

۱- تهیه نمونه

تمام نمونه‌ها خواه به صورت پودر و خواه به صورت قطعه‌های نازک از ورق آریبیوم (Er) با درجه خلوص بیش از ۹۹/۶ درصد تهیه شد و در داخل لوله‌های مویی از جنس کوارتز به قطر ۰/۷ میلی‌متر قرار داده شد. هوای داخل لوله‌های مویی را در 500°C تا فشار 10^{-6} تور تخلیه‌دهانه آنرا با ذوب کردن جداره لوله مویی به ضخامت ۰/۰۳ میلی‌متر مسدود می‌کنیم. البته ارتفاع لوله مویی کوارتزی طوری انتخاب می‌شود که بعد از استقرار آن در محفظه D.S، نمونه مورد نظر دقیقاً در معرض تابش اشعه ایکس قرار بگیرد.

۲- ترتیب مطالعه توسط اشعه ایکس

محفظه (طاق) D.S با درجه حرارت بالا که در این بررسی مورد استفاده قرار گرفته از نوع ۵۷۰ - Unicam بوده مجهز به یک حمل‌کننده فیلم حلقوی به قطر ۱۹ سانتیمتر می‌باشد و تا 1100°C گرم می‌شود. نمونه تهیه شده روی صفحه گونیومتر بکمک سیمان ثابت و مستقر شده و بوسیله پیچهای میکرومتری و دوربین قراول با محور محفظه هم محور می‌گردد. محفظه D.S که می‌توان درون آنرا از هوا تخلیه نمود، کوره حرارتی را احاطه نموده و دارای پنجره افقی استوانه‌شکلی است که بوسیله ورق کاپتون K (پلیمر) به ضخامت ۲۵ میکرون و شفاف در مقابل اشعه ایکس پوشانده می‌شود. فیلم مورد استفاده جهت کنترل جابجایی حمل‌کننده فیلم، و شرایط گسترش یکنواخت، از نوع دورویه یا دو طرف حساس انتخاب شده و افزایش نسبی آن برای قسمت به کار رفته در حدود 10^{-3} می‌باشد. در این روش مطالعه با افزایش مدت زمان عکس برداری در حد قابل قبول (از ۲ ساعت تا ۳ ساعت) و استفاده از قدرت متوسط ۱/۲ کیلووات (در شرایط استاندارد) می‌توان کلیشه‌های خوبی تهیه کرد که در آن، مانند حالتی که بدون کوارتز عکس برداری کرده باشیم خطوط $K_{\alpha_1\text{Cu}}$ و $K_{\alpha_2\text{Cu}}$ در نزدیکی $\theta = 30^{\circ}$ با زمینه خیلی روشن و واضح، از هم جدا شده باشد. از آنجائی که نمونه در داخل لوله مویی از کوارتز در مرکز دو کوپل نیم کره‌ای حاوی مقاومت‌های حرارتی کوره قرار

گرفته است. ترموکوپل نمی‌تواند با نمونه در تماس مستقیم باشد. لذا برای اندازه‌گیری درجه حرارت نمونه، از منحنی عیارسنجی، با به کارگیری نمونه‌هایی از طلا و یا نقره کاملاً "جایگزین شده" بجای نمونه اصلی، استفاده شده است. البته مقدار خطای درجه حرارت قابل قرائت از روی یک منحنی به شکل حرف S، تغییر می‌کند، که مقدار آن در حوالی 360°C معادل صفر بوده و بعد از (550°C) این خطابه شکل ثابت باقی می‌ماند.

۳- اندازه‌گیری زوایای تفرق اشعه ایکس

با استفاده از یک خط‌کش ۰/۱ میلی‌متری و عمل بزرگ نهائی، فاصله خطوط تفرق اشعه ایکس را در روی فیلم در شرایط عادی با دقت متوسط ۰/۰۵ میلی‌متر با نشانه رفتن به مرکز پهنای خط مربوط به خط $K_{\alpha_1\text{Cu}}$ اندازه‌گیری می‌کنیم. در این اندازه‌گیری از عوامل و پدیده‌های زیر که در تعیین دقیق زوایای تفرق تاثیر دارد، در مقابل خطای قرائت، با تصحیح‌های لازم می‌توان صرف‌نظر کرد:

الف - تقریب‌های قانون براک.

