

XRD studies of the lattice parameters change, caused by the crystal defects.

Salehpoor, B. & Dilmaghani, S. B.

Faculty of Physic, University of Tabriz, Tabriz, Iran

Abstract: Formation of any kinds of crystal defects is followed by creation of mechanical stresses within the crystal structure, which in turn causes lattice parameters to change, these changes result a relevant displacement of the X-ray diffractogram peaks. In this work relative displacement of a certain peak (111) of defected and annealed samples of Al and Cu have been studied using an X-ray diffractometer, controlled and assisted by a high capable computer program. These facilities provide a high resolution for determination of peak's position on the diffractogram so that the relative displacement of a certain peak, relevant to the defected and annealed samples was obtained with precision better than $\sim 0.01 \text{ \AA}$. This study shows the reliability of our XRD high resolution method for various applications in the material research fields. As an example of its applications, using the results of this work, the amount of residual stresses in these samples have been determined.

Key Words: *residual stresses, crystal defects*

پژوهشی

بررسی تأثیر نواقص بر پارامترهای بلوری با استفاده از پراش پرتو X

بهروز صالحپور، سعید برادران دیلمقانی

دانشگاه تبریز - دانشکده فیزیک

چکیده: وجود نواقص در بلورها به ویژه دررفتگیها موجب تنشهای موضعی در ساختار آنها می شود. این واپیچشها در شبکه بلور، محل و پهنای قله های حاصل از پراش پرتو X در نمونه حاوی نواقص را تغییر می دهد. در این مقاله نمونه هایی از فلزات مس و آلومینیم از این نظر مورد بررسی قرار گرفتند. بدین ترتیب که با اعمال تنشهای مکانیکی، نواقصی در نمونه های یاد شده، ایجاد کردیم و سپس با استفاده از تازه ترین نرم افزار کامپیوتری، طیف حاصل از پراش پرتو X نمونه های تنش دیده و نمونه های بازپخته مورد مطالعه قرار گرفتند و میزان جابجایی و پهن شدگی نسبی قله های نمونه های تنش دیده اندازه گیری شد. مقایسه نتایج نمونه های بازپخته و تنش دیده، وجود نواقص بلوری را از نظر نوع و ابعاد واپیچش در شبکه بلوری مشخص ساخت، و معلوم شد که نواقص ایجاد شده روی پارامترهای بلوری تأثیر می گذارد، و نیز دقت کاربری پراش سنجی پرتو X با استفاده از رایانه را نشان داد. این روش استفاده از پراش سنجی، علاوه بر دقت بالا از نظر سرعت نتیجه گیری بسیار خوب، و در مقایسه با روشهای متداول از اهمیت ویژه ای برخوردار است. در این کار به عنوان نمونه کاربری، با استفاده از میزان جابجایی قله ها، تنشهای باقیمانده در فلزات یاد شده برآورد شدند.

واژه های کلیدی: تنشهای باقی مانده، نواقص بلوری

مقدمه

خواص مکانیکی، الکتریکی و شیمیایی مواد بلوری به ویژه رفتار مکانیکی آنها متأثر از دو عامل اند، ساختار تک بلور آنها، و شکل یا نحوه بهم چسبیدن بلورک‌ها در مادهٔ بس‌بلور. علاوه بر این وجود نواقص بلوری نیز نقش مهمی در ویژگی و خواص این مواد دارد.

اولین مقاله در مورد بررسی نواقص در شبکهٔ بلوری با استفاده از پرتو X در سال ۱۹۲۵ ارائه شد [۱]. سپس فعالیت‌های زیادی در دو دههٔ بین سالهای ۱۹۵۱ تا ۱۹۷۲، انجام گرفت. گزارش آن‌کارها بیشتر در ارتباط با استفاده از پرتو X در بررسی اثر تنشهای مختلف مکانیکی و غیرمکانیکی مواد، به ویژه فلزات بر ابعاد بلور نگاری بوده است. ولی از سال ۱۹۷۲ به بعد تعداد مقالات منتشر شده در این زمینه بسیار کاهش یافت، و تقریباً کارهای پژوهشی متوقف شد. با توجه به این که در آن زمان اندازه‌گیری بلورنگاری با استفاده از روش عکاسی نه تنها دقیق نبود بلکه نیاز به صرف وقت بیشتری نسبت به روشهای دیگر داشت، لذا دیگر به کار گرفته نشد [۲].

