

Pokroky matematiky, fyziky a astronomie

František Volf

Rentgenografické studium radiačního poškození kovů

Pokroky matematiky, fyziky a astronomie, Vol. 11 (1966), No. 3, 134--156

Persistent URL: <http://dml.cz/dmlcz/138602>

Terms of use:

© Jednota českých matematiků a fyziků, 1966

Institute of Mathematics of the Academy of Sciences of the Czech Republic provides access to digitized documents strictly for personal use. Each copy of any part of this document must contain these *Terms of use*.



This paper has been digitized, optimized for electronic delivery and stamped with digital signature within the project *DML-CZ: The Czech Digital Mathematics Library* <http://project.dml.cz>

Literatura

- [1] G. BIRKHOFF: *Trans. Amer. Math. Soc.* 85 (1957), 219–227.
- [2] G. BIRKHOFF: *Proc. Nat. Acad. Sci USA* 45 (1949), 557–569.
- [3] G. BIRKHOFF, R. S. VARGA: *Rep. WAPD – 166*, 1957.
- [4] G. BIRKHOFF, R. S. VARGA: *J. Soc. Industr. Appl. Math.* 6 (1958), 354–377.
- [5] G. J. HABELLER, M. A. MARTINO: *Rep. KAPL – 1896*, 1958.
- [6] G. I. MARČUK: *Číselnyje metody rasčeta jadernych reaktorov*. Moskva 1958.
- [7] I. MAREK: *Aplikace matematiky* 8 (1963), 102–117.
- [8] I. MAREK: *Aplikace matematiky* 8 (1963), 442–470.
- [9] I. MAREK: *Aplikace matematiky* 9 (1964), 294–305.
- [10] I. MAREK: *Čs. přest. mat.* 89 (1964), 155–172.
- [11] I. MAREK: *Čs. přest. mat.* 89 (1964), 449–465.
- [12] *Proceedings of Symposia in Applied Mathematics*. Vol. XI. Nuclear Reactor Theory. Amer. Math. Soc. 1961.
- [13] L. N. USAČEV: *Teorija reaktorov*. Sborník, Moskva 1955.
- [14] R. S. VARGA, M. A. MARTINO: *Proc. of the II. Inter. Conf. on the Peaceful Uses of A. E.* P/1541, USA, 570–577.
- [15] V. S. VLADIMIROV: *Izv. Akad. Nauk SSSR ser. matem.* 21 (1957), 3–52.
- [16] V. S. VLADIMIROV: *Izv. Akad. Nauk SSSR ser. matem.* 21 (1957), 681–710.
- [17] V. S. VLADIMIROV: *Vyčísleitelnaja matematika* 3 (1958), 3–33; sborník statí MIAN.
- [18] L. A. LJUSTERNIK, V. I. SOBOLEV: *Elementy funkcionalnogo analiza*. Moskva 1951.

RENTGENOGRAFICKÉ STUDIUM RADIAČNÍHO POŠKOZENÍ KOVŮ

FRANTIŠEK VOLF, Řež

ÚVOD

Bombardování kovů rychlými částicemi vytváří bodové poruchy, z nichž mohou za vhodných podmínek vznikat též složitější útvary, např. divakance, dislokační smyčky, trojrozměrné shluky apod. Mnohé z těchto defektů se mohou zachovat, jestliže kov má dostatečně nízkou teplotu. Většina z nich má tak malé rozměry, že přímé pozorování je velmi obtížné nebo vůbec nemožné, avšak jejich studium je umožněno skutečností, že přítomnost poruch v kovech ovlivňuje řadu fyzikálních vlastností.

Na difrakci rentgenových paprsků se může radiační poškození mřížky kovu projevit následujícím způsobem:

1. Změní se Braggovy reflexní úhly, nastane posuv difrakčních čar.
2. Vznikne záření rozptýlené difúzně mimo Braggovy reflexe.

3. Sníží se intenzita Braggových reflexí.
4. Dojde k rozšíření Braggových reflexí.
5. Vznikne záření rozptýlené pod nízkými úhly.

Posuv difrakčních čar souvisí se změnou objemu kovové mřížky vlivem přítomnosti bodových poruch. Atomy blízké intersticiálnímu atomu a vakanci jsou mírně vysunuty ze svých uzlových poloh. Jsou-li přítomny intersticiální atomy, projeví se posunutí jejich sousedů do nových poloh (tzv. relaxace kolem intersticiálního atomu) zvětšením rozměrů elementární buňky mřížky; vakance naopak způsobují zmenšení.

