



Tuesday, June 15, section B

SL12

Method of two wavelengths for determination of crystallite size and microstrain

METODA DVOU ZÁŘENÍ NA URČENÍ VELIKOSTI KRÝSTALITŮ A MIKRODEFORMACÍ

M. Čerňanský

Fyzikální ústav AV ČR, v. v. i., Na Slovance 2, 182 21 Praha 8, Česká republika
cernan@fzu.cz

Je obecně známo, že malá velikost krystalických částic – pod 1 μm – způsobuje rozšíření difrakčního profilu dané Scherrerovým vzorcem [1],

$$\Delta(2\theta) = K / (D \cos \theta) \quad (1)$$

kde $\Delta(2\theta)$ je rozšíření difrakční linie (v radiánech), způsobené malou velikostí krystalických částic D (ve směru kolmém na difraktující roviny), θ je difrakční úhel, λ vlnová délka, K je Scherrerova konstanta, závislá na tvaru částic a její hodnota je blízká 1. Podobně je známo, že mikrodeformace o velikosti $e = d/d$ (d je mezivrstevná vzdálenost) vyvolají rozšíření difrakční linie [1]

$$\Delta(2\theta) = 4e \tan \theta \quad (2)$$

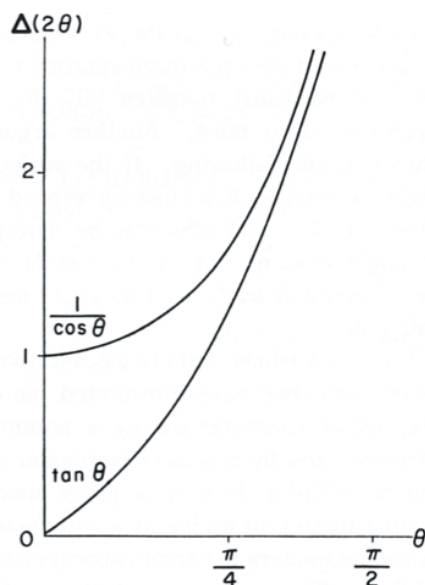
Obě příčiny rozšíření linií působí velmi často současně, takže k určení velikosti částic a mikrodeformací je nutné kvantitativně stanovit, jak velkou část fyzikálního rozšíření způsobuje velikost částic a jaký podíl na něm mají mikrodeformace. K tomuto účelu se obvykle využívá té skutečnosti, že zmíněné příčiny rozšíření závisí na difrakčním úhlu různým způsobem. Podle rovnice (1) je to pro velikost částic funkce $\sec \theta = (1/\cos \theta)$ a podle rovnice (2) pro mikrodeformace je to funkce $\tan \theta$. Tyto funkce se však výrazně liší (Obr. 1) jen u malých úhlů θ , kde obvykle není dostatečný počet difrakčních linií a jejichž šířky jsou malé, jsou blízké šířkám přístrojové funkce, takže jejich určení je značně nepřesné.

Naneštěstí u velkých hodnot θ , kde jsou rozšíření od malé velikosti částic i od mikrodeformací dost velká a dají se poměrně přesně měřit, mají obě funkce – $\sec \theta = 1/\cos \theta$ a $\tan \theta$ – podobný průběh (Obr. 1), takže možnost rozlišit, co je způsobeno velikostí částic a co mikrodeformacemi, se zmenšuje. Navíc u velkých hodnot θ vadí velké rozšíření měřené linie od nenulové délky spektrálního intervalu $\Delta(2\theta)$, které je

$$\Delta(2\theta) = (\lambda / d) \tan \theta \quad (3)$$

Spektrální složka instrumentální funkce tedy roste s růstem θ a tím snižuje přesnost v určení fyzikálního profilu. Z tohoto důvodu se doporučuje určovat velikost částic – a mikrodeformací – spíše u malých úhlů θ [2].

Wood [3] proto navrhnul využít tu skutečnost, že při stejném difrakčním úhlu θ , je rozšíření od malé velikosti



Obrázek 1. Závislosti difrakčních rozšíření na úhlu θ .

částic přímo úměrné vlnové délce λ , zatímco rozšíření od mikrodeformací na λ nezávisí, jak to plyne z rovnic (1) a (2). Porovnájí se tedy šířky dvou (různých) difrakčních linií se stejným úhlem θ na difraktogramech zkoumaného vzorku získaných se zářením o dvou různých vlnových délkách, např. $\lambda_1 = 0.154$ nm (měď) a $\lambda_2 = 0.071$ nm (molybden). Jsou-li šířky linií stejné, je rozšíření nezávislé na vlnové délce a je tedy způsobeno mikrodeformacemi. Pokud je rozšíření vyvolané malou velikostí částic, bude šířka linie přibližně dvakrát větší pro záření mědi, než pro záření molybdenu - pokud lze zanedbat přístrojové rozšíření – [4]. Tento kvalitativní přístup byl použitý ke sledování struktury oceli [3].