پیشرفت روزافزون فن آوری ساخت دستگاههای پرتو X ، همراه با استفاده از رایانه (on-line)، و نیز گسترش و تکامل نرم افزارهای رایانه‌ای - که می‌توانند در کوتاهترین زمان کوچکترین تغییر در ابعاد بلورنگاری را با دقت‌های خیلی بالا تحلیل کرده و نتایج ناباورانه‌ای را ارائه دهند - موجب گشوده شدن افقهای تازه‌ای در استفاده از پراش سنجی پرتو X در شناسایی و مطالعهٔ خواص مکانیکی مواد از جمله اثر تنشها در تغییر ثابت‌های بلوری، بررسی انرژی ناشی از تنشهای باقیمانده در شبکه‌های بلوری، و موارد دیگر شده است. گزارشهای جدید در این موارد نشانگر توجه پژوهشگران به این زمینه علمی است [۳].

در پراش سنجی پرتو X ، رابطهٔ براگ به ازای طول موجی معین، و ثابت d (فاصله صفحات بلور)، فقط یک زاویهٔ پراش را نشان می‌دهد. ولی در عمل عوامل متعددی سبب به وجود آمدن پهنای زاویه‌ای (2θ) در هر قلهٔ پراش می‌شوند. از جمله این عوامل وجود هر نوع نقص و واپیچش در شبکهٔ بلوری، تکفام نبودن پرتو X ، و نیز ابعاد بلورکها را می‌توان نام برد. مؤثرتر از عوامل یادشده تنشهای ناهمگن در بلورند که

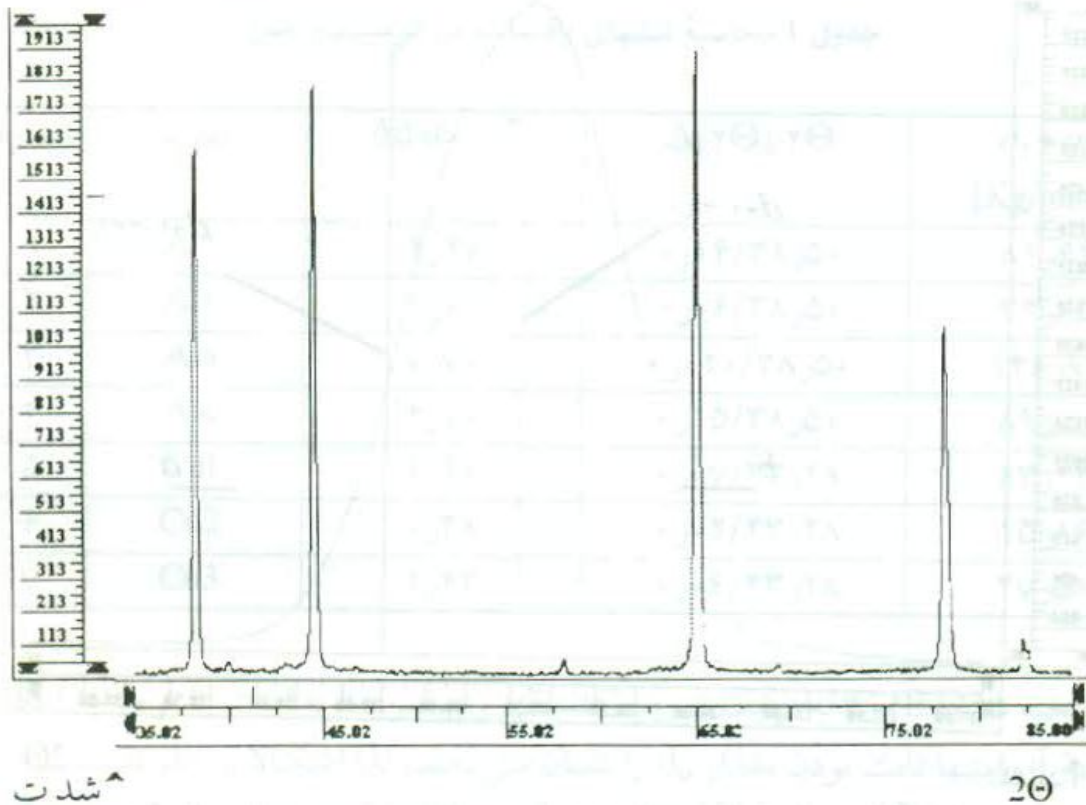
قله‌های پراش را پهن می‌کنند، در حالیکه تنشهای همگن موجب جابجایی قله پراش می‌شوند [۴].