ب - نجسبیدن فیلم بطوریکه ناخواست به حمل‌کننده فیلم به علت محکم نبودن قفل محفظه D.S و حمل‌کننده فیلم. ج - افزایش طول فیلم بهنگام ظاهر کردن.

۴- تعیین هویت خطوط تفرق

تمام خطوط مربوط به سیستم‌های هگزاگونال برای فلزات خاکی نادر تا نزدیکی 70°C به کمک آبا "یون Bunn"، مشخص می‌شود و بعد از آن، جهت شناخت و وضعیت خطوط در زوایای بیش از 70° از کامپیوتر کمک می‌گیریم. در جدول ۱ اندیس‌های میلر صفحات انعکاس آر بیوم آمده است. جا دارد یادآور شویم وقتی $\frac{C}{a}$ با درجه حرارت کم می‌شود و مقدار آن از $\frac{5}{4}$ به $1/58114$ می‌رسد ترتیب خطوط برای سه جفت خط 106 ، 214 و 116 ، 304 و 107 ، 313 جابجا می‌گردد.

hkl	hkl	hkl	hkl
۱۰۰	۲۰۲	۳۰۰	۳۱۱
۱۰۲	۱۰۴	۲۱۳	۳۰۴ ←
۱۰۱	۲۰۳	۳۰۲	۱۱۶ ←
۱۱۰	۲۱۰	۲۰۵	۳۱۲
۱۰۲	۲۱۱	۱۰۶ ←	۲۱۵
۱۰۳	۱۱۴	۲۱۴ ←	۲۰۶
۱۱۲	۲۱۲	۲۲۰	۱۰۷ ←
۲۰۱	۲۰۴	۳۱۰	۳۱۳ ←
۲۰۱	۱۰۵	۲۲۲	

جدول (۱) - اندیس‌های میلر صفحات انعکاس اربیم

۵- محاسبه پارامترها

دوم را ، که کلیشه‌های آن مربوط به نمونه‌های فلزی بازپخت در بالای ۱۱۰۰°C می‌باشد ، ارائه نمود و مورد بررسی قرار می‌دهیم :

در این تجربه به ازاء هر زاویه انعکاس θ ، که بعد از اندازه‌گیری فواصل خطوط انعکاس در روی فیلم تعیین می‌شود ، با استفاده از برنامه پلی‌والان تورناری (Tournarie) و کامپیوتر ۳۶۰ - IBM مرکز تحقیقات ساکسی (فرانسه) و تصحیح احتمال بوسیله روش بازگشت غیرخطی ، کلیه پارامترهای شبکه‌ای خطوط موجود در زاویه بزرگتر از 35° با توجه به روابط

الف - تغییرات پارامترهای شبکه‌ای در اثر حرارت

پارامترهای a و c و همچنین نسبت $\frac{c}{a}$ تقریباً به‌طور خطی با درجه حرارت تغییر می‌کند و نتایج حاصل روی نمونه‌های فلزی با بازپخت در بالای $1100^\circ C$ از یکطرف در جدول ۲ و از طرف دیگر روی نمودار ۱ نشان داده شده است . بطوری‌که ضرایب انبساط خطی برابر است با :

$$\alpha_{11} = \frac{1}{c} \cdot \frac{d(c)}{dt} = 20/7 \times 10^{-6} \frac{1}{^\circ C}$$

$$\alpha_1 = \frac{1}{a} \cdot \frac{d(a)}{dt} = 6/4 \times 10^{-6} \frac{1}{^\circ C}$$

که نسبت $\frac{\alpha_{11}}{\alpha_1} \approx \frac{3}{2}$ یک انبساط حرارتی کاملاً " غیرایزوتروپ را مشخص می‌کند .

$$2d_{hkl} \sin \theta_{hkl} = K\lambda$$

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{4/3(h^2 + h^2 + hk) + a^2/c^2 l^2}}$$

و با به‌کار بردن رابطه برون‌یابی (روش امتداد منحنی) و با در نظر گرفتن نصف مجموع اصلاحیه " بردلی - جی " " Brdley - Joy " و " نلسون - رایلی " (Neison - Riley) محاسبه شده است .