Přítomnost poruch mřížky také zmenšuje dokonalost interference rentgenových paprsků na ni dopadajících a dává tak vznik záření rozptýlenému difúzně mimo Braggovy reflexe. Při dokonalém krystalu směřuje záření téměř výlučně do Braggových reflexí, mezi nimi se vlny rentgenových paprsků interferencí vzájemně ruší. O intenzitu, která se projeví v difrakčním obrazci kovu ve formě difúzního rozptylu, se sníží integrální intenzity Braggových reflexí.

Při velkých hustotách bodových poruch může dojít k rozšíření Braggových reflexí, které je způsobeno buď mikrodeformacemi mřížky, nebo rozpadem krystalků. Jsou-li v mřížce přítomny mikrodeformace, jsou mezirovinné vzdálenosti v různých oblastech různé, takže Braggovy reflexe kovu jsou součtem mnoha dílčích složek, jež se poněkud vzájemně liší a tím se rozšíří. Rozšíření difrakčních čar při rozpadu krystalků na velikosti menší než 10^{-4} cm, je jev analogický rozšíření čar difrakční optické mřížky při zmenšení počtu vrypů.

Jestliže v materiálu vznikají v důsledku ozáření shluky bodových poruch, může být pozorován rozptyl rentgenových paprsků při nízkých úhlech, s intenzitou nezávislou na jejich vnitřní stavbě a úměrnou čtverci rozdílu elektronových hustot shluků a okolního prostředí. Podstata jevu je analogická difrakci viditelného světla na malých neprůhledných částicích, jejímž příkladem je difúzní prsteneček kolem měsíce vyvolaný kapkami mlhy.

Všech těchto důsledků ozařování kovu lze využít ke studiu vzniklých poruch, avšak požadovaná přesnost měření je ve většině případů na hranici současných možností rentgenografie, což spolu s okolností, že materiál ozařovaný na poměrně vysoké dávky může vykazovat silnou indukovanou aktivitu a musí se s ním zacházet na dálku je příčinou skutečnosti, že je velmi málo rentgenografických prací zabývajících se tímto oborem. Ke studiu poruch způsobených ozařováním se častěji používá transmisní elektronové mikroskopie, měření elektrického odporu, vnitřního tření apod.; takto však nelze nahradit rentgenografické výsledky úplně. Tak např. elektronový mikroskop umožňuje přímé pozorování velmi malých poruch (~ 10 Å), i když poměr jejich objemu k objemu neporušeného materiálu je velmi malý, a tedy rentgenograficky je nelze zjistit. Naproti tomu, jestliže velká část atomů krystalu se zúčastní poruchy, dokonce i když individuální změny poloh atomů jsou velmi malé, defekt může být zaznamenán difrakcí rentgenových paprsků, nikoli však elektronovou mikroskopií. Rentgenografie udává statistiku změn poloh atomů v poměrně roz-

sáhlém objemu, zatímco mikroskop umožňuje pozorování jednotlivých poruch, např. dislokací. Rentgenografické studium radiačního poškození se někdy pro získání více informací koná souběžně se studiem v jiném fyzikálním oboru, kombinace rentgenografické metodiky s jinou dává v některých případech možnost získání údajů jinak těžko zjištěných. Měření změn makroskopické délky a současné rentgenografické měření změn mřížkového parametru například umožňuje stanovit relativní změnu množství elementárních buněk v tělese vlivem ozařování.

POSUV DIFRAKČNÍCH ČAR

Posuvu difrakčních čar po ozáření kovu lze využít k měření koncentrací vzniklých poruch. Analýzu výsledků měření posuvů čar je možno provést na základě elastického modelu, uvažujícího každý intersticiální atom nebo vakanci jako zdroj tlaku (pozitivního nebo negativního) vloženého do izotropního elastického prostředí, s použitím teoretických výsledků pro relaxaci sousedních atomů bodové poruchy. Tento postup může být vhodný pro kovové mřížky s vysokou symetrií, tj. pro plošně a prostorově centrovanou kubickou mřížku a pro mřížku hexagonální s nejměstnatějším uspořádáním.

Obecné řešení elastického problému podal ESHELBY [1, 2]. Některé závěry vyplývající z jeho práce jsou:

1. Elastické posunutí okolo jedné bodové poruchy umístěné v počátku souřadnic je dáno vztahem

$$(1) \quad u = c \left[\frac{1}{r^2} + \Psi(r, \vartheta, \Phi) \right],$$

kde Ψ je funkce závislá na tvaru a umístění vnější plochy tělesa a konstanta c je mírou „mohutnosti“ poruchy. V blízkosti poruchy převládá význam prvního členu. V nekonečném prostředí je $\Psi = 0$.

2. Objemová změna tělesa způsobená přítomností bodové poruchy je

$$(2) \quad \Delta V = 4\pi c \gamma, \quad \gamma = 3 \frac{1 - \sigma}{1 + \sigma},$$

σ je Poissonova konstanta.

