

РАСШИФРОВКА ДИФРАКЦИОННЫХ КАРТИН СЛОЖНЫХ КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ СТРУКТУР С ПРИМЕНЕНИЕМ 3D-МОДЕЛИ ОБРАТНОГО ПРОСТРАНСТВА КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ РЕШЕТОК**Д.В. Зайцев**

Всероссийский институт авиационных материалов,
Москва, Российская Федерация
e-mail: admin@viam.ru; den65536@mail.ru

При дифракционных исследованиях многофазных сплавов возникает необходимость расшифровки картин дифракции, содержащих множество фазовых рефлексов, сформированных кристаллографически эквивалентно ориентированными в матрице выделениями фаз. Подобные задачи позволяет решать построение в трехмерном пространстве модели узлов обратной решетки матрицы и фазы с учетом всех кристаллографически эквивалентных ориентаций фазы в матрице. Центральное сечение такой модели соответствует электронограмме, получаемой в просвечивающем электронном микроскопе. При соответствующих поворотах модели в обратном пространстве можно получить любую ось зоны в сечении. Возможность управления отображением в модели любых кристаллографически эквивалентных вариантов ориентаций фазы в матрице позволяет разделить рефлексы различных фаз и их кристаллографически эквивалентные ориентации на любых осях зон.

Ключевые слова: дифракционная картина, кристаллографически эквивалентная ориентация, построение Эвальда.

DECRYPTION OF DIFFRACTION PATTERNS WITH COMPLEX CRYSTAL STRUCTURES USING 3D-MODEL OF THE RECIPROCAL SPACE OF CRYSTAL LATTICES**D.V. Zaytsev**

All-Russian Institute of Aviation Materials, Moscow, Russian Federation
e-mail: admin@viam.ru; den65536@mail.ru

When doing diffraction studies of multiphase alloys, it is necessary to decrypt the diffraction patterns comprising a great number of phase reflexes formed by crystallographic equivalently oriented in the matrix phase separation. Similar problems can be solved by constructing a three-dimensional space model of reciprocal lattice points of the matrix and phase, taking into account all crystallographic equivalent phase orientations in the matrix. The central section of such a model corresponds to the electron-diffraction pattern, received in a transmission electron microscope. It is possible to obtain any zone axis in the section if the model is properly rotated in the reciprocal space. The ability to control the reflection of crystallographic equivalent phase orientations in the model makes it possible to split the reflexes of the various phases and their crystallographic equivalent orientation in any zone axes.

Keywords: diffraction pattern, crystallographic equivalent orientation, Ewald construction.

Введение. Условия использования авиационной и космической техники определяют жесткие требования к материалам. Они должны обеспечить прочность конструкции при воздействии значительных силовых нагрузок, повышенной и пониженной (до -253°C)

температуры, коррозионно-активных сред, корпускулярных, электромагнитных, рентгеновских излучений и др., обладая при этом минимальным удельным весом [1, 2]. Один из способов повышения весовой эффективности — уменьшение плотности алюминиевых сплавов, реализующийся в результате создания сплавов, легированных литием. Все промышленные сплавы системы Al–Li характеризуются высокой объемной долей упрочняющих фаз и сложностью фазовых превращений при старении, что влияет на уровень прочностных свойств, коррозионной стойкости, пластичности и вязкости разрушения. Основная задача разрабатываемых режимов старения высоколегированных сплавов Al–Li — обеспечение оптимального сочетания прочности, пластичности, вязкости разрушения и коррозионной стойкости [2–6]. Сочетание перечисленных свойств на заданном уровне обеспечивает сложный фазовый состав, что приводит к затруднениям при исследовании структуры материала с применением дифракционных методов. Моделирование дифракции на кристаллических структурах позволяет систематизировать полученные экспериментальным путем данные и обеспечивает более точную интерпретацию результатов исследований сложных многофазных систем.

Методика и материалы. Объектом для отработки представленной методики являлся сплав 1441 системы Al–Cu–Mg–Li, состаренный на максимум прочности. Для электронно-микроскопических исследований применялся просвечивающий микроскоп JEOL JEM 200CX, оснащенный цифровой камерой и пакетом программ для обработки электронных изображений. Изображения фаз и электронограмм получали с применением стандартных дифракционных методик. Модель обратного пространства кристаллических решеток получена путем программирования дифракционных максимумов в трехмерном пространстве с применением открытой графической библиотеки Open GL, которая содержит набор функций пространственных преобразований и вывода проекции объемного изображения на дисплей.