شرح آزمایشها

هر نمونه مورد آزمایش (آلومینیم و مس) به صورت مفتول بود که نخست آن رابه دو قسمت کردیم و سپس یکی از آنها را تحت تأثیر تنشهای مکانیکی کشش و چکش کاری قرار دادیم تا نواقص بلوری در آن ایجاد شود. آنگاه هر دو بخش را به صورت پودر درآوردیم و با الک کردن آنها، با مش ۲۰۰، دانه‌بندی یکسانی به دست آمد. آنگاه پودر نمونه‌های تنش ندیده را در دمای 300°C و خلا نسبی ۰/۰۱ میلیمتر جیوه به مدت کافی گرمادادیم تا تنش زدایی صورت گیرد. پودر تنش دیده را تا زمان آزمایش در دمای پایین نگاه داشتیم تا از کاهش نواقص بلوری آن تا حد ممکن جلوگیری شود. سپس با استفاده از پراش سنج پرتو X، D500 زمینس، و مجهز به کامپیوتر با نرم افزارهای پیشرفته موجود در آزمایشگاه پرتو X دانشکده فیزیک، پراش نگاشت هریک از نمونه‌ها (تنش دیده و تنش ندیده) تهیه شد.

نتایج

۱- فلز آلومینیم شکل (۱) پراش نگاشت کامل تهیه شده از نمونه سالم (تنش ندیده) پودر آلومینیم را نشان می‌دهد. برای تشخیص دقیقتر مقدار جابجایی قله‌ها و پهن شدگی آنها در نمونه‌های حاوی نقص، در مقایسه با نمونه‌های سالمتر، قله‌های پراش پرتو X حاصل از صفحات (۱۱۱) جداگانه انتخاب و با دقت بالا مورد بررسی قرار گرفتند. در شکل (۲) قله‌های نمونه‌های ناقص و سالم آلومینیم با هم مقایسه شده‌اند. و چنانکه شکل نشان می‌دهد کمترین جابجایی قله‌های نمونه‌های ناقص برحسب زاویه پراش $\Delta 2\theta = 0.17^{\circ}$ است. از طرفی با استفاده از زاویه پراش، 2θ ، فاصله صفحات (۱۱۱) برای نمونه سالم 2.338 \AA و برای نمونه ناقص آلومینیم 2.348 \AA قابل محاسبه است، که متوسط مقدار تغییر فاصله صفحات ناقص نسبت به سالم در حدود 0.1 \AA است.



