа. В последнее время в литературе появились сведения о строении молекулы рибонуклеиновой кислоты структурного элемента белков. Не последняя роль в исследовании этих сложных молекул принадлежит рентгеновскому анализу.

За последние 50 лет изучения текстуры в металлах накоплен большой экспериментальный материал. Мы постараемся вкратце изложить наиболее важные результаты.

Текстура обнаружена в металлах и сплавах на разных стадиях технологического процесса от кристаллизации до готового изделия или полуфабриката (табл. I3).

Таблица I3

Где наблюдается	Направление оси текстуры
Слитки и отливки	Направление температурного градиента
Электролитические осадки	Направление линий тока
Холодное волочение проволоки	Ось проволоки в центральной части
Холодное прессование (экструзия)	
Холодная прокатка листа	Направление прокатки
Первичная рекристаллизация проволоки после волочения	Текстура волочения
Первичная рекристаллизация листа	Текстура прокатки
Осаживание под молотом	

Рассмотрим эти случаи для каждого случая отдельно.

## б) Текстура роста кристаллов

Текстура литья. В слитке различают три зоны: 1-я зона мелкозернистых равноосных кристаллов; 2-я зона столбчатых кристаллов или зона транскристаллизации и 3-я зона равноосных зерен.

Наибольший интерес представляет зона столбчатых кристаллов, которая в зависимости от условий охлаждения слитка может или отсутствовать, или занимать всю область слитка от периферии до центра, или занимать все промежуточные положения. Горячая пластическая деформация слитков с сильно выраженной зоной столбчатых кристаллов иногда сопровождается образованием трещин в слитках.

Работами И. Чохраевского и Г. Тамманна было доказано, что столбчатые кристаллы в медных слитках имеют одинаковую ориентировку. Последующими систематическими исследованиями текстуры литья было установлено, что в металлах и сплавах кубической системы с объемно- и границентрированной решеткой в продольном направлении кристалла располагается направление  $[100]$ . При этом образуется аксиальная текстура. Предполагается, что температурный градиент является одной из основных причин появления столбчатых кристаллов, установившийся рост которых не разрушается изменением направления теплового потока, если при этом не возникают новые центры кристаллизации.

Затем было обнаружено, что при движении расплава столбчатые кристаллы растут наклонно и против потока. Например, при центробежной отливке они растут перпендикулярно к стенке изложницы, но с наклонном навстречу направлению вращения барабана. Итак, на рост столбчатых кристаллов влияет направление теплового потока и направление движения расплава. В итоге направление роста будет происходить по равнодействующей температурного градиента и конвекции.

У естественно растущего кристалла внешними гранями являются наиболее плотно упакованные.

В границентрированной кубической решетке наиболее плотно упакованными являются грани отквэдра (III), а в объемно-центрированной кубической решетке - грани ромбического додекаэдра (IIO). В геометрической фигуре октаэдре наибольшие размеры совпадают с направлением ребра куба  $[100]$ ; то же относится и к геометрической фигуре додекаэдру. Таким путем объясняется образование аксиальной текстуры  $[100]$ .

Для объяснения начала роста столбчатых кристаллов из первой зоны неориентированных кристаллов рассматривается существование равных температур равновесия между расплавом и кристаллографической гранью кристалла. Это приводит к зависимости температуры плавления от кристаллографической ориентировки, ибо поверхностная энергия для разных кристаллографических плоскостей различна и наименьшей будет для плоскостей с плотной упаковкой атомов.

Ранее было распространено мнение о вредности для технологииковки наличия в слитках столбчатых кристаллов. В последнее время это мнение изменилось. В последние годы аксиальная текстура в отливках используется при изготовлении постоянных магнитов. Фирма Дженерал Электрик (США) разработала технологию получения трансформаторной стали с кубической текстурой путем горячей прокатки слитка вдоль оси столбчатых кристаллов при температуре  $1000^{\circ}\text{C}$ . Завершающие этапы обработки заключаются в холодной прокатке с суммарной деформацией 40% и отжиге при температуре  $1200^{\circ}\text{C}$ .

Текстуры электролитических осадков. На характер текстуры электролитических осадков влияют ориентирующие действия катода, направление линий тока и условия электролиза (состав электролита, его температура, плотность тока, степень ингибции).

Под ориентирующим действием катода понимается влияние кристаллической подложки на рост кристалликов на ней. Каждый кристаллик подложки (катода) является ориентирующим центром кристаллизации. Опытами установлено, что если в подложке создана текстура, то и в осадке возникает та же самая текстура, но при строго определенных условиях электролиза.

Условия электролиза - состав электролита, его температура, плотность тока, количество выделяемого водорода на катоде, степень ингибции - чрезвычайно сильно влияют на характер осадка. Например, ингибцией называется покрытие поверхности катода посторонними веществами-ингибиторами в результате адсорбции или электростатического притяжения. Они могут быть компоненты электролита или специально вводимые вещества на основании только опытных данных.

Поэтому систематическое изучение текстуры в электролитических осадках чрезвычайно затруднено. Получаемые результаты свидетельствуют, что еще преждевременно говорить о существовании каких-либо закономерностей в текстуре. Пока идет накопление экспериментального материала. Например, в осадках никеля разными авторами обнаружено

всего 10 типов текстур, в серебре - 6, в меди - 5, в и т.д.

### в) Текстуры деформации

**Текстуры деформации проволоки**. Проволока в технике является распространенным полуфабрикатом, поэтому она была предметом тщательных и систематических опытов по изучению текстуры, получаемой путем протягивания проволоочной заготовки через фильеры из стали, твердых сплавов или алмазов. При деформации возникает текстура, которую принято называть "волоочения", как типичную. Текстура волоочения относится к текстурам, характеризующимся наличием одного или нескольких кристаллографических направлений, расположенных параллельно проволоке (рис.76).

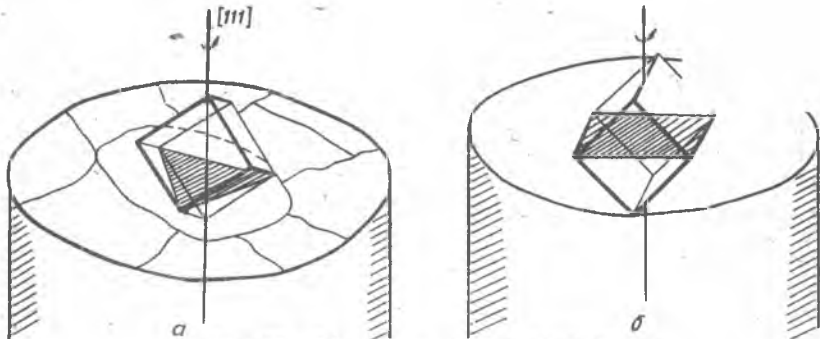


Рис.76. Схемы текстур в проволоке:

а - в металле с гранецентрированной решеткой; б - в металле с объемно-центрированной решеткой

Очень четкие текстуры образуются в холоднотянутых проволоках, в круглых образцах, подвергнутых растяжению до разрыва в области сосредоточенной деформации (в шейке). По способу возникновения последние называются аксиальными текстурами растяжения.

Текстура возникает также в проволоке, полученной путем горячей прокатки, ковкой и экструдированием.

Наиболее изученным материалом является медь, которую можно считать представителем металлов с гранецентрированной кубической решеткой.