Моделирование и обсуждение результатов. В настоящей работе представлена методика индентирования и расшифровки сложных электронограмм, полученных от многофазных объектов с различными сочетаниями кристаллографически эквивалентных ориентаций фазовых выделений в матрице.

Сплавы системы Al–Cu–Mg–Li являются многофазными [7–9]. Электронограммы, полученные в ходе дифракционных исследований образцов сплава после старения, имеют вид суперпозиции регулярных сеток дифракционных максимумов (рефлексов) от кристаллических включений различных фаз. Наблюдаемые сетки дифракционных максимумов соответствуют брэгговским отражениям от атомных плоскостей, кристаллографически эквивалентно ориентированных в матрице

фаз. При определенных ориентировках кристалла рефлексы от различных фаз и их эквивалентных ориентаций могут совпадать на дифракционной картине или располагаться в предельной близости относительно друг друга, затрудняя расшифровку электронограммы и применение темнопольных методов исследований.

Для анализа экспериментальных электронограмм, а также определения оптимальных ориентаций кристалла, при которых можно однозначно проиндексировать рефлексы от включений, можно применить модель обратного пространства кристаллических решеток матрицы и фазовых включений. Указанная модель позволяет получать картины дифракции от отдельных кристаллографических ориентаций фаз при любых пространственных ориентациях кристалла, что методически удобно для определения наиболее подходящих осей зон для дифракционных и темнопольных исследований сложных кристаллических структур на просвечивающем электронном микроскопе.

В основе предложенной методики лежит моделирование обратного пространства кристаллических решеток матрицы и включений. При проведении дифракционных исследований и индексирования сложной кристаллической структуры кристаллографическая привязка осуществляется к матричным рефлексам. Кристаллическая решетка алюминиевого сплава 1441 является гранецентрированной кубической (ГЦК). При моделировании обратной ГЦК-решетки в виртуальном пространстве был создан массив индексированных рефлексов примитивной кубической решетки. Для ГЦК-кристалла с учетом структурного фактора каждый узел обратного пространства должен удовлетворять следующему условию: все индексы узла hkl должны быть четными, либо нечетными. В рассматриваемом случае математически удобно выполнять проверку всех сумм $h + k$, $k + l$ и $h + l$ на четность. В случае невыполнения данного условия узел исключается из массива обратной решетки.

Для получения модели картины дифракции удобно использовать построение Эвальда [10]. Тогда модель электронограммы при заданной ориентировке кристалла представляет собой решетку в обратном пространстве. Узлы решетки, для которых выполняется условие брэгговского отражения, лежат на пересечении со сферой радиусом $1/\lambda$. При наклоне кристалла относительно пучка электронов узлы обратной решетки отклоняются на такой же угол вокруг центрального узла, который всегда лежит на сфере отражения.

Если принять размеры узлов решетки за точечные, то для каждого узла условие брэгговского отражения будет нарушаться при малейшем отклонении от точной оси зоны, что не согласуется с практическими

результатами. В действительности узлы обратной решетки не являются точечными. Форма и распределение интенсивности узла зависит от формы кристалла (фактор формы) [10, 11]. Вследствие того, что узлы обратной решетки вытянуты вдоль нормального направления плоскости фольги и, следовательно, пересекают сферу отражения в интервале углов, существует диапазон отражающих положений для каждого узла. Для упрощения модели дифракции анизотропия формы узлов была скомпенсирована “толщиной” сечения обратного пространства, а с учетом длины волны электронов и, следовательно, достаточно большого радиуса сферы отражения относительно параметров кристаллической решетки, кривизной сферы также можно пренебречь и использовать плоское сечение обратного пространства. Границы диапазона отражающих положений подбирались экспериментально с учетом близлежащих к точному отражающему положению узлов обратной решетки. Модель ГЦК-решетки в обратном пространстве и сечение $[011]$ приведены на рис. 1.