Je však možné odvodit kvantitativní, explicitní vyjádření pro velikost částic a mikrodeformací, určených metodou dvou záření. Jako u Williamsonova – Hallova grafu předpokládejme, že rozšíření od velikosti částic a od mikrodeformací se jednoduše sčítají, tj. pro měření s vlnovými délkami λ_1 a λ_2 platí rovnice

$$\frac{\lambda_1}{D \cos \theta_1} + 4e \tan \theta_1 = \Delta(2\theta)_1 \quad (4)$$

a

$$\frac{\lambda_2}{D \cos \theta_2} + 4e \tan \theta_2 = \Delta(2\theta)_2 \quad (5)$$

kde na levých stranách jsou šířky difrakčních linií po korekci na přístrojové rozšíření. Rovnice (4) a (5) tvoří soustavu dvou rovnic o dvou neznámých, D a e . Řešením této soustavy dostáváme pro velikost částic

$$D = \frac{d_1 \sec \alpha_1 \tan \alpha_2 + d_2 \sec \alpha_2 \tan \alpha_1}{d_1 \tan \alpha_2 + d_2 \tan \alpha_1} \quad (6)$$

a pro velikost mikrodeformací

$$e = \frac{d_1 d_2 \sec \alpha_2 + d_2 d_1 \sec \alpha_1}{4(d_2 \tan \alpha_1 \sec \alpha_2 + d_1 \tan \alpha_2 \sec \alpha_1)} \quad (7)$$

Z rovnice (4) nebo (5) ještě plyne grafická verze této metody – analogie Williamsonova – Hallova grafu, pro více než dvě záření

$$\cos D^{-1} = 4e \sin \alpha \quad (8)$$

SL13

STRUCTURAL EVOLUTION IN FERROMAGNETIC SHAPE MEMORY ALLOY $\text{Co}_{38}\text{Ni}_{33}\text{Al}_{29}$

J. Kopeček¹, M. Jarošová², K. Jurek², J. Dražokoupil¹, P. Molnár¹, O. Heczko¹

¹Institute of Physics of the AS CR, Na Slovance 2, 182 21 Praha 8, Czech Republic

²Institute of Physics of the AS CR, Cukrovarnická 10/112, 162 00 Praha 6, Czech Republic
kopecek@fzu.cz

Introduction

The cobalt-based shape memory alloys (SMA) are expected to be the new kind of so-called ferromagnetic SMAs [1]; this means alloys, in which the driving force for the martensitic phase transformation (direct or reverse) or martensitic variants reorientation can be the external magnetic field. This effect was described in stoichiometric compound Ni_2MnGa [2]. The mechanical properties of Co-Ni-Al alloys are definitely better than the properties of Ni-Mn-Ga alloys; they are harder and they have better creep and fatigue properties. But, the structure of Co-Ni-Al alloy is more complicated as compared to NiMnGa alloys. There are two phases at least, but only one of them undergoes the martensitic transformation. The role of the non-transforming phase during the transformation is not recognised yet, but its presence is suitable for the successful shape memory effect (SME). Single-phase alloys have tendency to crack before achieving a reasonable plastic deformation. The presented abstract describes the progress on the structural study.

The structure of the investigated material $\text{Co}_{38}\text{Ni}_{33}\text{Al}_{29}$ is composed of two phases – an ordered matrix $(\text{Co},\text{Ni})\text{Al}$ with space group $\text{Pm}\bar{3}\text{m}$, structure type B2, and a disordered face centred cubic cobalt solid solution with space group $\text{Fm}\bar{3}\text{m}$, structure type A2 [3], Fig. 1. The B2 phase matrix undergoes martensitic transformation into the tetragonal L0_1 structure (space group $\text{P4}/\text{mmm}$). The transformation mechanism is very similar to the Ni-Al alloy including precursors, tweed structure and softening of the

Když tedy vyneseme závislost $\cos \alpha$ na α , dostaneme přímku se směrnici D^{-1} , která na ose α vytíná úsek $4e \sin \alpha$.

References

1. H.P. Klug & L.E. Alexander, X-Ray Diffraction Procedures for Polycrystalline and Amorphous Materials. New York 1974. Wiley, 2nd ed.
2. A. Guinier, X-Ray Diffraction. San Francisco and London 1963. Freeman.
3. W.A. Wood, Nature, 151 (1943) 585.
4. A. Kochanovská, Strukturní rentgenografie, Praha 1964. SNTL.

Poděkování

Tato práce vznikla v rámci realizace projektu Akademie věd České republiky - KAN 300100801.

phonon modes [4]. According to the phase diagram L1_2 structure $(\text{Co},\text{Ni})_3\text{Al}$ (space group $\text{Fm}\bar{3}\text{m}$) exists in samples with sufficient amount of nickel. In our samples, this phase is observed under special kinetic conditions.

The structure analysis was performed mainly using analytical electron microscopy as our samples are usually directionally crystallized structures with extremely large/coarse grains. The set of the in-situ measurements on powders was performed on synchrotron source BESSY II in HZB Berlin.

Crystal growth

In order to study and to apply ferromagnetic shape memory effect (FSME), it is very convenient to have single-crystalline samples. The single-crystals for our study were prepared using vertical floating-zone method and Bridgman method. The structure and composition of the as-grown samples were published in Refs [5, 6]. The findings from the crystal growth study can be summarized in the points:

1. The samples grown with a growth rate of 17 mm h^{-1} or lower have tendency to get splitted into a two-phase mantle (B2 matrix plus A2 interdendritic precipitates) and a single-phase (only B2) core. Such structures have tendency to crack during cutting and polishing.

2. The composition of the matrix and precipitates seems to be stable within three categories: Floating-zone sample; Bridgman sample grown with a growth rate of 17 mm h^{-1} and Bridgman samples grown with a growth rate higher than 17 mm h^{-1} . Both phases in respective categories have the same composition. The last category appears to be in-