Первые признаки появления текстуры на рентгенограмме были об-

наружены после деформации проволоки на 40%. При этом в микроструктуре обнаружено незначительное, но заметное удлинение зерен - признаки неравноосности зерен при наличии четких границ между ними. Дальнейшие степени обжатия характеризовались на рентгенограммах более четкой текстурой, а микрофотографии представляли хорошо выраженную волокнистость, типичную для сильно деформированного металла с сильно измельченным зерном.

Расшировка текстуры показала, что параллельно оси проволоки установились два кристаллографических направления  $[111]$  и  $[100]$  или  $\langle 111 \rangle \langle 100 \rangle$  (см. рис. 76, а).

Приведем зависимость количества кристалликов, участвовавших в этих ориентировках, от степени деформации:

Степень деформации, %	0	73	85	90
Число ориентированных кристалликов, %	0	25	30	90

Таким образом, мы видим, что число ориентированных кристалликов заметно увеличивается лишь после степени деформации свыше 70%.

В табл. I4 приведено распределение кристалликов по ориентировкам  $[111]$  и  $[100]$  для чистых металлов ЦК.

Таблица I4

Металл	Чистота, %	Доля кристаллов в % с текстурами	
		$[111]$	$[100]$
Алюминий	99,5	92	8
Золото	99,99	84	16
Никель	99,6	73	27
Медь	Электролитическая	66	34
Серебро	99,99	46	54

Опытами с легированными металлами показано, что эти текстуры являются характерными и для сплавов с ЦК решеткой. Соотношение между кристалликами, ориентированными в них, зависит от исходной текстуры в заготовке и степени деформации.

В металлах с объемно-центрированной кубической решеткой (ОЦК) всегда обнаруживалась аксиальная текстура с преимущественным направлением  $[110]$  диагонали грани куба параллельно оси проволоки (см. рис. 76, б). Это относится и к некоторым сплавам с ОЦК решеткой.

Текстура волочения для гексагональных металлов и сплавов (титан, магний, цинк) значительно сложнее и мы ее рассматривать не будем.

При растяжении образцов, при холодной прокатке и при ротационной ковке возникает текстура волочения.

Исследование текстуры в горячедеформированных проволоках и стержнях показало, что образующаяся текстура отличается от текстуры в холоднодеформированных изделиях. Это объясняется тем, что при повышенных температурах во время деформации происходит процесс рекристаллизации и возникают новые плоскости и направления скольжения. Известно, что даже при одинаковых степенях деформации, но при разных температурах обработки появлялись совершенно разные ориентировки.

В алюминиевой проволоке, полученной непрерывным прессованием, при разных температурах (290-485°) обнаружена текстура [111] и [100]. Процентное содержание кристалликов в этих текстурах зависело от температуры и скорости деформации и степени чистоты алюминия.

Весьма интересные результаты получены при изучении влияния гетерогенности структуры на появление текстуры. Эвтектические сплавы из пластичных компонентов образуют текстуры, характерные для каждого компонента. Но присутствие в пластичной матрице хрупкого компонента приводит при волочении к полному отсутствию текстуры. Например, в алюминий вводится кремний до 12%. После волочения оказалось, что после прессования этих сплавов при температуре 450° при степени деформации 95% обнаружено, что 4% кремния заметно снизили степень ориентировки, а при 12% кремния текстура полностью отсутствовала. Затем были приготовлены методом порошковой металлургии образцы из алюминия с добавками  $Al_2O_3$  до 15% весовых,  $Mg_2Si$  или  $Fe, Al_3$  до 15% и других непластичных компонентов. После прессования и последующего волочения определялась текстура. Оказалось, что для подавления образования текстуры достаточно небольших количеств интерметаллидов. Видимо, присутствие в пластичном металле хрупких частиц сильно нарушает нормальный процесс образования текстуры, который заключается во взаимном перемещении и повороте пластичных кристалликов. Аналогичная картина наблюдалась и в сплаве алюминия с 5% меди. Выделяющаяся перед волочением упрочняющая фаза  $CuAl_2$  препятствовала образованию текстуры деформации так же, как и кремний.

Анализ всех текстур показал, что идеальной текстуры почти не бы-

вает. Всегда существует рассеяние  $\pm \Delta\rho$ , т.е. отклонение от идеального направления в пределах нескольких градусов ( $4-10^\circ$ ) для кубических металлов. У гексагональных это рассеяние достигает даже  $20^\circ$  (для циркония). Рассеяние текстуры на шаровой проекции обозначается в виде пояса, ширина которого равна  $\pm \Delta\rho$  (см. рис.72).

При съёмке рентгенограмм с проволок по обычной методике в отражении участвуют кристаллики, расположенные в поверхностной зоне, толщиной в несколько микро. Поэтому проводились опыты по исследованию текстуры по слоям проволоки. Была взята медная проволока толщиной 1,75 мм; травлением с поверхности удалялись слои металла и производилось определение текстуры. Оказалось, что ось текстуры [111] не совпадала с осью проволоки. Например, при диаметре проволоки после травления в 1,75; 1,6; 1,3; 0,9 и 0,4 миллиметра угол наклона оси текстуры соответственно был 2; 9; 6; 4 и 0 градусов.

Аналогичная неоднородность текстуры была обнаружена в вольфрамовой и стальной патентированной проволоках.

Причина такой неоднородности заключается в способе производства. Наиболее вероятным следует считать влияние сил трения на деформацию металла в поверхностных слоях. Во всяком случае, в текстуре внешних слоев отчетливо отражаются особенности процесса изготовления.

Итак, способ получения проволоки (волочение, прокатка, прессование) отражается на характере структуры в поверхностных слоях.

Кроме влияния способа производства проволоки на характер текстуры, возникает неоднородность в текстуре из-за неравномерности распределения температуры как по сечению, так и по длине деформируемого изделия. Если после деформации не производится быстрое охлаждение, например в воде, то появляется существенное различие в характере текстуры в центре проволоки и на ее поверхности. Прежде всего процесс рекристаллизации по сечению из-за температурного градиента будет идти по разному. Если материал склонен к рекристаллизации с ростом неориентированных зерен; то в поверхностных слоях возникает более совершенная текстура, чем в сердцевине. Это было обнаружено на алюминиевых и латунных проволоках. Но возможно и обратное: на поверхности возникнут крупозернистые неориентированные кристаллы при наличии в сердцевине текстуры с мелким зерном. Причиной является различие в температурах начала и конца заготовки во время пластической деформации, приводящее к неоднородности текстуры по длине проволоки. Например, наблюдался случай с постепенным переходом от литого состояния к сильно деформированному по длине прессованного стержня.



Если принять во внимание, что механические свойства монокристаллов металлов обладают сильно выраженной анизотропией (о чем будет говориться далее), то изменение характера текстуры по длине полуфабриката обусловит, как следствие, различие в механических свойствах.

Подводя итог разбору аксиальных текстур волочения, можно сделать вывод, что текстура растяжения, волочения и прессования, прокатки проволоки для разных металлов различна. Например, для ПЧК текстура  $[111] + [100]$  (рис.76); для ОЧК  $[110]$ , рис.77.