Моделирование обратной решетки фазовых включений выполнялось с учетом известных ориентационных соотношений фазы и матрицы. При этом учитывались все возможные кристаллографически эквивалентные ориентации включений. Алгоритм поиска кристаллографически эквивалентных ориентаций основан на поочередной перестановке индексов всех направлений ориентационного соотношения с проверкой полученных векторов на компланарность. Полученные ориентации не должны повторяться. Описанный алгоритм возвращает все возможные кристаллографически эквивалентные ориентации для заданного типа ориентации фазы в матричной решетке. Например, для S' -фазы [12, 13] с ориентационным соотношением $[100]_S \parallel [100]_\alpha$, $[010]_S \parallel [012]_\alpha$, $[001]_S \parallel [0\bar{2}1]_\alpha$ число кристаллографически эквивалентных ориентаций составляет 12. Полученные ориентации представлены в таблице. Результаты моделирования решетки S' -фазы в обратном

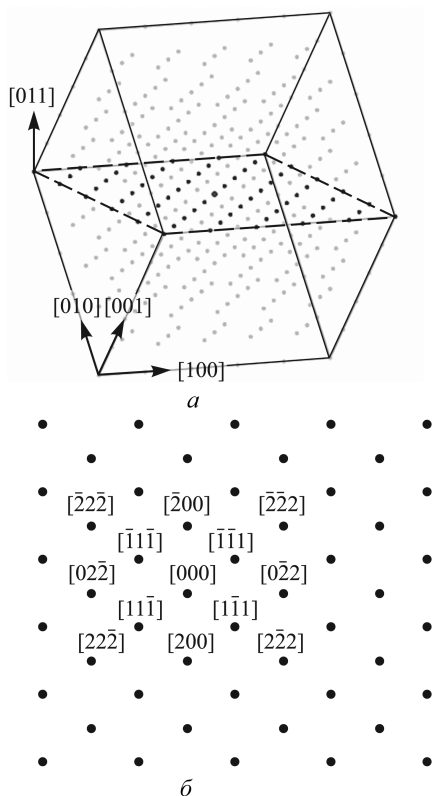
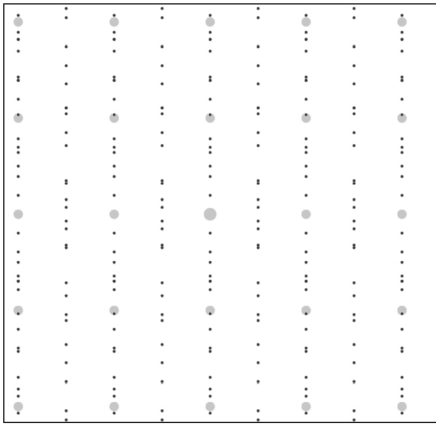


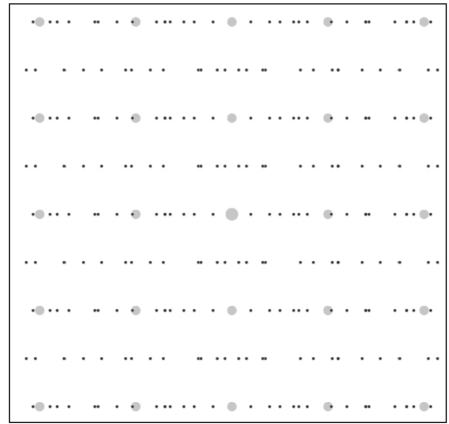
Рис. 1. Модель ГЦК-решетки в обратном пространстве (а) и сечение $[011]$ (б)

Ориентации, полученные в результате моделирования

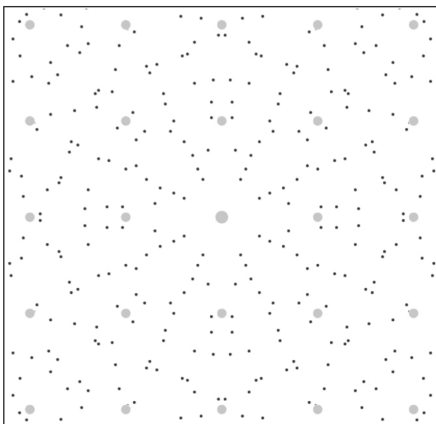
Номер ориентации	Кристаллографическое направление		
	a_S	b_S	c_S
1	[100]	[012]	[0 $\bar{2}$ 1]
2	[100]	[01 $\bar{2}$]	[021]
3	[100]	[021]	[01 $\bar{2}$]
4	[100]	[0 $\bar{2}$ 1]	[012]
5	[010]	[102]	[$\bar{2}$ 01]
6	[010]	[10 $\bar{2}$]	[201]
7	[010]	[$\bar{2}$ 01]	[10 $\bar{2}$]
8	[010]	[201]	[102]
9	[001]	[120]	[$\bar{2}$ 10]
10	[001]	[$\bar{1}$ 20]	[210]
11	[001]	[210]	[1 $\bar{2}$ 0]
12	[001]	[$\bar{2}$ 10]	[120]



