

## بررسی اتساع غیرعادی خطوط D.S در فلزات خاکی نادر با استفاده از تفرق اشعه ایکس

از: ناصر متینی ری

استاد پار تمام وقت دانشکده فنی، دانشگاه تهران

در فاصله بین  $200^{\circ}$  تا  $100^{\circ}$ ، درجه سانتیگراد "سختی" پیوند های دانه ای حفظ شده در حالی که پیچ خوردگی شبکه بلوری فراهم می گردد.

### روشهای بررسی

برای بررسی این فرضیه به علت در اختیار نداشتن تک بلور، دو روش زیر را در پیش داشتیم:  
الف - استفاده از روش پودر که در این صورت لازم است درشتی دانه های بلوری کمتر از ۵ میکرون باشد.  
ب - استفاده یک نمونه فلزی به صورت قطعات نازک که با باز پخت در حرارت بیش از  $1100^{\circ}$  درجه سانتیگراد، ناهنجاری های بلوری آن حتی الامکان از بین رفته و پیوند های دانه ای آن به کمترین مقدار خود رسیده باشد.  
در این بررسی بخاطر آلوده شدن نمونه هادر روش الف و همچنین مشکل بودن انتقال مواد ترجیح داده شده از هردو روش استفاده شود تا به کلیشه های تهیه شده با دیده شک و تردید نگریم و محاسبه پارامترها و رسم منحنی های ( $t$ )<sup>a</sup>،  $c(t)$ ،  $c(t)$  نیز در حد خود دقیق و قابل قبول باشد.

### چکیده:

آزمایش های انجام شده توسط تفرق اشعه ایکس مربوط به فلز اربیوم (Er) از خانواده فلزات خاکی نادر با ساختمان بلوری هگزاگونال است. هدف این بررسی بدست آوردن اطلاعات کافی از اتساع غیرعادی خطوط D.S فلزات خاکی نادر است که انساط حرارتی آنها کاملاً "غیرایزوتروپ" می باشد. آنچه مسلم است با کاهش درجه حرارت، حتی هنگامی که به درجه حرارت محیط می رسیم، پهنه ای خطوط تفرق اشعه ایکس برای سه فلز آخرين از خانواده فلزات خاکی نادر (Er، Lu، Tm) (افزایش پیدامی کند، در صورتی که برای سایر فلزات این سری، پهنه ای خطوط تفرق اشعه ایکس در محدوده درجات حرارت  $25^{\circ}C$  تا  $800^{\circ}C$  عملی ثابت می ماند، چنانکه گفته شد Er و Tm و Lu تسبیعاً عناصر سه ظرفیتی از خانواده فلزات خاکی نادر هستند که دارای انساط حرارتی غیرایزوتروپ زیاد می باشند ( $\frac{0.11}{0.1}$ )، و این امر موجب شده است تا به جستجوی منشاء این اتساع غیرطبیعی و فشارهای موجود بین دانه های بپردازیم، که بر حسب نوع فلز، به ازاء تغییر درجه حرارت حتی کمتر از یک درجه سانتیگراد

گرفته است. ترموموپل نمی‌تواند با نمونه در تماس مستقیم باشد. لذا برای اندازه‌گیری درجه حرارت نمونه، از منحنی عیارسنجی، بابه‌کارگیری نمونه‌های 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 به‌شکل حرف S، تغییر می‌کند، که مقدار آن در حوالی  $360^{\circ}\text{C}$  معادل صفر بوده و بعد از ( $550^{\circ}\text{C}$ ) این خطابه‌شکل ثابت باقی می‌ماند.

### ۳- اندازه‌گیری زوایای تفرق اشعه ایکس

با استفاده از یک خطکش  $1/0$  میلیمتری و عمل بزرگ نهایی، فاصله خطوط تفرق اشعه ایکس را در روی فیلم در شرایط عادی بادقت متوسط  $0.5$  میلیمتر با نشانه رفتن به مرکز پهنای خط مربوط به خط  $\alpha_{\text{cu}}^1$  اندازه‌گیری می‌کنیم. در این اندازه‌گیری از عوامل و پذیده‌های زیر که در تعیین دقیق زوایای تفرق تاثیر دارد، در مقابل خطای قرائت، با تصحیح‌های لازم می‌توان صرفنظر کرد:

- الف - تقریب‌های قانون برآک.
- ب - نچسبیدن فیلم بطوریکنواخت به‌حمل کننده فیلم به‌علت محکم نبودن قفل محفظه D.S و حمل کننده فیلم.
- ج - افزایش طول فیلم بهنگام ظاهر کردن.