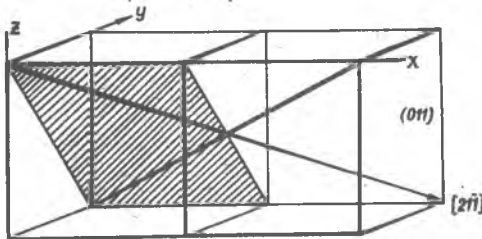


Рис.77. Текстура прокатки (011) ПЧ,  $[211]$  ПЧ

В гексагональных металлах текстура значительно сложнее, чем в кубических.

Текстура всегда характеризуется расстройством. Независимо от механизма при пластической деформации происходит дробление

зерен на субзерна и поворот их на углы, при которых возникает наблюдаемая текстура. Теоретический анализ процессов пластической деформации показал, что в отдельных зернах существует большое различие между макродеформацией и микродеформациями. Пластическая деформация в изолированном монокристалле происходит по вполне определенным плоскостям скольжения и по конкретным кристаллографическим направлениям.

Но тот же монокристалл, находящийся в окружении других кристаллов, при пластической деформации испытывает мешающее действие соседних кристаллов. Поэтому в каждом кристалле возникает свое сложное трехосное напряженное состояние и, следовательно, характер течения в каждом кристалле будет индивидуальным и принципиально отличаться от напряженного состояния в деформируемом изделии.

Рассмотренная нами текстура называется аксиальной или кольцевой.

Чистое растяжение круглого образца до разрушения сопровождается образованием текстуры в шейке, в которой происходит сосредоточенное удлинение. Прокатка арматурной проволоки и получение ее методом прессования сопровождается также образованием текстуры.

На многих металлах при осаждении была обнаружена текстура с осью, расположенной параллельно действию внешней силы. В металлах с ПЦК образуется ориентировка  $\langle 110 \rangle$ , а в металлах с ОЦК -  $\langle 111 \rangle$  и иногда дополнительно появляется ориентировка  $\langle 100 \rangle$ . Сравнивая текстуры, получаемые после растяжения и волочения, и после осаждения (сжатия), мы видим различие в них, обусловленное механизмом пластической деформации. При растяжении элементы скольжения стремятся установиться параллельно действующей силе, а при сжатии - перпендикулярно.

По современным представлениям плоскостями скольжения являются плоскости с наибольшим количеством атомов (с наибольшей ретикулярной плотностью). Такими плоскостями будут в ПЦК решетке  $\{111\}$ , а в ОЦК -  $\{110\}$ . При растяжении они устанавливаются параллельно действующей силе, а при сжатии - перпендикулярно.

Стружкообразование - один из видов пластической деформации. В стружке обнаружена аксиальная текстура аналогичная текстуре в проволоке. В небольшом поверхностном слое обработанного изделия также образуется текстура. Установлено, что ось текстуры воспроизводит движение резца по поверхности обрабатываемого изделия. Однако экспериментальных данных слишком мало для каких-либо обобщающих выводов.

Для всех типов текстур, независимо от условий появления, характерно ее рассеяние (см.рис.72), оценка степени которого производится по измерению длины пятен на рентгенограмме Дебая. Установлены следующие закономерности:

1. Рассеяние текстуры всегда симметрично относительно оси проволоки. Ширина дуг почернения на пленке равна  $10-20^\circ$ .

2. При увеличении суммарной деформации при волочении степень рассеяния уменьшается и для максимально возможных деформаций она снижается до  $5^\circ$ .

Текстура прокатки листов. Мы рассмотрим текстуры деформации только кубических металлов с объемно-центрированной и гранецентрированной решетками. Текстура, возникающая при прокатке листов значительно сложнее текстуры волочения. Если в проволоке имеется только одно главное направление - ось проволоки, то в листе их три: направление прокатки ПП, поперечное направление ПН и нормаль к листу НН. Первые два направления определяют плоскость прокатки ПП.

В настоящее время ориентировку кристалликов изображают при помощи полусных фигур. Это изображение нормалей к граням кристалликов на стереографической проекции. Предложено несколько методов исследования текстур и в том числе ионизационный метод. Накоплен уже большой экспериментальный материал. К сожалению, результаты разных авторов не всегда полностью совпадают. Видимо, это объясняется разным состоянием исходного материала, влиянием химического состава и примесей, особенностью технологии деформирования (дробность деформации) и, наконец, разной чувствительностью применяемых методов.

Характер пластической деформации листа при холодной прокатке существенно отличается от деформации проволоки при волочении. Течение металла при прокатке практически возможно лишь в направлении прокатки, что сказывается на характере образования текстуры. Здесь мы различаем кристаллографическую плоскость, лежащую в плоскости листа, и кристаллографическое направление, устанавливающееся в направлении прокатки. В соответствии с этим текстуру прокатки принято обозначать

$$(h, h_2, h_3) \parallel \Pi\Pi; [uvw] \parallel \Pi\Pi,$$

т.е. плоскость  $(h, h_2, h_3)$  лежит в плоскости прокатки или параллельна плоскости  $\Pi\Pi$ , а направление  $[uvw]$  параллельно направлению прокатки  $\Pi\Pi$ . Чаще применяется другое обозначение. Так как текстура характеризуется множеством кристалликов, ориентированных определенным образом, то запись этого состояния имеет вид

$$\langle uvw \rangle \{h, h_2, h_3\}.$$

Это читается так: совокупность направлений с индексами  $uvw$  и совокупность граней с индексами  $\{h, h_2, h_3\}$ .

Такой характер текстуры называется ограниченной текстурой.

Впервые относительно точные данные о текстуре прокатанных металлов были опубликованы в 1923 году независимо друг от друга в СССР С.Т. Конобеевским и Н.Е. Успенским и в Германии Г. Марком и К. Вайсенбергом. До 1948 г. текстура исследовалась фотографическим методом. Для этого готовился тонкий образец исследуемой ленты и рентгенограмма получалась на фотопленке методом съёмки "на просвет". В 1948 г. Деккер, Асп и Харкер применили для изучения текстур ионизационный метод регистрации, обладающий более высокой чувствительностью, возможностью количественной оценки интенсивности, по которой можно оценивать количество кристалликов, находящихся в ориентированном положении.

Основные результаты по текстуре прокатки для металлов с ПЦК были получены на алюминии, меди, серебре, золоте и платине. Для этих металлов установлена текстура или идеальная ориентировка  $(011) [2\bar{1}\bar{1}] + (112) [\bar{1}11]$ . На рис. 77 показаны направления  $[2\bar{1}\bar{1}]$  и грань  $(011)$ . Нетрудно убедиться, что направление  $[2\bar{1}\bar{1}]$  лежит в плоскости  $(011)$ .

Теперь остается определить угол между прямой  $[2\bar{1}\bar{1}]$  и направлением  $[100]$ . Он равен  $65^{\circ}54'$ . На рис. 78 схематически представлена эта текстура прокатки. В плоскости листа, если на него посмотреть сверху, в каждом кристаллике видна грань ромбического додекаэдра  $(110)$ , ориентированная в плоскости прокатки так, что ребро куба  $[100]$  образует с направлением прокатки угол  $65^{\circ}54'$ . Таких положений возможно два, поскольку в плоскости  $(110)$  возможно два направления  $[2\bar{1}\bar{1}]$ . Рассмотрим вторую ориентировку.