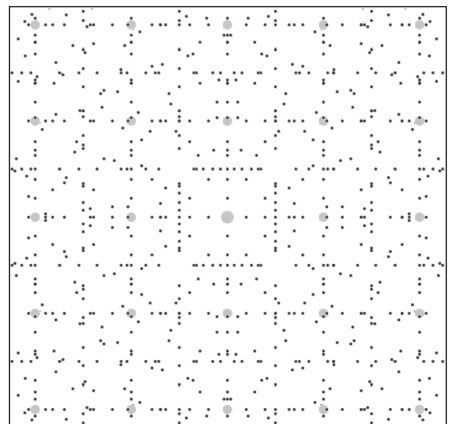
a



б



в



г

Рис. 2. Расчетные электронограммы для оси зоны [100] для ориентаций 1–4 $[100]_S \parallel [100]_\alpha$ (*a*), 5–8 $[100]_S \parallel [010]_\alpha$ (*б*), 9–12 $[100]_S \parallel [001]_\alpha$ (*в*), для всех 12 ориентаций (*г*)

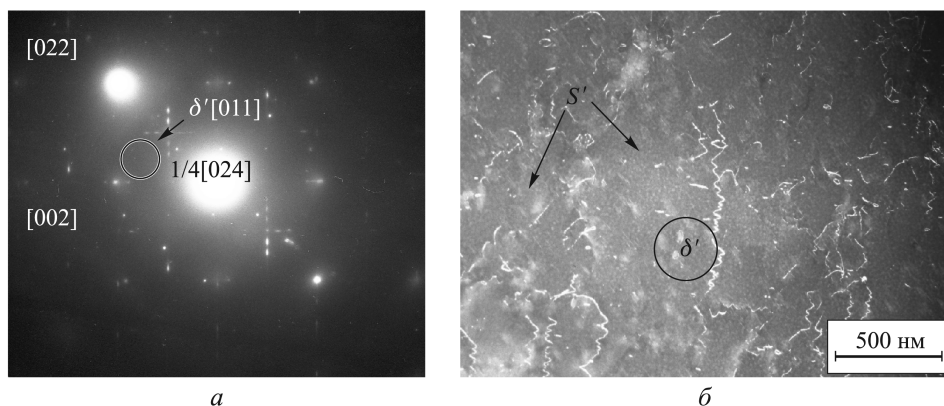


Рис. 3. Экспериментальная электронограмма, содержащая рефлексы S' -фазы (ось зоны $[100]_{\alpha}$) (а) и темнопольный снимок ($g = 1/4[024]_{\alpha}$) частиц S' -фазы (ориентации 1–4 и 9–12) на дислокациях и в объеме зерна (б) (диафрагма объективной линзы расположена вблизи сверхструктурного рефлекса δ' -фазы, частицы которой также видны на снимке)

пространстве приведены на рис. 2, а экспериментальная электронограмма для оси зоны $[100]$ — на рис. 3. Анализируя картины отдельных ориентаций фазы на модели дифракции, можно точно определить принадлежность конкретного рефлекса на экспериментальной электронограмме определенной ориентации или серии ориентаций на рассматриваемой оси зоны. Таким образом, стержни S' -фазы с ориентациями 1–8 лежат в плоскости снимка во взаимно перпендикулярных направлениях (1–4 и 5–8), а стержни с ориентациями 9–12 перпендикулярны плоскости снимка.

Выводы. Разработана математическая модель, позволяющая получать сечения обратного пространства кристаллических решеток, содержащие рефлексы матрицы и фаз с заданными ориентационными соотношениями. Моделированием обратного пространства кристаллических решеток ГЦК-матрицы и S' -фазы для сплава системы Al–Cu–Mg–Li получены схемы расположения фазовых рефлексов от выделений S' -фазы для всех возможных кристаллографически эквивалентных вариантов ориентационного соотношения с матрицей.