### ۴- تعیین هویت خطوط تفرق

تمام خطوط مربوط به سیستم‌های هگزاگونال برای فلزات خاکی نادر تازدیکی  $20^{\circ}\text{C}$  بدکمک آبا "یون" Bunn، شخص می‌شود و بعد از آن، جهت شناخت و ضعیت خطوط در زوایای بیش از  $70^{\circ}$  از کامپیوتر کمک می‌گیریم. در جدول اندیس‌های میلر صفحات انعکاس اربیوم آمده است. جا داردیاد آورشوم و وقتی  $\frac{c}{a}$  با درجه حرارت کم می‌شود و مقدار آن از  $\frac{5}{2}$  به  $1/58114$  می‌رسد ترتیب خطوط برای سه‌جفت خط  $106$ ،  $214$ ،  $116$ ،  $304$  و  $107$ ،  $313$  جایجا می‌گردد.

### ۱- تهیه نمونه

تمام نمونه‌ها خواه به صورت پودر و خواه به صورت قطعه‌های نازک از ورق ارسی و م (ER) با درجه خلوص بیش از  $99.6\%$  درصد تهیه شد و در داخل لوله‌های مویی از جنس کوارتز به قطر  $7/0$  میلیمتر قرار داده شد. هوای داخل لوله‌های مویی را در  $550^{\circ}\text{C}$  تا فشار  $6 \times 10^{-5}$  تور تخلیه و دهانه آن را با ذوب کردن جداره لوله مویی به ضخامت  $0.5$  میلیمتر سدود 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 (اطاق) D.S با درجه حرارت بالا که در این بررسی مورد استفاده قرار گرفته از نوع  $520^{\circ}\text{C}$  Unicam بوده مجهز به یک حمل کننده فیلم حلقوی به قطر  $19$  سانتی‌متر می‌باشد و تا  $1100^{\circ}\text{C}$  گرم می‌شود. نمونه تهیه شده روی صفحه گونیومتر بکمک سیمان ثابت و مستقر شده و بوسیله پیچهای میکرومتری دوربین قراول با محور محفظه هم محور می‌گردد. محفظه D.S که می‌توان درون آن را از هوا تخلیه نمود، کوره حرارتی را احاطه نموده و دارای پنجره‌افقي استوانه‌شکلی است که بوسیله ورق کاپتون K (پلیمر) به ضخامت  $25$  میکرون و شفاف در مقابل اشعه ایکس پوشانده می‌شود. فیلم مورد استفاده جهت کنترل جابجایی حمل کننده فیلم، و شرایط گستریش یکنواخت، از نوع دو رویه یا دو طرف حساس انتخاب شده و افزایش نسبی آن برای قسمت به کارفته در حدود  $3-15$  می‌باشد. در این روش مطالعه با افزایش مدت زمان عکس برداری در حد قابل قبول (از  $2$  ساعت تا  $3$  ساعت) و استفاده از قدرت متوسط  $1/2$  کیلووات (در شرایط استاندارد) می‌توان کلیشهای 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  $30^{\circ}$  با زمینه خیلی روشن و واضح، از هم جدا شده باشد. از آنجایی که نمونه در داخل لوله مویی از کوارتز در مرکز دوکوپل نیم کره‌ای حاوی مقاومت‌های حرارتی کوره قرار

hk1	hk1	hk1	hk1
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 اربیوم

دوم را، که کلیشه‌های آن مربوط به نمونه‌های فلزی بازپخت در بالای  $1100^{\circ}\text{C}$  باشد، ارائه نموده و مورد بررسی قرار می‌دهیم:

#### الف - تغییرات پارامترهای شبکه‌ای دراثر حرارت

پارامترهای  $a$  و  $c$  و همچنین نسبت  $\frac{c}{a}$  تقریباً به طور خطی با درجه حرارت تغییر می‌کند و نتایج حاصل روی نمونه‌های فلزی با بازپخت در بالای  $1100^{\circ}\text{C}$  از یک طرف در جدول ۲ واژطرف دیگر روی نمودار ۱ نشان داده شده است.