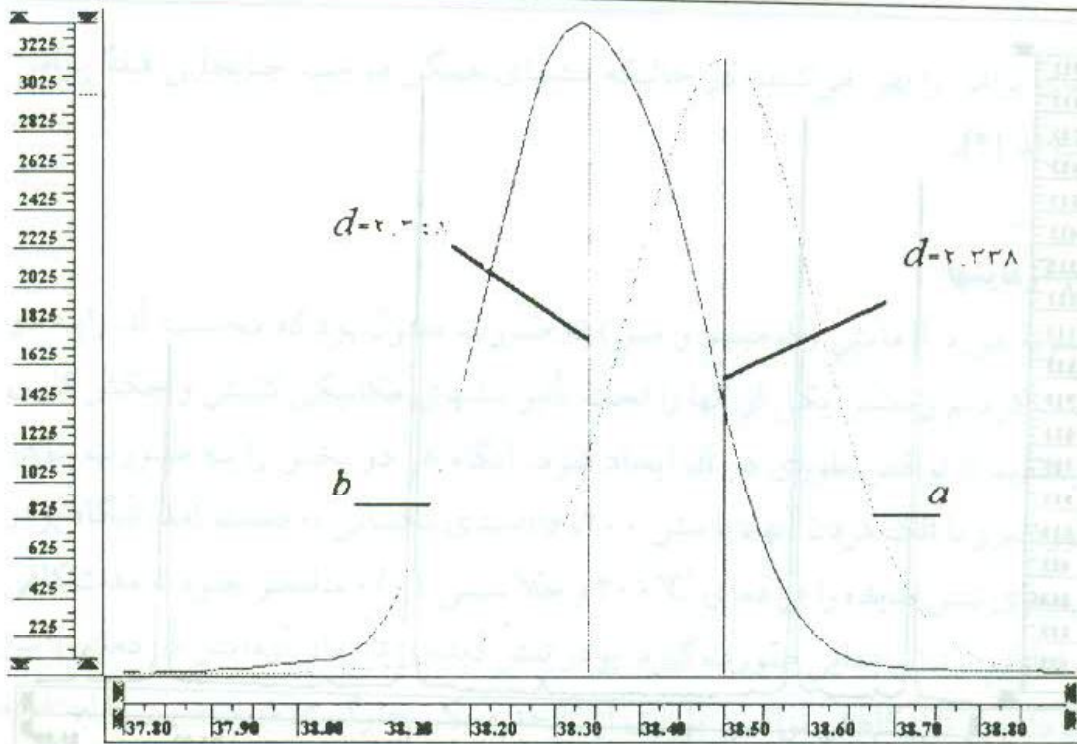
شکل ۱ پراش نگاشت کامل پودر آلومینیم تنش ندیده.

۲- فلز مس در شکل (۳) قله‌های پراش مربوط به صفحات (۱۱۱) نمونه مس با جابجایی آنها در نمونه تنش دیده و بازیخته شده (سالتر) نشان داده شده‌اند. در اینجا مقدار جابجایی زاویه پراش برای دو نمونه مختلف $\Delta 2\theta = 0.087$ است که معادل تغییر نسبی فاصله صفحات به مقدار $\Delta d = 0.004 \text{ \AA}$ برآورد می‌شود.