3. Relativní objemová změna způsobená přítomností relativního množství f defektů stejnoměrně rozdělených po tělese je

$$(3) \quad \frac{\Delta V}{V} = 4\pi c \gamma \frac{f}{\Omega},$$

kde Ω je atomový objem.

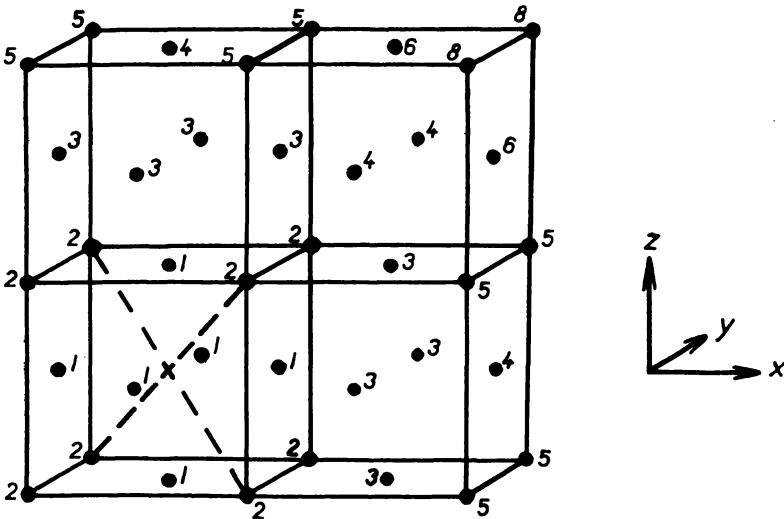
4. Objemová změna měřená rentgenograficky je stejná s objemovou změnou měřenou makroskopicky. Závislost relativní změny mřížkového parametru na relativní koncentraci poruch stejnoměrně rozdělených po tělese je

$$(4) \quad \frac{\Delta a}{a} = \frac{4\pi}{3} c\gamma \frac{f}{\Omega}$$

Výpočtům konfigurace atomů kolem bodové poruchy v kubických kovových krystalech bylo věnováno několik prací [3, 4, 5, 6, 7]. Získané výsledky se vzájemně liší, a to podle toho, jaký byl zvolen interakční potenciál pro zkoumaný krystal a jakým způsobem byl prováděn vlastní výpočet. Z tabulky č. 1 je patrna nestejnost výsledků. Jsou v ní uvedena posunutí sousedů intersticiálního atomu a vakance v jednotkách $a/2$ (a = mřížková konst.) pro měď, získaná různými autory při použití různých Born - Mayerových potenciálů

$$(5) \quad \Phi(r) = A \exp \left[-B \left(\frac{r}{r_0} - 1 \right) \right],$$

kde A , B jsou konstanty potenciálu, r_0 a r jsou vzdálenosti mezi sousedními atomy v neporušeném a porušeném krystalu. Kromě toho jsou uvedeny velikosti objemů-



Obr. 1. Okolí intersticiálního atomu (×) v kubické pl. c. mřížce.

vých změn $\Delta V = 4\pi c\gamma$ a $\Delta V^\infty = 4\pi c$ (objemová změna způsobená přítomností jedné bodové poruchy v nekonečném prostředí) v jednotkách $\Omega = a^3/4$. Znázornění okolí intersticiálního atomu v plošně centrované kubické mřížce je na obr. č. 1; pořadí

Tabulka č. 1: Numerické výsledky pro intersticiální atomy a vakance v mědi při různých Born - Mayerových potenciálech [7]

B - M potenciál	intersticiální atom								vakance			
	SM a	SM b	SM c	H c	T c	T d	SM a	SM b	SM c	T c	T d	
Posunutí												
1. soused (ϵ)	0,195	0,240	0,217	0,21	0,246	0,257	$(\epsilon\sqrt{2}) - 0,009$	-0,018	-0,029	-0,033	-0,027	
2. soused ($\beta\sqrt{3}$)	0,014	0,017	0,013		-0,022	-0,014	0,001	0,002	0,003	-0,002	-0,002	
3. soused ($\delta\sqrt{2}$)	0,039	0,060	0,046	0,073	0,071	0,078	-0,0015	-0,003	-0,005	-0,009	-0,008	
4. soused ($\lambda 3$)	0,014	0,020	0,016									
Objem. změny												
$\Delta V^\infty = 4\pi c$	0,78	1,15	0,90	2,01	1,11	1,34	-0,06	-0,12	-0,19	-0,34	-0,29	
$\Delta V = 4\pi c\gamma$	1,21	1,78	1,39	3,11	1,72	2,07	-0,09	-0,19	-0,29	-0,53	-0,45	