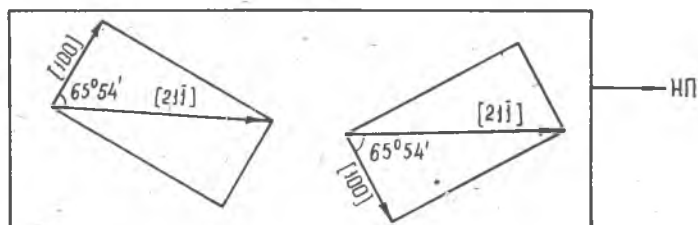


Рис. 78. Текстура прокатки, показанная на рис. 77

Большая диагональ куба  $[\bar{1}\bar{1}1]$  параллельна грани  $(112)$ . Следовательно, кристаллики поворачиваются большой диагональю куба параллельно направлению прокатки для выполнения первого условия.

Для выполнения второго условия необходимо нашу ячейку повернуть вокруг направления  $[\bar{1}\bar{1}1]$  так, чтобы диагональ одной из граней оказалась в плоскости прокатки. Если теперь посмотреть на лист

сверху, то в его плоскости мы увидим ромбы со сторонами  $a \frac{\sqrt{5}}{2}$  и большой диагональю, равной  $a\sqrt{3}$  (большая диагональ куба), и малой, равной  $a\sqrt{2}$  (диагональ грани), рис. 80.

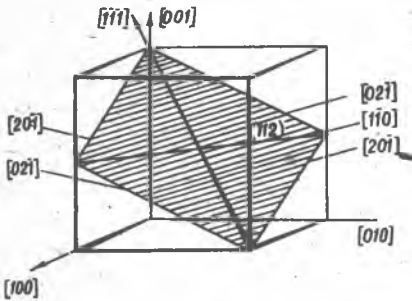


Рис. 79. Текстура прокатки  $\{112\} \parallel \text{ПП}$ ,  $[111] \parallel \text{НП}$

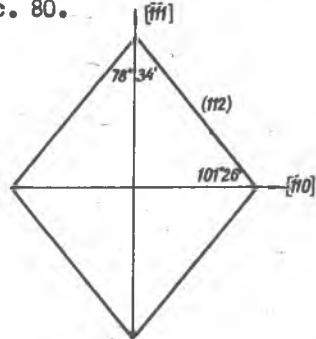


Рис. 80. Текстура  $\{112\} \parallel \text{ПП}$ ,  $[111] \parallel \text{НП}$  в листе

Итак для всех металлов с ГЦК, кроме серебра и альфа-латуни, характерна двойная текстура:

$$\begin{array}{l} \{110\} \quad \langle 112 \rangle \quad \text{и} \quad \{112\} \quad \langle 111 \rangle \\ (011) \quad [211] \quad \text{и} \quad (112) \quad [11\bar{1}] \end{array}$$

В металлах с ОЦК решеткой образующаяся текстура при прокатке изучена весьма обстоятельно. Изучению подвергались чистые металлы (железо, молибден, вольфрам, ванадий, тантал и хром и сплавы на железной основе - углеродистые стали, слабо легированная кремнистая сталь и трансформаторные стали).

В результате исследований в этих материалах установлена текстура

$$\begin{array}{l} \{100\} \quad \langle 110 \rangle \\ (100) \quad [\bar{1}10], \end{array}$$

т.е. в плоскости прокатки расположена грань куба  $\{100\}$ , а вдоль направления прокатки диагональ грани куба  $[110]$ . Разными авторами обнаружены еще другие ориентировки, но они являются промежуточ-

ными и переходят в приведенную выше. Эта ориентировка конечная и называется ребровой (рис. 81).

В электролитическом железе при степени деформации 98,5% была обнаружена следующая текстура:

(001)	[110]
(112)	[110]
(111)	[211]

Первая ориентировка является главной.

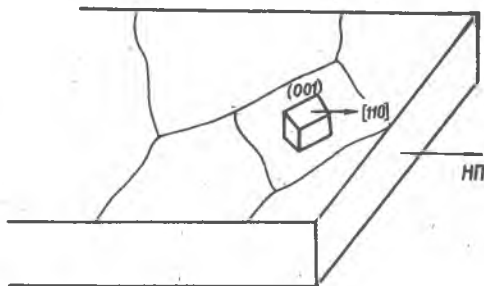


Рис. 81. Схема ребровой текстуры холодной прокатки листа (100) [110]

Опыты с прокаткой заготовки с текстурой литья, полученной методом непрерывной разливки, показали, что до обжатия 50% исходная кубическая текстура литья еще сохранилась. Однако после 50% обжатия начинала появляться идеальная текстура прокатки (рис. 79) и тем ярче, чем выше степень деформации.

### г) Текстуры рекристаллизации

Проволока. Как правило, после определенной степени пластической деформации необходимо производить рекристаллизационный отжиг для восстановления пластических свойств. После этого отжига зерно делается равноосным и наблюдается его рост. Принято различать первичную и вторичную рекристаллизации. Это определение условное. При рекристаллизации наблюдается сначала появление мелких новых зерен.

Начало процесса рекристаллизации определяется рентгеновским методом по появлению первых точек - отражений от рекристаллизованных зерен - на рентгенограмме Дебая. По мере увеличения выдержки при температуре рекристаллизации количество точек увеличивается, размытость на линиях уменьшается и завершение процесса определяется по исчезновению фона. Линии на рентгенограмме Дебая состоят только из точек. Более подробный анализ процесса рекристаллизации показал, что без понимания механизма рекристаллизации очень трудно понять движущие силы этого процесса, приводящие к разным текстурам рекристаллизации.

Установлено, что после рекристаллизационного отжига может сохраниться текстура деформации, может возникнуть новая текстура рекристаллизации и в том же материале при другом режиме отжига может

возникнуть новая текстура, которую иногда приписывают текстуре вторичной рекристаллизации. Правда, текстура рекристаллизации пока еще недостаточно изучена. Как правило, объектами изучения были проволоки из таких металлов, которые имели промышленное значение. К сожалению, делать обобщение по примеру текстуры деформации в проволоках еще рано. Пока требуется проводить накопления экспериментального материала при систематическом изучении комплекса: степень деформации проволоки - температура отжига - время выдержки.

Рассмотрим текстуру рекристаллизации в деформированных проволоках из алюминия, меди и железа. В металлах с ГЦК решеткой после деформации возникает двойная текстура  $\langle 111 \rangle + \langle 100 \rangle$ , а из нее - текстура рекристаллизации. Несомненно, что на характер текстуры рекристаллизации будут оказывать заметное влияние примеси в металле, исходная ориентировка и их относительное количество, температура и время отжига, степень и характер пластической деформации.

Результаты исследования текстуры рекристаллизации приведены в таблице по данным большого числа исследователей. Можно сделать следующее обобщение. При рекристаллизационном отжиге проволоки после высоких степеней деформации (96-99%) исходная текстура деформации  $\langle III \rangle + \langle I00 \rangle$  сохраняется в большинстве экспериментов. Появление новой текстуры  $\langle 322 \rangle$  можно отождествить с поворотом текстуры  $\langle III \rangle$  на угол  $11^{\circ}30'$  по отношению к оси проволоки, параллельно которой была исходная текстура  $\langle III \rangle$ . В одном случае отмечается для алюминия технической степени чистоты переход в неориентированное состояние после отжига при температуре  $450-550^{\circ}$ .