۶- نتایج و جمع‌بندی

از آنجائی‌که انتقال نمونه به‌صورت پی‌و در مشکل بوده کلیشه تهیه شده نیز مشکوک به‌منظر می‌رسد ، تنها نتایج سری

ب - بررسی پهنای خطوط

فلزی نقص شبکه بلوری کمتر شود بهمان مقدار نتیجه حاصل بهتر خواهد بود و امید داریم در آینده بتوانیم نمونه‌های فلزی تک‌بلور با ظرافت و دقت لازم با حداقل نقص شبکه بلوری را تهیه و مورد بررسی قرار دهیم تا نتایج بدست آمده را با جزئیات دقیق‌تر و با دلیل و برهان مطمئن‌تر بیان کنیم.

تغییرات پهنای خط بر حسب $\epsilon g \theta$ (که مشابه تغییرات آن بر حسب $\frac{1}{\cos \theta}$ است) برای دو کلیشه از 25°C

تا 518°C برای زوایای براگ بزرگتر از 40°C روی نمودار ۳ نشان داده شده‌اند. چنانکه ملاحظه می‌شود، شیب این خطوط خیلی بهم نزدیک بوده و این عدم تغییر شیب با توجه به رابطه
$$d = \frac{\lambda}{L' \cos \theta} \quad (1)$$
 طبق انتظار ما گویای این

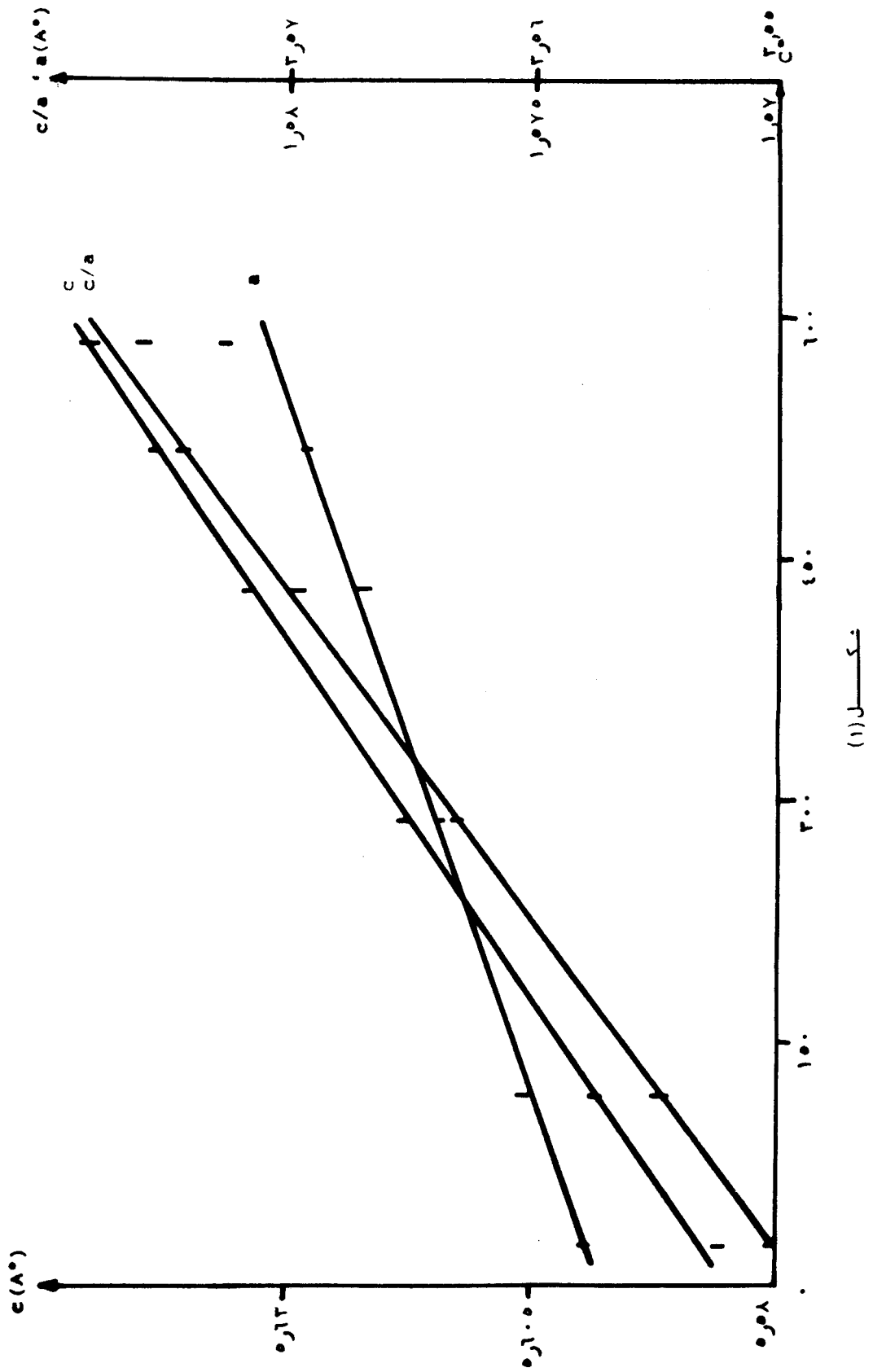
واقعیت است که اندازه دانه‌ها در فاصله 25°C تا 518°C تغییر نمی‌کند که خود نشان دهنده صحت نتایج بدست آمده است.

