УДК 539.26:518.5

АВТОМАТИЗАЦИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРНЫХ АСПЕКТОВ ФАЗОВЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ С ПОМОЩЬЮ АНАЛИЗА КАРТИН ДИФРАКЦИИ НА ЭВМ

А. С. Илюшин, А. Г. Хунджуа, А. В. Сорокин, И. В. Пестов

(кафедра физики твердого тела)

Разработана методика расчета картин дифракции на монокристалле с выделениями второй фазы, позволяющая по координатам рефлексов на рентгенограммах и микроэлектронограммах определять параметры, тип решетки Браве и ориентационное соотношение между решетками матрицы и фазы выделения.

При исследовании фазовых превращений в кристаллах методами электронной микроскопии и рентгеновского анализа монокристаллов центральным моментом является расшифровка картин дифракции (КД). В работе [1] разработана методика индицирования КД на монокристаллах с выделениями второй фазы путем сопоставления экспериментальных данных с модельными расчетами на ЭВМ. Модельный расчет требует задания параметров решетки фазы выделения и ориентационного соотношения, хотя такая информация в неявном виде содержится в КД и во многих случаях может быть извлечена из них соответствующим расчетом. Например, в работах [2, 3] предложены алгоритмы расшифровки рентгенограмм качания и лауэграмм по координатам рефлексов на снимках. Расшифровка КД на монокристалле с выделениями частиц второй фазы является более сложной задачей, так как на снимках присутствуют рефлексы от нескольких вариантов кристаллографически эквивалентных ориентировок выделяющейся фазы. Таким образом, автоматизация расчета КД на монокристалле с выделениями второй фазы представляется актуальной задачей.

Разработанный метод расчета КД основан на построении Эвальда. На ранних стадиях распада или термоупругого мартенситного превращения, когда объем фазы выделения мал, рефлексы формируются только на характеристическом излучении, что позволяет по полученным из эксперимента координатам рефлекса на снимке *y*₁, *y*₂ вычислить координаты *x*₁, *x*₂, *x*₃ соответствующего узла обратной решетки (OP) в базисе {e_i}, связанном с первичным пучком (e₃ — по лучу, e₁ — по вертикали):

$$x_1 = y_1/(\lambda y_3); \ x_2 = y_2/(\lambda y_3); \ x_3 = D/(\lambda y_3) - 1/\lambda; \ y_3^2 = y_1^2 + y_2^2 + D^2,$$

где D — расстояние от кристалла до пленки, λ — длина волны. Погрешность определения координат в обратном пространстве (OP) є в основном определяется расходимостью пучка $\Delta \omega$ и ошибкой считывания координат рефлексов на снимке Δy_{-} В системе координат, связанной с дифрагированным пучком (рисунок) $\varepsilon^2 = \Delta z_1^2 + +\Delta z_2^2 + \Delta z_3^2$. где

$$\Delta z_1 = \Delta \omega H \left(1 - \frac{\lambda^2 H^2}{4} \right)^{-1/2}; \ \Delta z_2 = \frac{\Delta y}{\lambda D} \left(1 - \frac{\lambda^2 H^2}{2} \right); \ \Delta z_3 = \frac{\Delta y}{\lambda D} \left(1 - \frac{\lambda^2 H^2}{2} \right)^2,$$

H — модуль вектора рассеяния. Два вектора в ОР считаются эквивалентными, если расстояние между их концами не превосходит 2є. Координаты узлов ОР фазы выделения следует далее пересчитать в долях векторов ОР основной фазы $h_p = x_i N_p^i$, где N_p^i — элементы матрицы \widehat{N} , задающей ориентацию монокристалла относительно базиса $\{e_i\}$. На этом этапе объединяются результаты съемок в разных ориентировках, данные рентгеновского анализа и электронной микроскопии.

Из полученного множества векторов ОР следует выбрать базисную тройку, однозначно описывающую экспериментальную КД. При переборе в каждой из пробных троек не должны присутствовать векторы, преобразующиеся друг в друга посредством действия операторов симметрии решетки основной фазы, поэтому до начала перебора множество векторов подвергается симметрийному анализу и упорядочивается. Следует учитывать, что при построении базиса рассмотрению подлежат не только различные тройки {**H**_i, **H**_j, **H**_k}, $i \neq j \neq k$, но и тройки вида {**H**_i, \hat{S}_n **H**_i, \hat{S}_m **H**_k}, n, m ==1, 2, ..., N, где $\hat{S}_n - n$ -й оператор симметрии ОР основной фазы. Этот шаг, увеличивающий в N^2 раз число возможных вариантов базиса, неизбежен при обработке данных рептгеновского эксперимента, так как рефлексы от различных вариантов ориентационного соотношения неразличимы. При обработке микроэлектронограмм метод. темного поля позволяет различать рефлексы от разных ориентировок и данная часть программы не используется. Считается, что вектор И принадлежит к решетке с базисом {H₁, H₂, H₃}, если в пределах погрешности имеется целочисленное решение хотя бы одного из N уравнений вида