После прессования алюминиевой проволоки из чистейшего алюминия и алюминия обычной степени чистоты была получена текстура деформации  $\langle III \rangle + \langle I00 \rangle$  как при температуре прессования  $350^{\circ}$ , так и при  $550^{\circ}$ . После отжига при температуре  $350-600^{\circ}$  получилась очень слабая ориентировка  $\langle III \rangle$  и сильная ориентировка, промежуточная между  $\langle 311 \rangle$  и  $\langle 310 \rangle$ . Эта ориентировка отклоняется от  $\langle I00 \rangle$  приблизительно на  $21^{\circ}$ .

О текстуре рекристаллизации в медной проволоке также имеются различные данные. Первые сведения о текстуре отжига гласили: после отжига при температуре  $800^{\circ}$  текстура деформации или отсутствовала, или в ней происходили несущественные изменения. Последующие исследования показали, что в результате отжига при температуре  $1000^{\circ}$  появилась новая ориентировка  $\langle 211 \rangle$ . Вероятно, она появилась в результате вторичной рекристаллизации.

Наиболее интересны результаты исследования Г. Басси. Путем волочения заготовки и отжига при 200 и 400° была изготовлена проволока с текстурой <100>, а после отжига при 400° со вторичной <211>. Прессованная заготовка подвергалась волочению и отжигу при температуре 950°, после чего в ней возникла ориентировка <111>. Затем эти образцы с заданными исходными текстурами подвергались разным степеням деформации и отжига. Результаты опытов приведены в табл.15.

По этим результатам можно создавать в проволоке заданную текстуру или получать проволоку изотропную. Если же подвести итог всем работам, посвященным медной проволоке, то различие в обнаруженных текстурах у разных авторов можно отнести за счет незначительных изменений в химическом составе исследованных проволок.

Таблица 15

Исходная текстура	Степень деформации, %	Температура отжига, °C		
		200	400	950
<100>	от 10 до 90	Не рекристаллиз. или беспоряд. ориен.	<211>	<211>
<100>	от 90 до 99,7	<100>	<100>	<100> + <211> <111>
<112>	от 10 до 90	Не рекрист. или беспоряд. ориен.	<211>	Беспорядочная ориентировка
<112>	99, 99,7	<100>	<100>	<111>
<111>	от 10 до 90	Не рекристаллизуется	Беспорядочная	ориентировка
<111>	от 99 до 99,7	Начало рекристаллизации <100>	<100>	<111>

Заслуживают внимания опыты по изучению текстуры рекристаллизации в тройных сплавах на алюминиевой основе (Al - Cu - Mg, Al - Zn - Mg, Al - Mg - Si) после прессования. Текстура прессования была <111> + <100>. После гомогенизирующего отжига в интервале температур 450-500° текстура деформации сохранилась. Однако остается неясной роль примесей в образовании текстуры рекристаллизации - или сохраняется текстура деформации или примеси препятствуют образованию текстуры рекристаллизации.



Холоднокатаная лента. Металлы с ГЦК решеткой.

В металлах с ГЦК решеткой обнаружена общая для всех текстура, которую мы и будем рассматривать. Имеющиеся отклонения не являются принципиальными. В меди, никеле, золоте, алюминии, тории и в сплавах медь-никель, железо-медь-никель, железо-никель при содержании никеля выше 30% обнаружена текстура типа  $\{100\} \langle 100 \rangle$  получившая название "кубическая текстура". Заметим, что в плоскости прокатки лежит грань куба, а по направлению прокатки ленты расположено направление ребра куба.

Эта текстура рекристаллизации образуется в холоднокатаной ленте с исходной текстурой типа  $\{110\} \langle 112 \rangle$ . Как из такой текстуры при рекристаллизации получается простая и высокосимметричная текстура  $\{100\} \langle 100 \rangle$ , пока еще полностью не изучено.

Впервые кубическая текстура была обнаружена в медной ленте В. Кестером в 1926 г. С того времени до наших дней производится изучение условий образования кубической текстуры в разных металлах и сплавах. Образуется она при первичной рекристаллизации и становится тем совершеннее, чем выше температура отжига и больше время выдержки. Необходимым условием образования кубической текстуры является высокая степень холодной деформации и вполне определенный верхний предел величины зерна. Однако для каждого материала существует свой режим получения ее.

В настоящее время имеются хорошо разработанные режимы получения кубической текстуры в меди и в сплаве "железо-никель" (сплав типа пермаллой). Последний исследован весьма обстоятельно, так как применяется в электротехнике слабых токов в качестве сердечников для трансформаторов. По результатам исследования О. Даля и Ф. Павлека (1936 г.) для меди найдены условия образования кубической текстуры при разных степенях деформации и размерах зерна перед последней холодной прокаткой (рис. 82).

В сплавах железо-никель (где получается ГЦК решетка) в интервале концентраций от 40 до 100% никеля образуется кубическая текстура. Чем выше степень деформации, тем легче она образуется. Чрезмерное уменьшение толщины прокатываемой ленты может привести к отсутствию кубической текстуры. Установлено, что при уменьшении толщины от 0,05 до 0,005 мм (что соответствовало степеням обжатия от 98,3 до 99,8%) при рекристаллизационном отжиге происходит ослабление кубической текстуры. При столь малых толщинах пластическое

течение металла затрудняется поверхностным слоем и влиянием трения

поверхностей ленты о поверхности валков. Установлено, что с увеличением степени деформации и соответственным уменьшением толщины ленты происходит ослабление текстуры прокатки  $(110)$   $[112]$  и увеличение числа неориентированных кристалликов. Это может служить экспериментальным доказательством влияния толщины ленты на образование текстуры деформации при прокатке. В соответствии с изменением текстуры прокатки происходит изменение и текстуры рекристаллизации.

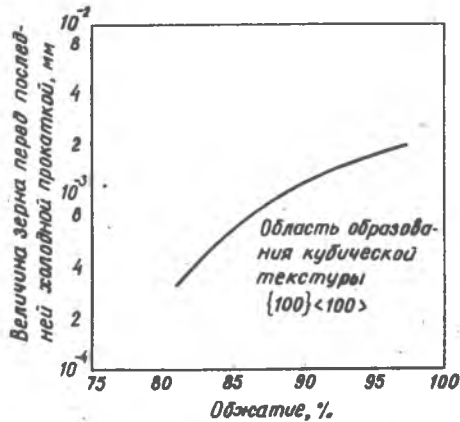


Рис. 82. Область образования кубической текстуры в холоднокатаной меди в зависимости от величины исходного зерна и степени деформации

Металлы с ОЦК решеткой. Наиболее детально исследована текстура рекристаллизации стальных листов с различным содержанием углерода. Текстура рекристаллизации изучалась после отжига ниже температур фазового превращения (альфа = гамма). В зависимости от степени деформации в холодном состоянии и температуры отжига образуются различные типы текстуры рекристаллизации. В одних случаях образуется текстура, близкая к текстуре деформации, а в других она может отличаться от нее и, наконец, возможна полная разориентировка. Установлено также, что после отжига при температурах выше фазового превращения текстура почти полностью пропадает, но остается в небольших количествах как своеобразная остаточная текстура, устойчивая против многократных переходов через критическую точку. Таким образом, для устранения текстуры можно применить обычную нормализацию.