Výsledky uvedené v tabulce jsou získány pomocí následujících potenciálů:

- a) $A = 0,0127 \text{ eV}$ $B = 20$ c) $A = 0,053 \text{ eV}$ $B = 13,9$
 b) $A = 0,0240 \text{ eV}$ $B = 20$ d) $A = 0,032 \text{ eV}$ $B = 17$

Autoři výpočtu jsou označeni: SM – Seeger a Mann, H – Huntington, T – Tewordt.

nejbližších sousedů je na něm udáno číslicemi. Velikosti a směry posunutí při použití údajů z tabulky jsou:

1. nejbližší soused: posunutí radiální o $\epsilon a/2$,
2. nejbližší soused: posunutí radiální o $\beta\sqrt{3} a/2$,
3. nejbližší soused: posunutí ve směru $\langle 110 \rangle$ o $\delta\sqrt{2} a/2$,
4. nejbližší soused: posunutí radiální o $\lambda_3 a/2 \equiv \lambda r_4$ (viz. obr. 1),
5. a 6. soused: posunutí radiální o c/r^2 .

Relaxaci kolem bodové poruchy lze dělit na dvě oblasti:

1. neelasticky deformovaná oblast v bezprostředním sousedství poruchy;
2. elasticky deformovaná oblast rozprostírající se přes celý zbytek krystalu, ve které lze pro posunutí atomů použít přibližně vztahu $u = c/r^2$.

SEGER a MANN [7] kladou hranici mezi oběma oblastmi, mezi třetího a čtvrtého nejbližšího souseda, takže porovnáním obou vztahů pro posunutí čtvrtého sousedního atomu lze získat rovnici pro výpočet konstanty c :

$$(6) \quad \lambda r_4 = \frac{c}{r_4^2} \quad \text{nebo} \quad c = \lambda r_4^3 = \lambda \left(3 \frac{a}{2}\right)^3.$$

Podobně postupovali TUCKER a SAMPSON [8], kteří z Huntingtonových výpočtů relaxace kolem intersticiálního atomu v plošně centrované kubické mřížce obdrželi pro c hodnotu $0,15 \Omega$. Ze vztahu (4) jim pak pro relativní změnu mřížkového parametru po dosažení za c vyšlo:

$$\left(\frac{\Delta a}{a}\right)_i = 1,1f_i \quad \text{pro} \quad \sigma = 1/4.$$

$$\left(\frac{\Delta a}{a}\right)_i = 0,9f_i \quad \text{pro} \quad \sigma = 1/3.$$

Jako pracovní rovnici lze v průměru vzít

$$(7) \quad \left(\frac{\Delta a}{a}\right)_i = 1,0f_i.$$

Tedy relativní koncentrace intersticiálních atomů je podle tohoto vztahu rovna relativní hodnotě lineárního roztahení mřížky.

Pro vakance v mědi podobným způsobem získali při použití výpočtů relaxace provedených HUNTINGTONEM a SEITZEM a dále DIENSEM hodnotu $c = -0,03 \Omega$ a

$$(8) \quad \left(\frac{\Delta a}{a}\right)_v = -0,2f_v,$$

což znamená, že kontrakce mřížky vlivem přítomnosti vakance je asi pětkrát menší než dilatace způsobená intersticiálním atomem.

Na základě svých výpočtů TUCKER a SAMPSON navrhuji:

1. Pokud koncentrace vakancí není vyšší než koncentrace intersticiálních atomů, může být vliv vakancí zanedbán a měří se v podstatě jen intersticiální obsah.
2. Protože je možné měřit mřížkový parametr s relativní chybou menší než 10^{-4} , plyne z rovnice (7), že lze určovat koncentrace intersticiálních atomů až do relativní hodnoty $f_i = 10^{-4}$.
3. Odvozených vztahů lze přibližně použít pro různé kovy, protože konstanta c se příliš nemění.
4. Při žhání může dojít k tvorbě shluků bodových poruch. Tím může být ovlivněna interpretace měření, protože shlukování může dvakrát až třikrát zmenšit dilataci. Často však je možné začít s intersticiálními atomy a vakancemi rozdělenými disperzně, takže mohou být získány některé užitečné informace.

Z předcházející tabulky však vyplývá, že provedený výpočet patrně představuje horní mez, protože pro různé hodnoty c , získané z výsledků v ní uvedených, dostaneme, že

$$\left(\frac{\Delta a}{a}\right)_i \doteq 0,5f_i \text{ až } 1f_i$$

a

$$(9) \quad \left(\frac{\Delta a}{a}\right)_v \doteq 0 \text{ až } (-0,2)f_v .$$

Ve vztazích pro ocenění koncentrací bodových poruch, užitých různými autory, leží konstanta úměrnosti v uvedeném rozmezí. Tak např. ADAM a MARTIN [9] uvádějí pro prostorově centrovaný molybden jako použitelné rovnice $(\Delta a/a)_i = 0,6f_i$ a $(\Delta a/a)_v = -0,2f_v$.