 $\widehat{S}_n \mathbf{H} = n_1 \mathbf{H}_1 + n_2 \mathbf{H}_2 + n_3 \mathbf{H}_3.$

Полученный в результате перебора базис, возможно, не является единственным, но при большом числе рефлексов на КД, когда среди соответствующих им векторов присутствует тройка, составляющая одну из элементарных ячеек OP, задача решается успешно.

Исходя из найденного базиса параметры и тип решетки Браве фазы выделения определяются по следующему алгоритму. Выбираются три некомпланарных вектора $\{c_r\}$, представляющие собой кратчайшие трансляции в решетке фазы выделения, и определяются оси симметрии элементарной ячейки: вектор $m = m_r c_r$ является осью симметрии, если после поворота вокруг него координаты ковых базисных векторов {сr'} выражаются целыми числами в старом базисе {с,}. Остановимся на этом более подробно: построим ортонормированный базис {b_i}, в котором операторы симметрии выражаются достаточно просто:

$$\mathbf{b}_1 = \frac{\mathbf{m}}{|\mathbf{m}|}; \ \mathbf{b}_2 = \frac{|\mathbf{m}\mathbf{c}_1|}{|[\mathbf{m}\mathbf{c}_1]|};$$

 $\mathbf{b}_2 = |\mathbf{b}_1\mathbf{b}_2|.$

 ${\rm [Eсли [mc_1] = 0, 3a c_1 следует взять другой вектор из тройки <math>c_r$.) В базисе ${\rm [b_i]}$ оператор поворота на произвольный угол φ имеет стандартный вид

	1	0	- 0		
$\widehat{S} =$	0	cos q) sin	φ	
	0	— sin œ	cos	ŵ.	

Пусть переход от базиса {c_r} к базису {b_i} осуществляется матрицей \widehat{B} : $\mathbf{b}_i = B_r \mathbf{i} \mathbf{c}_r$, тогда $\mathbf{c}_{k'} = (B_i^{k})^{-1} S_i' B_r \mathbf{i} \mathbf{c}_r$, следовательно, вектор т представляет собой ось симметрии порядка $2\pi/\phi$, если элементы матрицы $\widehat{B}^{-1} \widehat{SB} -$ целые числа. Из совокупности осей симметрии однозначно определяется сингония решетки фазы выделения, а по расположению осей симметрии относительно кратчайщах трансляций — тип центрированности. Исходя из базисных векторов решеток основной фазы и фазы выделения определяются параметры решетки фазы выделения и ориентационное соотношение.

Приведенный алгоритм расчета КД реализован в программе на языке Фортран-IV и успешно апробирован на КД, смоделированных по программе [1], для всех типов решеток Браве с многочисленным варьированнем параметров решетки и ориентационного соотношения. Результаты автоматизированной расшифровки экспериментальных микроэлектронограмм и рентгенограмм неподвижных монокристаллов ОЦК сплавов титана и циркония с выделениями ω - и α -фаз, никелида титана с выделениями Rмартенсита и X-фазы полностью согласуются с литературными данными.

В заключение следует отметить, что увеличение числа обрабатываемых рефлексов повышает надежность расчета, так как при малом числе рефлексов совокупность векторов рассеяния может описываться какой-либо подрешеткой. Однако такое увеличение связано с резким возрастанием времени счета. Оптимальным следует считать число рефлексов порядка 10.

ЛИТЕРАТУРА

[1] Захарова М. И., Сорокин А. В., Хунджуа А. Г.//Вестн. Моск. ун-та. Физ. Астрон. 1984. 25, № 4. С. 80. [2] Иванов В. И., Шехтман В. Ш.//Заводская лаборатория. 1984. 50, № 6. С. 47. [3] Шереметьев И. А., Лютцау В. Г.//Там же. 1986. 52, № 4. С. 41.



Постросние Эвальда и определение погрешностей вычисления координат узлов обратной решетки