Первые работы по определению текстуры рекристаллизации в чистом железе были выполнены Г. Курдюмовым и Г. Заксом в 1930 г. Они обнаружили следующие типы текстур рекристаллизации:

- (100) [011] - расположено под углом  $15^\circ$  к НП,  
(111) [112]  
(112) [110] - расположено под углом  $15^\circ$  к НП.

Из этих ориентировок первая и третья наиболее ярко выражены, кроме того, все они очень близки к текстуре холодной прокатки, представленной выше. Основная текстура (100) [011] называется ребровой, ибо куб поставлен на ребро, которое параллельно направлению прокатки (НП). Этот тип текстуры является весьма распространенным.

Листовая сталь для глубокой вытяжки типа 08КП иногда бывает с ребровой текстурой. Это зависит от полного технологического цикла производства тонкого листа. При специальном изучении влияния внешних условий на характер текстуры было установлено следующее. Повышение содержания углерода в стали обусловило уменьшение текстуры и возрастание количества неориентированных кристалликов. Это, вероятно, можно объяснить ролью цементита на образование текстуры. Цементит - твердая и крупная составляющая - пластически не деформируется и своим присутствием в пластичной матрице нарушает естественный процесс течения кристалликов железа и препятствует образованию идеальной ориентировки.

Большое внимание уделяется трансформаторной стали (система „железо-кремний“). Систематически изучается влияние содержания кремния и углерода на образование текстуры рекристаллизации. Первый этап заключался в создании условий для образования "естественной" текстуры, известной под названием ребровой. Следующим этапом является получение после рекристаллизации кубической текстуры. Однако этот этап оказался очень трудным и весьма затяжным во времени.

#### д) Влияние текстуры на свойства листовых материалов

Кристалл является средой анизотропной. Металл, являясь мелкокристаллическим агрегатом с беспорядочной ориентировкой кристалликов, должен быть изотропным с кристаллографической точки зрения. Однако наличие текстуры должно вполне определенным образом оказывать влияние на свойства листа. Мы рассмотрим лишь некоторые из них, а именно: пластические свойства листового металла, предназначенного для глубокой вытяжки, и электромагнитные свойства листовой трансформаторной стали, предназначенной для изготовления сердечников силовых трансформаторов для высоковольтных линий передач. Изменение свойств листовых металлов будем рассматривать с учетом той или иной текстуры.

Впервые анизотропия механических свойств на кристаллах железа была определена В. Фаренгорстом и Е. Шмидтом в 1932 г.

Для этой цели путем использования деформации растяжения в критической области и последующих отжигов были выращены очень крупные кристаллы в железной проволоке, занимавшие все сечение проволоки. Методом Лауэ определена кристаллографическая ориентировка этих кристаллов относительно оси проволоки. После нанесения базовых рисок проволока подвергалась растяжению на разрывной машине до разрыва и определялось равномерное удлинение на каждом кристаллике. Так были получены данные о равномерном удлинении по разным кристаллографическим направлениям в кристалле железа и по ним построена диаграмма равномерного удлинения в плоскости (100) для кристалла железа, которая приведена на рис. 83. На рис. 84 представлена такая же диаграмма, но в плоскости ромбического додекаэдра (110).

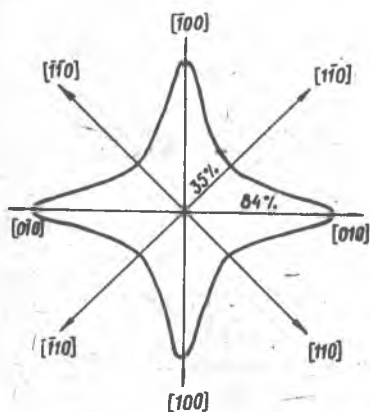


Рис. 83. Зависимость равномерного удлинения от направления для монокристалла железа в плоскости грани куба

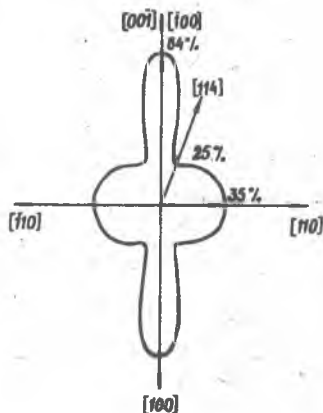


Рис. 84. Зависимость равномерного удлинения от направления для монокристалла железа в плоскости ромбовидного додекаэдра

Из этих диаграмм следует, что наиболее пластичным направлением в кристалле железа является ребро куба [100]. Величина равномерного удлинения достигает 84%, в направлении [110] оно снижается до 35%. Наименьшее равномерное удлинение 25% получено для направления [111] или в плоскости (110) под углом  $18^{\circ}30'$  к направлению [001].

По приведенным данным можно представить поведение листовой стали при глубокой вытяжке, если в ней будет текстура рекристаллизации  $\{100\} \langle 110 \rangle$ . Если все 100% кристалликов будут так ориентированы, то очевидно, что свойства листа аналогичны свойствам монокристалла, представленным на рис.83. На рис.85, а изображена полярная диаграмма удлинения в таком листе. Если мы примем, что только 50% всех кристалликов образуют указанную текстуру, а остальные будут ориентированы беспорядочно, то ожидаемая полярная диаграмма удлинения будет такой, как она представлена на рис.85, б. Наконец, на рис.85, в представлена полярная диаграмма для полностью изотропного листа.

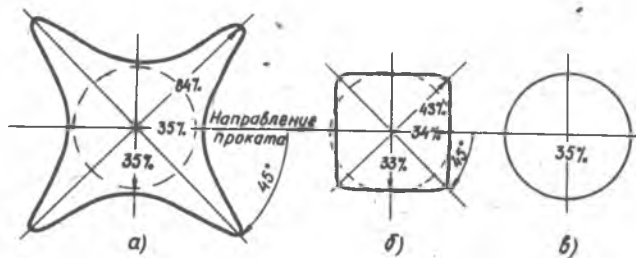


Рис.85. Зависимость равномерного удлинения от направления для листового железа при разном количестве ориентированных кристалликов:

а - ориентировано 100% кристалликов;

б - ориентировано 50% кристалликов;

в - отсутствие ориентировки

Такого типа текстуры при глубокой вытяжке обусловят появление фестонов или "ушей" в полном соответствии с представленными диаграммами. Лист с текстурой  $\{100\} \langle 110 \rangle$  будет прекрасно деформироваться под углом  $45^\circ$  к НП и значительно хуже вдоль и поперек НП.

Текстура в листах, полученных путем горячей прокатки изучена мало. Трудность в экспериментах заключается в сложности процессов, происходящих в металле при таком виде пластической деформации. Рассмотрим сущность процесса горячей прокатки.

1. При высоких температурах количество плоскостей и направления скольжений увеличивается, отчего облегчается пластическое деформирование. Поэтому в ходе деформации следует ожидать другую текстуру горячей прокатки.

2. Следом за пластической деформацией идет процесс рекристаллизации при остывании листа. Диапазон температур разный в зависимости от конца температуры прокатки. Условия остывания зависят от положения листа: в стопе или на холодном полу.

3. На характер пластического течения металла могут оказывать влияние толщина листа, а также степень деформации по пропускам и их количество.

Из перечисленного следует, что на текстуру горячей прокатки будет влиять много различных факторов, которые очень трудно поддаются управлению или стабилизации.