Jestliže ozařováním vzniknou v materiálu za určitých podmínek pouze Frenkelovy poruchy (tedy intersticiální atomy a vakance jsou ve stejných množstvích), lze získat vztah mezi koncentrací Frenkelových poruch a změnou mřížkového parametru, dosadíme-li za konstantu úměrnosti hodnotu danou rozdílem konstant pro intersticiální atomy a vakance. To odpovídá skutečnosti, že dilatace mřížky způsobená přítomností intersticiálních atomů je částečně kompenzována kontrakcí způsobenou vakancemi.

Při nestejných koncentracích intersticiálních atomů a vakancí lze množství přebytečných defektů určovat měřením rozdílu mezi relativní změnou $\Delta a/a$ mřížkového parametru měřeného rentgenograficky a relativní změnou makroskopické délky $\Delta L/L$. Vznik rozdílu mezi $\Delta a/a$ a $\Delta L/L$ vlivem např. přítomnosti vakancí si lze představit takto:

1. Vakance vznikají odstraněním atomů z vnitřku tělesa a umístěním na povrchu.

Přitom v tělese působí síly zabraňující relaxaci kolem defektů, $\Delta a/a$ se rovná nule. Působí-li zdroje poruch izotropicky, mění se makroskopická délka v závislosti na relativním přírůstku uzlových bodů prostorové mřížky v tělese podle vztahu

$$(10) \quad \frac{\Delta N}{N} = f_v = 3 \left(\frac{\Delta L}{L} \right),$$

N je celkový počet uzlů v tělese, f_v je relativní množství vakancí.

2. Síly jsou odstraněny, nastane relaxace kolem defektů; její účinek na makroskopickou délku a změnu mřížkového parametru je stejný, $\Delta L/L = \Delta a/a = \alpha$.

Výsledným efektem z obou etap je vznik rozdílu

$$(11) \quad \left(\frac{\Delta L}{L} \right) - \left(\frac{\Delta a}{a} \right) = \frac{1}{3} f_v.$$

Podobným způsobem lze uvažovat i pro jiné typy poruch. Rozdíl mezi $\Delta L/L$ a $\Delta a/a$ měří jen relativní změnu množství uzlů v tělese $\Delta N/N$ a nerozlišuje, jaký podíl na ní mají různé možné typy poruch. Např. jsou-li přítomny divakance, tri-vakance, intersticiální atomy atd., máme místo rovnice (11) vztah

$$(12) \quad \frac{\Delta N}{N} = 3 \left(\frac{\Delta L}{L} - \frac{\Delta a}{a} \right) = (f_{1v} + 2f_{2v} + 3f_{3v} + \dots) - (f_{1i} + \dots)$$

Výhodné přitom je, že zde není třeba znát relaxaci okolo poruch.

Nejjednodušší důsledek ozařování materiálů, tvorba Frenkelových poruch, zřejmě nezpůsobuje změnu množství uzlů v tělese. Protože však aktivační energie migrace různých bodových poruch nejsou stejné, může v tělese vzniknout převaha méně pohyblivých defektů, která se může projevit vznikem rozdílu mezi $\Delta L/L$ a $\Delta a/a$, tj. přírůstkem nebo úbytkem množství uzlů v tělese.

Přímé srovnání hustot rovněž umožňuje stanovit změnu množství uzlů v tělese [10]. Rentgenografické měření objemu v elementární buňky nějakého krystalu dává ideální rentgenografickou hustotu $\varrho_0 = n_0 A / N_0 v$, která může být srovnána s makroskopicky měřenou hustotou. Ve vzorci znamená n_0 počet atomů na elementární buňku, A je atomová váha a N_0 je Avogadrovo číslo. Skutečná makroskopická hustota je $\varrho = n A / N_0 v$, kde n je nyní střední počet atomů na elementární buňku. Relativní změna množství uzlů v tělese je pak dána

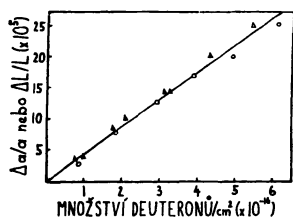
$$(13) \quad \frac{(\varrho_0 - \varrho)}{\varrho_0} = \frac{(n_0 - n)}{n_0} = \frac{\Delta N}{N}.$$

Praktické použití této metody je znesnadněno řadou potíží, z nichž nejdůležitější záleží v tom, že přímé vysoce přesné měření hustoty je možné jen v omezeném teplotním oboru. Protože posuvy difrakčních čar způsobené ozařováním kovů jsou velmi

malé, musí být přesnost rentgenografických měření co nejvyšší (až 10^{-5}). Při měření relativní změny množství uzlů v tělese musí tedy být i makroskopická veličina (délka, hustota) měřena se stejnou přesností.