ЛИТЕРАТУРА

1. Алексеев А.А., Ананьев В.Н., Бер Л.Б., Капусткин Е.Я. Структура упрочняющих выделений, образующихся при высокотемпературном старении в сплавах системы Al–Cu–Mg // Физика металлов и металловедение. 1993. Т. 75. Вып. 3. С. 81–90.
2. Каблов Е.Н. Авиационное материаловедение: итоги и перспективы // Вестник РАН. 2002. Т. 72. № 1. С. 3–12.
3. Каблов Е.Н. Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года // Авиационные материалы и технологии. 2012. № 5. С. 7–17.

4. Чабина Е.Б., Алексеев А.А., Филонова Е.В., Лукина Е.А. Применение методов аналитической микроскопии и рентгеноструктурного анализа для исследования структурно-фазового состояния материалов // *Электронный научный журнал “Труды ВИАМ”*. 2013. № 5.
URL: <http://viam-works.ru/plugins/content/journal/uploads/articles/pdf/37.pdf>
5. Орлов М.Р. Стратегические направления развития Испытательного центра ФГУП “ВИАМ” // *Авиационные материалы и технологии*. 2012. № 8. С. 387–393.
6. Каблов Е.Н., Оспенникова О.Г., Вершков А.В. Редкие металлы и редкоземельные элементы — материалы современных и будущих высоких технологий // *Электронный научный журнал “Труды ВИАМ”*. 2013. № 2.
URL: <http://viam-works.ru/plugins/content/journal/uploads/articles/pdf/9.pdf>
7. Влияние термомеханической обработки на свойства и структуру сплава системы Al–Cu–Mg–Li–Zn / М.С. Оглодков, Л.Б. Хохлатова, Н.И. Колобнев, А.А. Алексеев, Е.А. Лукина // *Авиационные материалы и технологии*. 2010. № 4. С. 7–11.
8. Применение диаграмм фазовых превращений при старении для оптимизации режимов старения в Al–Li сплавах В1469, 1441 / Е.А. Лукина, А.А. Алексеев, В.В. Антипов и др. // *Металлы*. 2009. № 6. С. 60–67.
9. Kolobnev N.I., Khokhlatova L.B., Alekseev A.A., Lukina E.A., Samokhvalov S.V. An Effect of Chemical Composition and Heat Treatment on Phase Composition and Properties of Al–Cu–Li–Zn Alloy B1461 with Zr, Sc Additives // *Proc. Conf. ICAA11*. 2008. Aachen, Germany. P. 234–240.
10. *Электронная микроскопия тонких кристаллов* / П. Хирш, А. Хови, Р. Николсон, Д. Пэшли, М. Уэлан. М.: Мир, 1968. С. 98–112.
11. Тренингов И.А., Алексеев А.А., Зайцев Д.В. Строение узлов обратной решетки монокристаллического жаропрочного никелевого сплава // *Физика металлов и металловедение*. 2012. Т. 113. № 10. С. 988–997.
12. Пирсон У. Кристаллохимия и физика металлов и сплавов. М.: Мир, 1977. Ч. 1. С. 419.
13. Щеголева Т.В., Рыбалко О.Ф. Структура метастабильной S' -фазы в сплаве Al–Li–Mg // *Физика металлов и металловедение*. 1980. Т. 50. Вып. 1. С. 86–90.

REFERENCES

- [1] Alekseev A.A., Anan'ev V.N., Ber L.B., Kaputkin E.Ya. Structure of Hardening Precipitates Formed during High-Temperature Aging in Alloys of Al–Cu–Mg System. *Fizika metallov i metallovedenie* [The Physics of Metals and Metallography], 1993, vol. 75, iss. 3, pp. 81–90 (in Russ.).
- [2] Kablov E.N. Science of Aeronautical Materials: Results and Prospects. *Vestnik RAN* [Herald of the Russian Academy of Sciences], 2002, vol. 72, no. 1, pp. 3–12 (in Russ.).
- [3] Kablov E.N. Strategical Areas of Developing Materials and Their Processing Technologies for the Period up to 2030. *Aviatsionnye materialy i tekhnologii* [Aviation Materials and Technologies], 2012, no. 8, pp. 7–17 (in Russ.).
- [4] Chabina E.B., Alekseev A.A., Filonova E.V., Lukina E.A. The Use of Methods of Analytical Microscopy and X-Ray Diffraction Analysis for the Study of the Structural Phase State Materials. *Trudy VIAM* [Electronic scientific journal Proceedings of VIAM], 2013, no. 5. Available at:
<http://viam-works.ru/plugins/content/journal/uploads/articles/pdf/37.pdf>
- [5] Orlov M.R. Strategical Development Tendencies of VIAM FSUE Testing Center. *Aviatsionnye materialy i tekhnologii* [Aviation Materials and Technologies], 2012, no. 8, pp. 387–393.