Анизотропия механических свойств была определена также на крутых монокристаллах, кремнистой трансформаторной стали с содержанием 3% кремния. Были измерены модуль упругости, предел упругости и предел прочности по кристаллографическим направлениям [100], [110] и [111]. Результаты измерений представлены в табл. 16.

Таблица 16

Кристаллографическое направление	Модуль упругости, <sup>2</sup> кг/мм <sup>2</sup>	Предел упругости, <sup>2</sup> кг/мм <sup>2</sup>	Предел прочности, <sup>2</sup> кг/мм <sup>2</sup>
[100]	12,0-13,4	28,8	41,5
[110]	20,1-21,0	29,6	45,0
[111]	26,0-28,8	38,0	47,8

Штамповка из листа цилиндра с высокими стенками (кастрюля, кружка), кроме образования "ушей", может сопровождаться образованием надрывов по образующей цилиндра в местах пониженной пластичности. Такая же деталь с фланцем при наличии текстуры характеризуется формой фланца в виде квадрата с закругленными углами (рис.86). В случае изотропного листа фланец был бы круглым.

С образованием указанных дефектов увеличивается диаметр заготовки (чтобы после штамповки у цилиндра произвести обрезку неровного края), а это приводит к увеличению расхода металла до 10-12%.

Неравномерность удлинения листа можно использовать в отдельных случаях для получения деталей сложной формы, с неравномерной вытяжкой.

Приведенный рентгенографический метод обнаружения и описания текстуры является сложным и длительным во времени. Используя

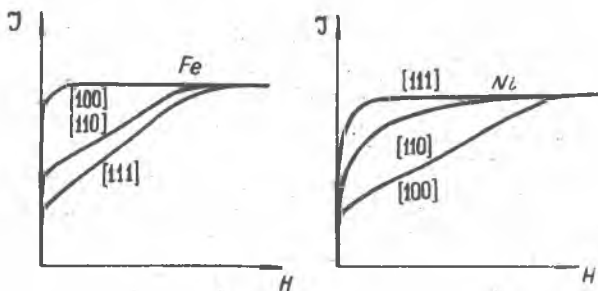


Рис.86. Зависимость намагничивания от внешнего поля для разных кристаллографических направлений в кристалле железа

анизотропию магнитных свойств, представленную на рис.86, разработали магнитный метод количественного определения текстуры в листе за несколько минут, вполне пригодный для промышленного использования в заводской практике (на одном из заводов Министерства черной металлургии этот метод был применен и дал очень хорошие результаты).

Для качественного определения текстуры в стальных листах можно рекомендовать испытание на растяжение плоских образцов, вырезанных под углами  $0,45$  и  $90^\circ$  к направлению проката. Мерой текстуры будет разница в значениях удлинения испытанных образцов: чем лучше выражена текстура, тем больше разница.

Еще в 1926 году японский ученый К.Хонда получил кривые намагничивания в кристаллах чистого железа по разным кристаллографическим направлениям, которые приведены на рис.86. По направлению [100] насыщение достигается при очень малых значениях внешнего намагничивающего поля, чего нельзя сказать про намагничивание по направлениям [110] и [111].

В электротехнической промышленности для сердечников силовых трансформаторов применяется кремнистая трансформаторная сталь с содержанием кремния около 4,5% и толщиной 0,35мм.

Качество трансформаторной стали определяется потерями в ваттах на килограмм веса трансформаторной стали. Обозначается потеря буквой  $P$  с индексами в виде дроби, где в числителе в тысячах дается индукция  $B$ , а в знаменателе частота переменного тока в герцах.

Например:  $P_{15/50}$  означает потери при индукции 15 000 гаусс и при частоте 50 герц.

В монокристалле кремнистого железа с содержанием кремния около 3,5% по направлению [100] для ваттных потерь было получено значение

$$P_{15/50} = 0,03 \text{ Вт/кг.}$$

Это самое наименьшее значения для  $P$ . В обычной трансформаторной стали, например марки 34I (4,5% Si и толщиной 0,35 мм),

$$P_{15/50} = 3,0 \text{ Вт/кг.}$$

Как видим, разница достигает 100. Поэтому все время ведутся поиски способов повышения качества трансформаторной стали. Для иллюстрации приведем небольшой пример, показывающий актуальность таких работ.

Мощный трансформатор характеризуется коэффициентом полезного действия 96%. Потери мощности в 2% затрачиваются главным образом на перематчивание и потери на токи Фуко и оцениваются характеристикой трансформаторной стали  $P$ , выражаемой в ваттах на килограммы веса.

На современных гидроэлектростанциях генераторы дают ток напряжением 35 кв. Для передачи энергии на расстояние производится повышение напряжения до 400 или до 500 кв. Если для удобства расчетов принять мощность генератора 100 000 квт, то потеря мощности в повышающем трансформаторе составит 2 000 квт. У потребителя ток поступает в понижающий трансформатор, где напряжение снижается до 35 кв на первой подстанции и еще раз — непосредственно у потребителя с 35 до 6 кв. От генератора на электростанции до завода-потребителя электроэнергия проходит всего через три трансформатора, теряя в них  $2000 \times 3 = 6000$  квт. Если на электростанции работает 10 генераторов, то полная потеря электроэнергии в трансформаторах при передаче ее на расстояние составит уже 60 000 квт, т.е. из десяти генераторов один будет работать только на потери в трансформаторах. Вот почему разработка технологии изготовления трансформаторной стали с минимальными потерями является весьма важной народно-хозяйственной задачей.

С точки зрения физической, улучшения магнитных свойств листовой трансформаторной стали можно было бы достичь за счет образования текстуры, если сделать направление прокатки направлением легкого намагничивания ( в соответствии с рис.86).



Первые опыты по получению трансформаторной стали с текстурой относятся к 1935 г. В США Н.П. Госс первый разработал технологию получения листа трансформаторной стали с текстурой. С тех пор предложенная им технология подвергалась тщательному изучению и уточнению. Сущность метода Госса заключалась в создании текстуры рекристаллизации, при которой направление легкого намагничивания  $[100]$  в кристалликах  $Fe-Si$  параллельно направлению прокатки (НП), а в плоскости прокатки лежит грань  $(110)$ . Такая текстура называется ребровой:  $[100] \parallel$  НП,  $(110) \parallel$  Ш.

Технология, предложенная Госсом, была следующей: трансформаторная сталь с содержанием кремния 2,9 - 3,4% выплавлялась в мартеновской печи или в электропечи. Слитки раскатывались в слябы или в полосы по режиму: температура начала прокатки  $1100^{\circ}$ , конца -  $800^{\circ}$ . Конечная толщина была от 1,3 до 2,5 мм. Затем следовал первый отжиг при температуре  $760-930^{\circ}$  (предпочтительно при  $870^{\circ}$ ). Нагрев производился быстро, выдержка была несколько минут и затем следовало быстрое охлаждение. После этого отжига производилась холодная прокатка с обжатием около 50% до толщины соответственно 0,4 и 1,3 мм. Второй отжиг применялся при температуре  $800-1000^{\circ}$  (предпочтительно  $930^{\circ}$ ). Выдержка при этой температуре должна быть около нескольких секунд, т.е. такой, какая необходима для процесса рекристаллизации. Вторая холодная прокатка применялась для получения окончательной толщины от 0,25 до 0,38 мм. Затем следовал последний, третий отжиг при температуре  $1010-1150^{\circ}$  (предпочтительно при  $1100^{\circ}$ ). Продолжительность отжига также должна быть незначительной. Короткие выдержки при отжигах предусматривались для обеспечения отжигов в проходных печах непрерывного действия. В таком листе размер зерна меньше 1,5 мм. Качество стали оценивалось потерями:

$$\rho_{10/60} = 1,01 \text{ вт/кг}$$
$$\rho_{10/60} = 1,59 \text{ вт/кг}$$
 при для рядовой трансформаторной стали, выпускавшейся в то время в США.