Příkladem experimentálního určování koncentrace bodových poruch je práce SIMMONSE a BALLUFFIHO [11] na mědi ozářené při 10°K deuterony urychlenými v cyklotronu na energii 7 MeV. Výsledky měření změn mřížkového parametru jako funkce ozařování jsou na obr. č. 2. Ze spádu přímé čáry vedené experimentálními body Simons a Balluffi stanovili, že na dávku 1 deuteron/cm² připadá relativní změna mřížkového parametru $\Delta a/a = (4,1 \pm 0,2) \cdot 10^{-21}$. Za předpokladu, že poruchy vyvolané ozařováním jsou Frenkelovy poruchy, dospěli autoři při použití vztahu $\Delta a/a = (0,3 - 0,8) f_{\text{Fr.p.}}$ k hodnotě $f_{\text{Fr.p.}} = (5 - 13) \cdot 10^{-21}$ na deuteron/cm². Zjištěná hodnota se poněkud liší od hodnoty předpovídané jednoduchou teorií radiačního poškození ($5,8 \cdot 10^{-20}$ na deuteron/cm²), založenou na výpočtu množství primárně vyraže-

ných atomů dopadající částic, při prahové energii vyražení $E_d = 25$ eV, která dává ocenění více méně kvalitativní.



Obr. 2. Vzrůst délky a mřížkového parametru mědi v důsledku deuteronového ozáření při 10°K

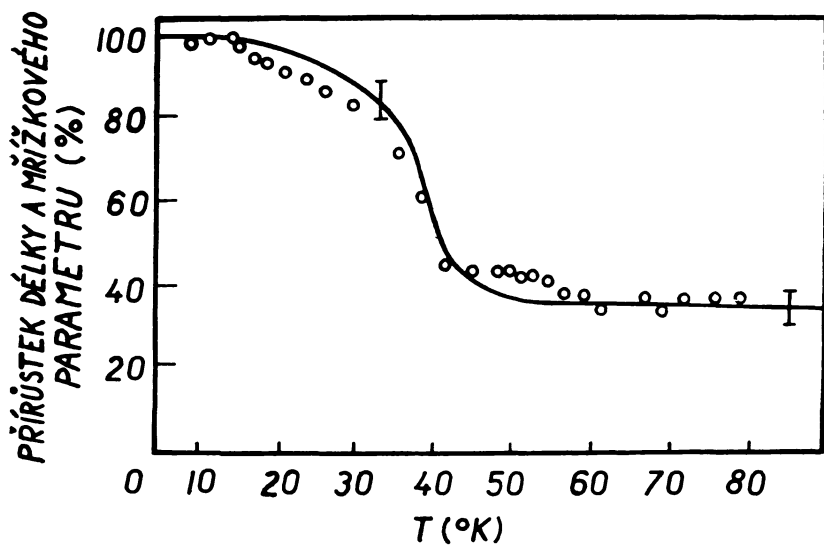
○ mřížkový parametr.
△ délka.

Kromě toho byla v téže práci měřena křivka tepelného zotavení mřížkového parametru pro teploty do 90°K . Měření byla korigována na tepelnou roztažnost a celková chyba každého jednotlivého měření změn rozměrů mřížky byla odhadnuta na $1 \cdot 10^{-5}$. Měření ukázala, že v úzkém oboru teplot $15 - 42^\circ\text{K}$ se vyžihalo asi 55 % zbytkové expanze mřížky. Přesnost měření (i když na mezi možností rentgenografických metod) nebyla dostačující pro získání správného průběhu žihací křivky, jak jej lze získat některými citlivějšími metodami.

Srovnání tepelného zotavení změn mřížkového parametru a makroskopické délky pro měď ozářenou deuterony při 10°K uvádějí SIMMONS a BALLUFFI v [10, 12]. Z pozorování, že $\Delta L/L = \Delta a/a$ (obr. č. 3) v průběhu prvního stavu žihacího procesu, usuzují, že výsledek žihání je zde pravděpodobně anihilace intersticiálních atomů a vakancí.