بطوری که ضرایب انبساط خطی برابر است با:

$$\alpha_{11} = \frac{1}{C} \cdot \frac{d(C)}{dt} = 20/2 \times 10^{-6} \quad \frac{1}{^{\circ}\text{C}}$$

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

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

#### ۵- محاسبه پارامترها

در این تجربه‌ها زاء هرزاویه‌انعکاس  $\theta$ ، که بعد از اندازه‌گیری فواصل خطوط انعکاس در روی فیلم تعیین می‌شود، با استفاده از برنامه پلی‌الان تورناری (Tournarie) و کامپیوتر ۳۶۰۰-IBM مرکز تحقیقات ساکلی (فرانسه) و تصحیح احتمال بوسیله روش بازگشت غیرخطی، کلیه پارامترهای شبکه‌ای خطوط موجود در زاویه بزرگتر از  $35^{\circ}$  با توجه به روابط

$$2d_{\text{hk}1} \sin \theta_{\text{hk}1} = K\lambda$$

$$d_{\text{hk}1} = \sqrt{\frac{a}{4/3(h^2 + h\bar{h} + \bar{h}^2) + a^2/c^2 \sin^2 \theta_{\text{hk}1}}}$$

و با به کار بردن رابطه برون یابی (روش امتداد منحنی) و بادر نظر گرفتن نصف مجموع اصلاحیه "بردلی - جی" "Brdiey-Joy" و نلسون - رایلی "Nelson-Riley" محاسبه شده است.

#### ۶- نتایج و جمع‌بندی

از آنجایی که انتقال نمونه به صورت پودر مشکل بوده کلیشه تهیه شده نیز مشکوک به نظر می‌رسد، تنها نتایج سری

## ب - بررسی پهنهای خطوط

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

تفعییرات پهنهای خط بر حسب  $\frac{1}{\cos \theta}$  (که مشابه تغییرات  $\frac{\alpha_1^{cu}}{\alpha_2^{cu}}$  برای آنها کاملاً حل شده است) برای دو کلیشه از  $25^{\circ}C$  تا  $518^{\circ}C$  برای زوایای براگ بزرگ‌تر از  $40^{\circ}$  روی نمودار ۳ نشان داده شده‌اند. چنان‌که ملاحظه می‌شود، شبی‌این خطوط خیلی بهم نزدیک بوده و این عدم تغییر شیب با توجه به رابطه  $d = \frac{\lambda}{L' \cos \theta}$  (۱) طبق انتظار مأکویای این واقعیت است که اندازه دانه‌ها در فاصله  $25^{\circ}C$  تا  $518^{\circ}C$  تغییر نمی‌کند که خود نشان دهنده صحت نتایج بدست آمده است.

پهنهای سه خط  $213^{\circ}$ ،  $205^{\circ}$  و  $205^{\circ}$  با ارتفاع متوسط  $L'$  بر حسب درجه حرارت در نمودار ۲ نشان داده شده است. این سه خط باین دلیل انتخاب شده است که از یک‌طرف انعکاس برای آنها یک‌نواخت بوده و از طرف دیگر مسئله خطوط دوتاگی تغییرات حرارتی  $L'$  با توجه به نمودار ۲ بعد از  $120^{\circ}C$  عمل "معادل صفر بوده ولی قبل از آن پهنهای خطوط با اتساع مشخص و معنی دار روبرو 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 (تفعییرات پهنا) خطوط ایجاد نمی‌کند، همچنین تجربه نشان می‌دهد که هر قدر در اثر باز پخت نمونه‌های

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

$\frac{\Delta a}{a} \times 10^4$	$(\frac{c}{a})$	$\Delta C(A^\circ) \times 10^4$	$C(A^\circ)$	$\Delta a(A^\circ) \times 10^4$	$a(A^\circ)$	$t(^{\circ}C)$	شماره کلیشه
۲	۱/۵۷۰۰	۴/۲	۵/۵۸۵۱	۱/۳۵	۳/۵۵۷۸۲	۲۵	۷۶۶
۲	۱/۵۷۲۴	۲/۴	۵/۵۹۸۲۰	۳/۳	۳/۵۶۰۳۲	۱۱۶	۷۷۱
۲	۱/۵۷۶۵	۱/۶	۵/۶۱۶۲۰	۱/۳	۳/۵۶۳۷۳	۲۸۸	۷۶۸
۲	۱/۵۷۹۸	۲/۳	۵/۶۳۴۱۳	۲/۵	۳/۵۶۶۸۷	۴۲۳	۷۶۹
۱	۱/۵۸۲۲	۱/۲	۵/۶۴۳۸۵	۰/۹	۳/۵۶۹۱۸	۵۱۸	۷۶۷
۱	۱/۵۸۳۱	۲/۷	۵/۶۵۰۰۸	۱/۹	۳/۵۷۳۰۲	۵۸۶	۷۷۲

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