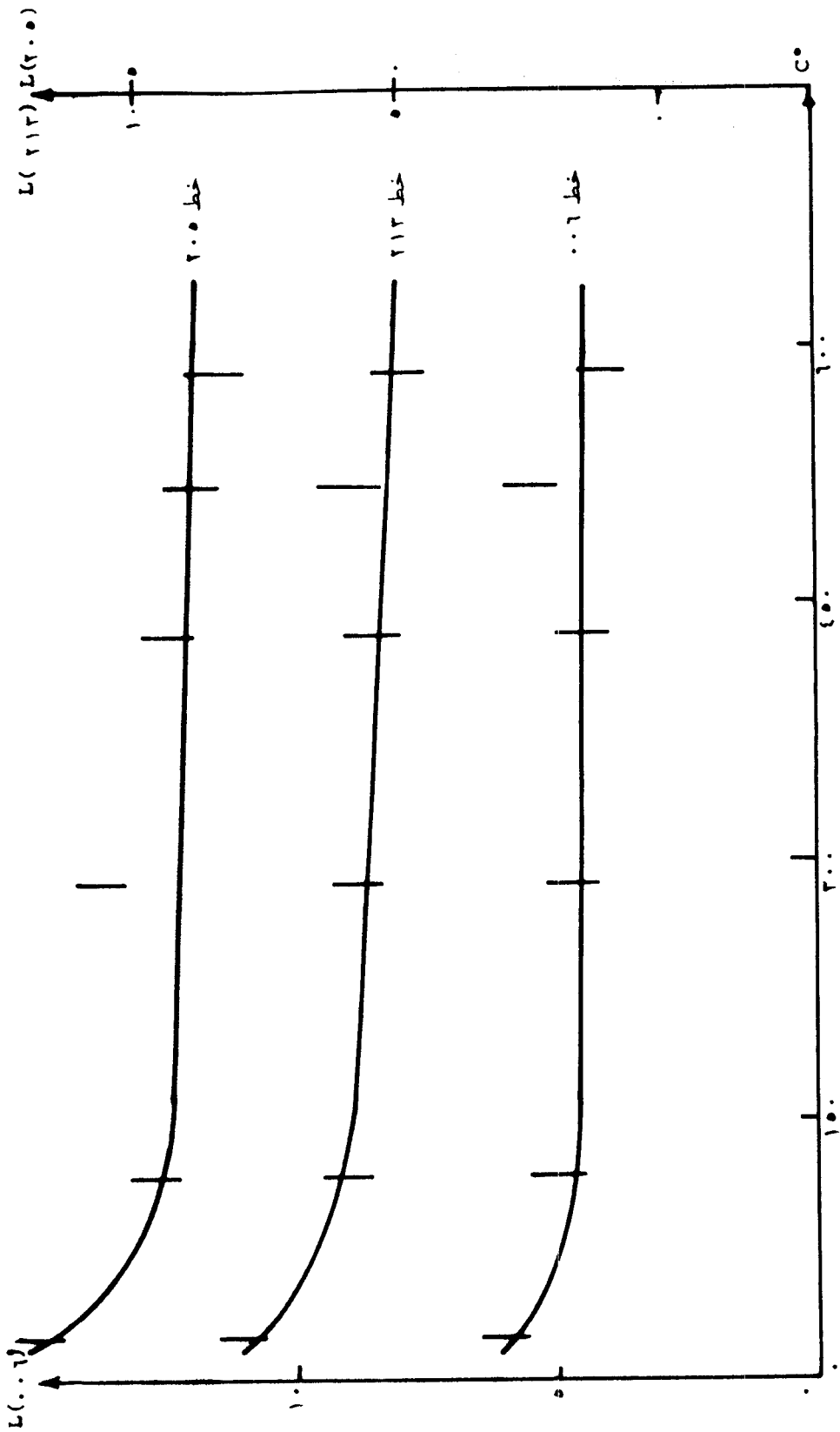
پهنای سه خط ۲۱۳، ۲۰۶ و ۲۰۵ با ارتفاع متوسط L_0 بر حسب درجه حرارت در نمودار ۲ نشان داده شده است. این سه خط باین دلیل انتخاب شده است که از یک طرف انعکاس برای آنها یکنواخت بوده و از طرف دیگر مسئله خطوط دوتائی $K_{\alpha_1 \text{Cu}}$ و $K_{\alpha_2 \text{Cu}}$ برای آنها کاملاً حل شده است. تغییرات حرارتی L_0 با توجه به نمودار بعد از 120°C عملاً معادل صفر بوده ولی قبل از آن پهنای خطوط با اتساع مشخص و معنی‌دار رو برو است. البته در آزمایشات مربوط اتساع خطوط بطور متجانس با افزایش زاویه خطوط همراه بوده و با ازدیاد زاویه خطوط، اتساع خطوط نیز بهمان نسبت کمتر می‌شود. بنابراین درشت بودن دانه‌های مورد مطالعه، هیچگونه تغییری روی پدیده اتساع (تغییرات پهنای) خطوط ایجاد نمی‌کند، همچنین تجربه نشان می‌دهد که هر قدر در اثر بازپخت نمونه‌های