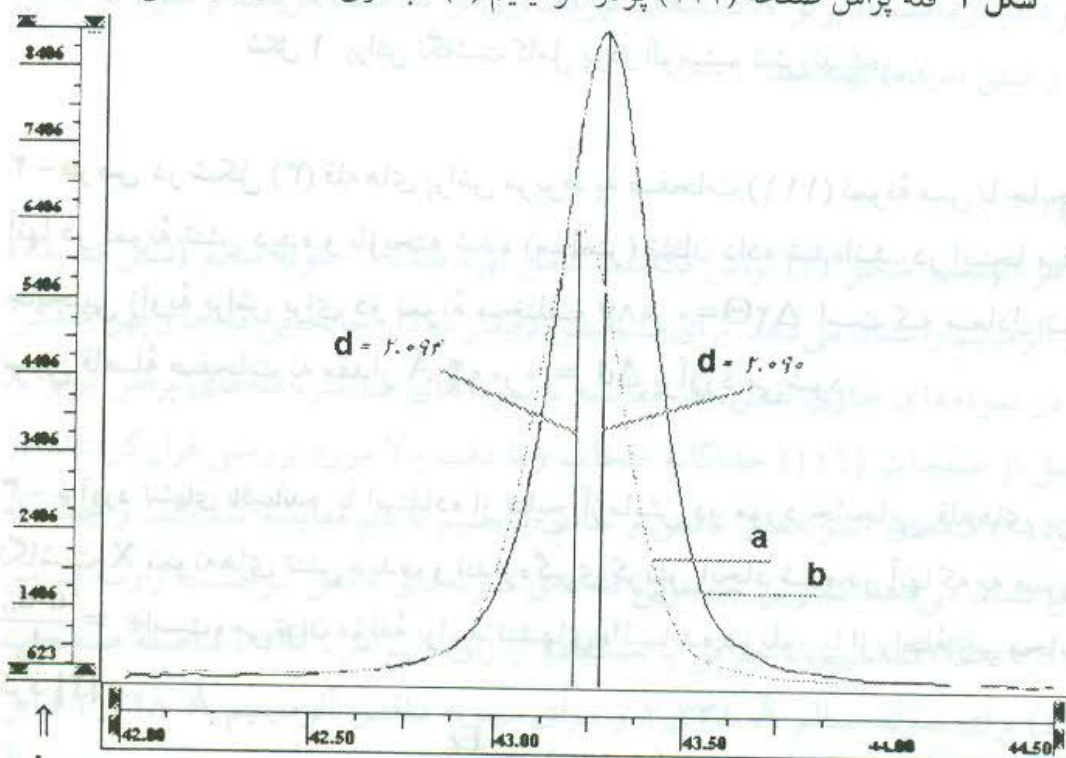
۳- برآورد تنشهای باقیمانده با استفاده از نتایج آزمایش در مورد جابجایی قله‌های پراش نگاشت X نمونه‌های تنش دیده، و اندازه‌گیری کرنش ایجاد شده در آنها که به صورت $\epsilon = \frac{d-d_0}{d_0}$ است، می‌توان مؤلفه برابند تنشهای باقیمانده در بلور را از رابطه زیر محاسبه کرد [۴].

$$(\sigma_1 + \sigma_2) = \frac{E\epsilon}{\nu}$$

که d فاصله صفحات براگ نمونه بلوری تنش دیده، d_0 فاصله صفحات متناظر نمونه‌های



شده شدت 2θ
 شکل ۲ قله پراش صفحه (۱۱۱) پودر آلومینیم (a) تابکاری شده و (b) تنش دیده.



شده شدت 2θ
 شکل ۳ قله پراش صفحه (۱۱۱) پودر مس (a) تنش دیده و (b) تابکاری شده.

جدول ۱ محاسبه تنشهای باقیمانده در آلومینیم و مس

شماره	نمونه	$\Delta d/d \times 10^3$	$\Delta(2\Theta)/2\Theta$	$\sigma_1 + \sigma_2$ [Kg/mm ²]
۱	Al1	۴٫۲۷	۰٫۱۶/۳۸٫۵۰	۸۱٫۶۲
۲	Al2	۱٫۷۱	۰٫۰۶/۳۸٫۵۰	۳۲٫۶۵
۳	Ala	۷٫۷۰	۰٫۲۰/۳۸٫۵۰	۱۴۶٫۹۲
۴	Alc	۴٫۷۰	۰٫۱۵/۳۸٫۵۰	۸۹٫۷۸
۵	Cu1	۱٫۹۰	۰٫۰۷/۴۳٫۲۸	۶۳٫۴۳
۶	Cu2	۰٫۴۸	۰٫۰۲/۴۳٫۲۸	۱۵٫۸۶
۷	Cu3	۱٫۴۳	۰٫۰۶/۴۳٫۲۸	۴۷٫۵۸

بازپخته شده، E و ν به ترتیب ضریب کشسانی و پواسن نمونه است. با توجه به اینکه همه آزمایشها ثابت بودن مقدار d_0 را نشان می دهند، لذا اشکالات یاد شده برای سنجش d_0 قابل چشم پوشی است [۴]. مقادیر محاسبه شده تنش باقیمانده نمونه های آلومینیم و مس تنش دیده در جدول ۱ ارائه شده اند.