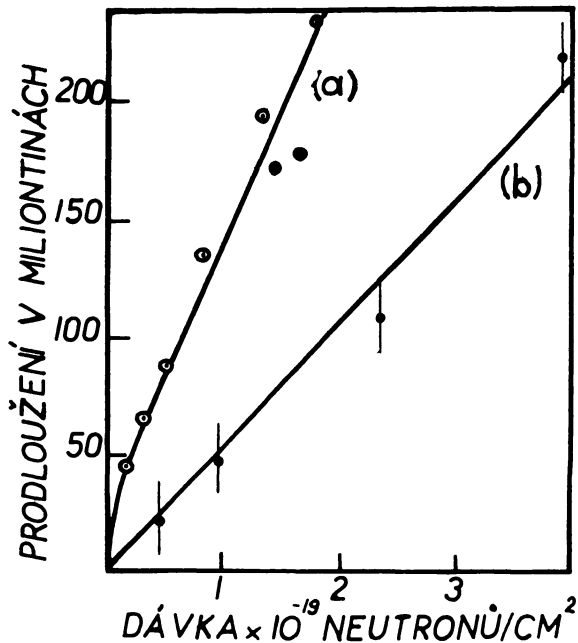
ADAM a MARTIN [9] měřili změny mřížkového parametru a makroskopické délky na molybdenu ozařovaném neutrony při 30°C . Z obr. č. 4, znázorňujícího výsledky jejich měření je patrné, že $\Delta L/L$ je dvakrát větší než $\Delta a/a$. To odpovídá obsazení dalších uzlů mřížky a skutečnosti, že intersticiální atomy mají nižší aktivační energii migrace než vakance. Vzrůst rozměrů elementární buňky při ozařování autoři vysvětlují přítomností intersticiálních atomů zachycených na atomech nečistot nebo shromážděných ve shlucích.

Změny mřížkového parametru na molybdenu ozařovaném neutrony při 35°C



Obr. 3. Srovnání tepelného zotavení změn mřížkového parametru a délky v žhacím stavu I pro deuterony ozářenou měď. $\Delta N/N = 0$.

○ mřížkový parametr, I délka.



Obr. 4. Závislost vzrůstu $\Delta L/L$ (a) a $\Delta a/a$ (b) na neutronové dávce pro molybden.

měřili také GRAY a CUMMINGS [13]. Průběh změn mřížkového parametru při ozařování měřili i pro větší dávky a zjistili, že vzrůstá zpočátku téměř lineárně s dávkou (podobně jako v [9]), při větších dávkách se křivka závislosti zahýbá a dosahuje maxima při dávce $5 \cdot 10^{19}$ rychlých n/cm^2 . Dále se pak parametr s rostoucí dávkou zmenšuje (obr. č. 8).

K vysvětlení výsledků měření GRAY a CUMMINGS předpokládají:

1. Intersticiální atomy jsou pohyblivé při teplotě ozařování.
2. V počátečních stavech ozařování ($< 10^{19} n/cm^2$) převládající reakce zotavení intersticiálních atomů jsou anihilace s vakancemi a záchyt na atomech nečistot.
3. Při středních a vysokých dávkách ($> 10^{19} n/cm^2$) převládá tvoření a růst intersticiálních shluků.

Metoda měření množství přebytečných defektů pomocí rentgenografické a makroskopické hustoty pravděpodobně dosud úspěšně nebyla použita pro studium vlivu záření na kovy.*)

DIFÚZNĚ ROZPTÝLENÉ ZÁŘENÍ A SNÍŽENÍ INTENZITY DIFRAKČNÍCH ČAR

Vysunutí atomů z jejich ideálních poloh v důsledku radiačního poškození mohou být popsána pomocí Fourierovy řady vln s různými vlnovými vektory \mathbf{k} a amplitudami $A_{\mathbf{k}}$. Atom umístěný v uzlu s polohou danou vektorem \mathbf{x} je působením jedné vlny s vlnovou délkou $1/k$ posunut o vektor $A_{\mathbf{k}} \cos 2\pi \mathbf{k}\mathbf{x}$. Přítomnost takové vlny s normálou \mathbf{k} vlnoploše rovnoběžnou s osou x v mřížce krystalu se projeví v difrakčním obrazci rentgenových paprsků vznikem dvou satelitních reflexí na každé straně hlavní reflexe. Satelity leží na ose x^* reciprokého prostoru procházející hlavní reflexí a jsou od ní vzdáleny o $\pm k$ (obr. č. 5). Jejich intenzity jsou úměrné $A_{\mathbf{k}}^2$. Výsledný účinek od všech vln s různými \mathbf{k} je vznik trojrozměrné oblasti difúzního rozptylu kolem každého bodu reciproké mřížky.