$$L = \sqrt{L_0^2 - d^2} \quad \text{که در آن } L_0 \text{ پهنای خط اصلی و } d \text{ اندازه متوسط دانه‌ها می‌باشد.} \quad - 1$$

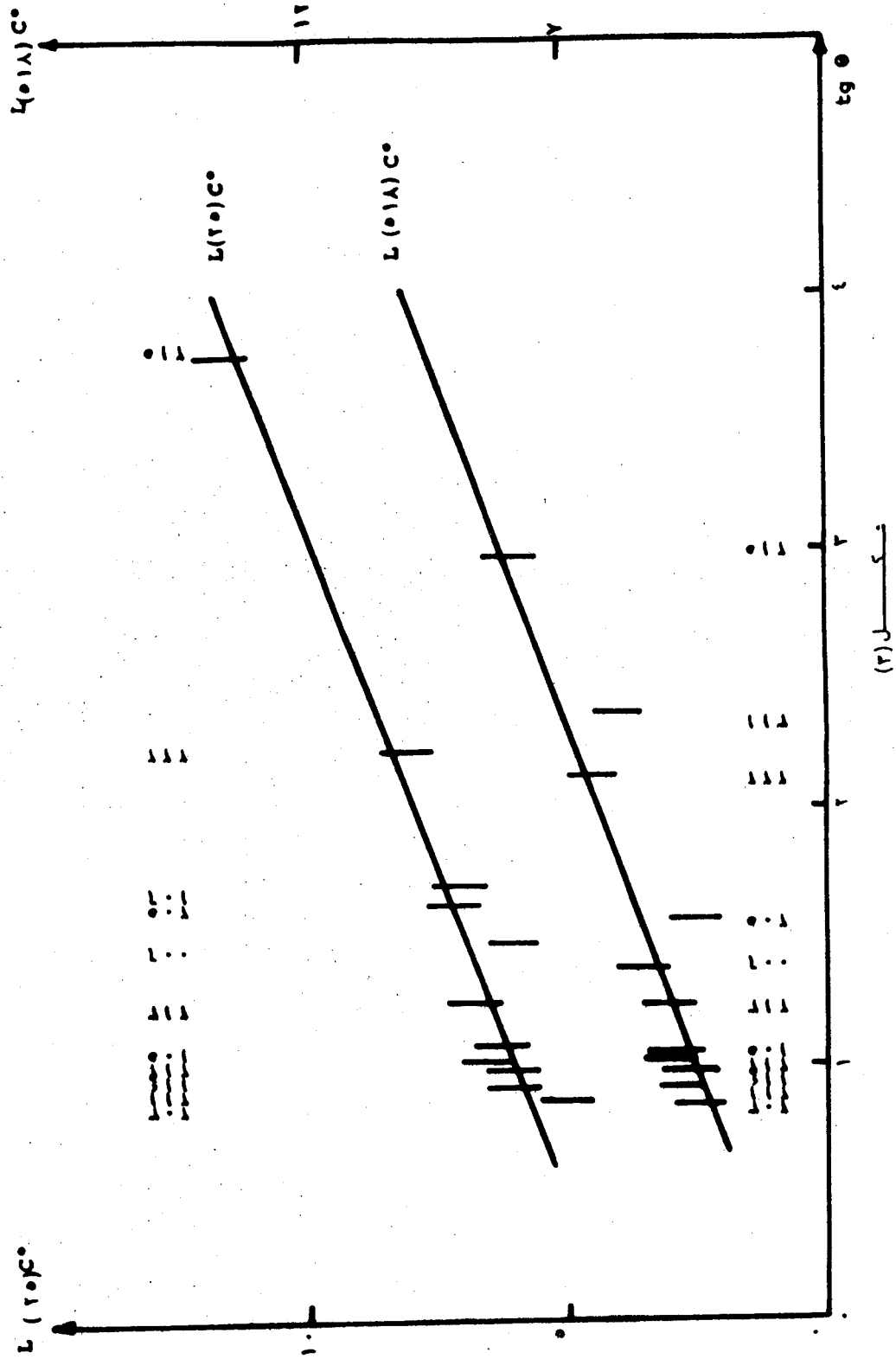
شماره کلیشه	$t(^{\circ}C)$	$a(A^{\circ})$	$\Delta a(A^{\circ})$ $\times 10^4$	$C(A^{\circ})$	$\Delta C(A^{\circ})$ $\times 10^4$	$(\frac{C}{a})$	$\Delta(\frac{C}{a}) \times 10^4$
۷۶۶	۲۵	۳/۵۵۷۸۲	۱/۳۵	۵/۵۸۵۷۱	۴/۲	۱/۵۷۰۰	۲
۷۷۱	۱۱۶	۳/۵۶۰۳۲	۳/۳	۵/۵۹۸۲۰	۲/۴	۱/۵۷۲۴	۲
۷۶۸	۲۸۸	۳/۵۶۳۷۳	۱/۳	۵/۶۱۶۲۰	۱/۶	۱/۵۷۶۵	۳
۷۶۹	۴۳۳	۳/۵۶۶۸۷	۲/۵	۵/۶۳۴۱۳	۳/۳	۱/۵۷۹۸	۲
۷۶۷	۵۱۸	۳/۵۶۹۱۸	۰/۹	۵/۶۴۳۸۵	۱/۳	۱/۵۸۲۲	۱
۷۷۲	۵۸۶	۳/۵۷۳۰۲	۱/۹	۵/۶۵۰۰۸	۲/۷	۱/۵۸۳۱	۱

جدول ۲ - تغییرات پارامترهای شبکه بلوری اریبوم (Er) بر حسب درجه حرارت





شکل (۲)



شکل (۳)