В СССР в соответствии с ГОСТом 802-58 выпускается трансформаторная сталь толщиной 0,35 мм марки ЗЗ30А с ребровой текстурой и с потерями

$$\rho_{15/50} = 1,1 \text{ вт/кг.}$$

В первых опытах Госса не было достигнуто теоретически возможное значение потерь в трансформаторной стали. Объяснялось это тем, что, во-первых, доля кристаллов с ребровой текстурой в первых пар-

тиях была, очевидно, невелика. По мнению Госса, в его листах нет никакой текстуры, но проверка показала, что 60-70% кристаллов имеют ребровую текстуру, а остальные - кубическую. Другие исследователи показали, что в листах Госса получается только 25% или 45% кристаллов с ребровой ориентировкой; около 11% кристаллов были расположены хаотично и остальные имели кубическую ориентировку.

Вторая причина заключалась в размере кристаллов. У Госса их размер был от нескольких десятых миллиметра до 1,5 мм. В настоящее время в ребровой текстуре выращивают зерна до нескольких миллиметров в диаметре.

Третья причина - наличие рассеяния текстуры ( $\Delta\rho \neq 0$ ). К. Сикстус (1935 г.) показал, что только 40% кристалликов ребровой текстуры имеют рассеяние в угловой области 0-5°. Остальные 60% - от 5 до 20°.

Четвертая причина заключалась в химическом составе. Диаграмма равновесного состояния железо-кремний имеет замкнутую область гамма-железа. При отсутствии углерода граница гамма-области доходит до содержания кремния 2,5%. Содержание углерода 0,05% сдвигает эту границу до содержания кремния от 2,5 до 5,0%, т.е. образуется расширенная двухфазная область  $\alpha + \gamma$ . Известно, что фазовый переход  $\alpha = \gamma$  препятствует развитию текстуры и даже уменьшает ее. Таким образом, углерод является одной из очень существенных помех в образовании и развитии текстуры. Снижение содержания углерода возможно при выплавке и при последующих термических обработках в среде водорода.

Указанные причины, влияющие на образование ребровой текстуры, являются следствием из большого числа экспериментальных работ, выполненных с 1935 г. По последним сведениям из области изучения условий образования ребровой и кубической текстуры мы можем сделать следующие заключения.

Кубическая текстура, присущая металлам с ПЦК решеткой, и ребровая, характерная для металлов с ОЦК решеткой, может быть объяснена с энергетической точки зрения. Если это так, то образование таких текстур следует отнести к природе материала. Однако имеется ряд других способов (разработанных в разных странах) получения кубической текстуры в трансформаторной стали. Это дает основание считать, что можно управлять образованием той или иной текстуры, если учесть плохую воспроизводимость полученных результатов.

Видимо, не все еще нами изучено и не все физические методы исследования металлов использованы для управления образования той или иной текстуры в трансформаторной стали.

Общий вид технологии как будто намечен - ряд холодных прокаток с промежуточными отжигами и последний отжиг высокотемпературный.

К сожалению, подавляющее количество экспериментальных работ носит характер несистематических исследований и анализ этих работ провести очень трудно. Общее заключение может быть таким. На формирование кубической текстуры влияют: чистота материала; среда отжига; скорость нагрева; исходная толщина (ибо текстура не определяется степенью деформации); содержание кремния (чем меньше кремния, тем совершеннее кубическая текстура).

Из изложенного следует, что управление процессом получения кубической текстуры в трансформаторной стали имеет большое народно-хозяйственное значение и систематическое изучение этого вопроса является оправданным.

Управление процессом развития и образования текстур в листовых материалах, предназначенных для холодной штамповки, также экономически целесообразно.

О Г Л А В Л Е Н И Е

В В Е Д Е Н И Е . . . . .	3
ГЛАВА I. ЭЛЕМЕНТЫ ФИЗИКИ РЕНТГЕНОВСКИХ ЛУЧЕЙ	
А. Сплошной спектр	
§ 1. Условия получения рентгеновских лучей	7
§ 2. Закономерности в сплошном спектре . . . . .	12
§ 3. Поглощение рентгеновских лучей . . . . .	15
§ 4. Просвечивание металлов . . . . .	18
Б. Характеристический спектр	
§ 5. Систематика спектров . . . . .	26
§ 6. Селективное поглощение . . . . .	32
§ 7. Выбор анода при структурном анализе . . . . .	34
§ 8. Эффект Комптона . . . . .	36
В. Дополнительные сведения о рентгеновских лучах	
§ 9. Единицы измерения длин волн рентгеновских лучей . . . . .	37
§ 10. Количественное измерение энергии рентгеновских лучей . . . . .	39
§ 11. Биологическое действие рентгеновских лучей и защита от них . . . . .	40
§ 12. Фотографическое действие рентгеновских лучей . . . . .	43
§ 13. Люминесценция . . . . .	44
ГЛАВА II. КРАТКИЕ СВЕДЕНИЯ ИЗ КРИСТАЛЛОГРАФИИ	
§ 1. Элементы симметрии . . . . .	52
§ 2. Индексы граней . . . . .	57
• § 3. Решетки Браве . . . . .	60
ГЛАВА III. ОСНОВЫ РЕНТГЕНОСТРУКТУРНОГО АНАЛИЗА	
§ 1. Квадратичная форма . . . . .	64
§ 2. Структурная амплитуда . . . . .	69

§ 3. Вычисление структурной амплитуды .....	71
§ 4. Паровая проекция .....	75
§ 5. Метод Дебая .....	76
§ 6. Расчет рентгенограмм Дебая .....	81
§ 7. Метод Закса .....	87
§ 8. Точность и чувствительность методов Дебая и Закса .....	90
§ 9. Интенсивность дифрагированных линий .....	93

ГЛАВА 1У. РЕНТГЕНСТРУКТУРНЫЙ АНАЛИЗ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ

§ 1. Определение коэффициента линейного расширения .....	96
§ 2. Измерение временных и остаточных напряжений .....	97
§ 3. Определение искажений кристаллической решетки .....	101
§ 4. Определение границы растворимости на диаграммах равновесного состояния с образованием области ограниченной раст- воримости .....	106
§ 5. Систематика сплавов .....	110
§ 6. Текстура .....	134

АКСЕНОВ Геннадий Иванович

РЕНТГЕНОГРАФИЯ

Комплект лекций

Редактор А.И. Кондратьева

Техн. редактор Н. М. Календик

Корректор Т. И. Щелокова

ЕО 05285 Подписано в печать 23/8-1975г.

Формат 80x84 1/16. Объем 10,75 п.л.

Тираж 600 экз. Цена 55 коп.

Куйбышевский авиационный институт  
имени С.П.Королева, ул. Молодогвардейская,  
151.

Ротапечатьный цех обл. типографии им.Мяги,  
г.Куйбышев, ул.Венцека, 60. Заказ № 4352