بحث و برداشت

چنانکه در مقدمه اشاره شد، استفاده از رایانه پیشرفته (on-line) موجب سرعت در تحلیل و دقت فوق العاده خروجی پراش سنج پرتو X می شود، و امکان بررسیهایی نظیر جابجایی و یا پهن شدگی قله های پراش را، که نیاز به دقت زیادی دارد، فراهم می سازد. از آنجا که نتیجه این نوع بررسیها رابطه مستقیمی با ریز ساختار شبکه بلوری، و در نتیجه با خواص میکروسکوپی و در نهایت ماکروسکوپی این نوع مواد دارند، لذا استفاده از اینگونه مسائل پراش نگاری در شناسایی خواص مواد نظیر سختی، مقاومت کششی، خزش، و خستگی نمونه مورد آزمایش، می توانند بسیار کارگشا باشند دقت پراش نگاری که در تعیین مکان مرکز قله پراش، مورد استفاده قرار گرفت عملاً $< 0.001 \text{ \AA}$ بوده است، که این میزان دقت، خیلی بالاتر از مقدار معادل جابجایی قله در اثر تنشهای موجود در بلور است. با توجه به اینکه دقت تعیین 2Θ در پراش نگار مجهز به نگاهت قلمی و یا عکس (روشهای متداول) خیلی کمتر از ارقام به دست آمده است، لذا

روش‌های قدیمی متداول و بدون استفاده از رایانه عملاً چندان کارساز نیستند. در پایان یادآور می‌شویم که با همه احتیاطها و دقت برای رسیدن به قضاوت درست در مورد استفاده از روش پراش نگاری، اثر کلیه عوامل مؤثر جانبی را باید از نتایج جدا کرد. مثلاً در آزمایشهای مختلف مشاهده شد که حتی روش و نحوه پودر کردن نمونه‌ها از لحاظ تنشهای وارده نیز در جابجایی و پهن شدگی قله‌ها مؤثر بوده است. (به مقادیر کرنش نمونه‌ها در جدول دقت شود)

نتایج جدول (۱) نشان دهنده تنشهای پس ماند محاسبه شده نمونه‌های متفاوت است. با توجه به نتایج به دست آمده می‌توان گفت

(۱) متوسط تنشهای پس ماند در نمونه‌های آلومینیم بیش از نمونه‌های مسی است، در حالیکه هر دو دارای ساختار یکسان fcc هستند.

(۲) آزمایشهای متعدد نشان می‌دهند که d_{00} صفحات (۱۱۱) نمونه‌های تابکاری شده تقریباً ثابت است، که دال بر کامل بودن مراحل تابکاری نمونه و دقت اندازه‌گیری است.

(۳) اختلاف قابل توجه در مقادیر Δd ناشی از متفاوت بودن مراحل اجرایی سرد کاری، و تنشهای مکانیکی ایجاد شده است، و چون نمونه‌ها به صورت پودر بوده‌اند لذا انتظار تنشهای یکسان و قابل پیش بینی در نمونه‌ها را نمی‌توان داشت. برای احتراز از خطاهای فرایند تهیه پودر، در کارهای آینده بهتر است تنشهای پس ماند در نمونه‌های پودر نشده مورد بررسی قرار گیرند.

مراجع

- 1 - Lester, H. H. and Aborn, R. H. (1925 - 1926) *Army Ordnance*, 6, 120, 200, 283, 364.
- 2 - Klug, H. P. and Alexander, L. E. (1974) *X-ray Diffraction Procedures*, 756-757, JOHN Wiley.
- 3 - Bigarre, J. Fayelle, S. Treheux, D. Moncoffre, N. (1997) Structural modifications of alumina implanted with zirconium, copper, and titanium ions, *J. Appl. Phys.*, Vol. **82**, No, 8, 15 Oct, 3740.
- 4 - Cullity, B.D. (1978) *Elements of X-Ray Diffraction*, 285 - 292, Addison-Wesley.
- 5 - Gupta, R.K. a.o., (1972) A study of cold - worked Ti-Al alloys by X.R.D., *Z. f. Metalkunde*, **63**, 575.