- [6] Kablov E.N., Ospennikova O.G., Vershkov A.V. Rare metals and rare-earth elements – materials for modern and future high technologies. *Trudy VIAM* [Electronic scientific journal Proceedings of VIAM], 2013, no. 2. Available at: <http://viam-works.ru/plugins/content/journal/uploads/articles/pdf/9.pdf>
- [7] Oglokov M.S., Khokhlatova L.B., Kolobnev N.I., Alekseev A.A., Lukina E.A. Effect of the thermomechanical treatment on Al (Al–Cu–Mg–Li–Zn) alloy properties and structure. *Aviatsionnye materialy i tekhnologii* [Aviation Materials and Technologies], 2010, no. 4, pp. 7–11 (in Russ.).
- [8] Lukina E.A., Alekseev A.A., Antipov V.V. et al. Application of the diagrams of phase transformations during aging for optimizing the aging conditions for V1469 and 1441 Al–Li alloys. *Russian Metallurgy* [Metally], 2009, iss. 6, pp. 505–511.
- [9] Kolobnev N.I., Khokhlatova L.B., Alekseev A.A., Lukina E.A., Samokhvalov S.V. An Effect of Chemical Composition and Heat Treatment on Phase Composition and Properties of Al–Cu–Li–Zn Alloy B1461 with Zr, Sc Additives. *Proc. Conf. ICAAI1*, 2008. Aachen, Germany, pp. 234–240.
- [10] Hirsch P.B., Howie A., Nicholson R.B., Pashley D.W., Whelan M.J. *Electron Microscopy of Thin Crystals*. London, Butterworths, 1965. 549 p.
- [11] Treninkov I.A., Alekseev A.A., Zaytsev D.V. Structure of reciprocal lattice sites of a single-crystal Ni-based superalloy. *The Physics of Metals and Metallography*, 2012, vol. 113, no. 10, pp. 938–946.
- [12] Pearson W.B. *The crystal chemistry and physics of metals and alloys*. N.Y.–London–Sydney–Toronto, Wiley-Interscience, John Wiley & Sons, 1972. 806 p.
- [13] Shchegoleva T.V., Rybalko O.F. Structure of Metastable S' -Phase in the Al–Li–Mg Alloy. *Fizika metallov i metallovedenie* [The Physics of Metals and Metallography], 1980, vol. 50, iss. 1, pp. 86–90 (in Russ.).

Статья поступила в редакцию 25.02.2014

Зайцев Денис Владимирович – ведущий инженер Всероссийского института авиационных материалов (Российская Федерация, 105005, Москва, ул. Радио, д. 17).

Zaytsev D.V. — Leading Engineer, All-Russian Institute of Aviation Materials (ul. Radio 17, Moscow, 105005 Russian Federation).

Просьба сослаться на эту статью следующим образом:

Зайцев Д.В. Расшифровка дифракционных картин сложных кристаллических структур с применением 3D-модели обратного пространства кристаллических решеток // Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана. Сер. Естественные науки. 2016. № 2. С. 34–41. DOI: 10.18698/1812-3368-2016-2-34-41

Please cite this article in English as:

Zaytsev D.V. Decryption of diffraction patterns with complex crystal structures using 3D-model of the reciprocal space of crystal lattices. *Vestn. Mosk. Gos. Tekh. Univ. im. N.E. Bauman, Estestv. Nauki* [Herald of the Bauman Moscow State Tech. Univ., Nat. Sci.], 2016, no. 2, pp. 34–41. DOI: 10.18698/1812-3368-2016-2-34-41