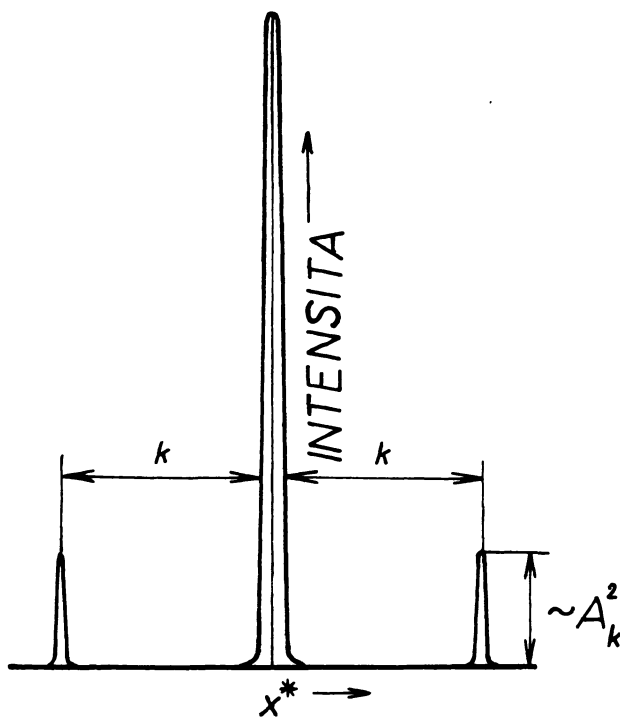
Kromě difúzně rozptýleného záření, které je způsobeno poškozením mřížky (statické poruchy), přispívá do spojitého pozadí difrakčního diagramu ještě difúzně rozptýlené záření vzniklé vlivem tepelných kmitů mřížky (dynamické poruchy) a Comptonův efekt. Izolace difúzního rozptylu způsobeného radiačním poškozením mřížky je značně obtížná.

Vznik difúzně rozptýleného záření se děje na účet Braggova rozptylu do hlavních reflexí. Uvažuje se snížení integrální intenzity Braggových reflexí faktorem $\exp(-2M)$, kde $M = (8\pi^2/3) \overline{u^2} \sin^2 \theta / \lambda^2$ a $\overline{u^2}$ představuje střední kvadratickou výchylku atomů z rovnovážných poloh. (Přítom nemusí být vychýleny všechny atomy a výchylky

*) Metoda byla použita STRAUMANISEM a EJIMOU [14] pro hliník tvářený za studena ($> 90\%$ redukce). Z výsledků vyplývá, že $\Delta N/N = -0,001$. Záporné znaménko odpovídá skutečnosti, že v materiálu převažoval počet intersticiálních atomů nad množstvím vakancí.

mohou mít různé vektory.) V případě homogenního rozdělení určitého typu bodových poruch je M úměrné $fc^2 \sin^2 \vartheta / \lambda^2$. Je-li známa konstanta c (symbol má stejný význam jako v minulé kapitole), může být měřením snížení integrálních intenzit nalezena koncentrace poruch f .

Protože poruchy vyvolané tepelným pohybem atomů rovněž snižují intenzitu difrakcí faktorem tvarově stejným, je nutno nějakým způsobem oba vlivy oddělit. Jestliže je znám teplotní faktor, stačí změřit integrální intenzity dvou úhlově dostatečně odlehlých reflexí. Z jejich poměru lze pak veličinu $\overline{u^2}$ určit. Kdyby zkoumaný vzorek byl před ozářením bez statických poruch, bylo by možné postupovat také



Obr. 5. Modulace mřížky rovinnou vlnou $A_k \cos 2\pi kx$ dává vznik dvěma satelitním reflexím na každé straně hlavní reflexe.

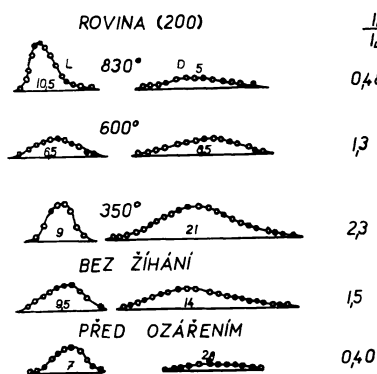
tak, že by se proměřily integrální intenzity dvou dostatečně úhlově odlehlých reflexí u téhož vzorku před ozářením a po něm. Pro obě čáry by se pak v poměru teplotní faktor vykrátily a dostali bychom jen závislost na poruchovém faktoru.

Pro přesná kvantitativní měření je ještě nutno vzít v úvahu možnost působení některých jiných vlivů, jako např. primární extinkce, změny charakteru tepelných kmitů apod.

Studiem difúzního rozptylu na ozářeném hliníku a molybdenu se zabývali KONOBĚJEVSKIJ a BUTRA [15, 16]. Výzkum prováděli na monokrystalických destičkách s tloušť-

kou 0,03 mm, které byly ozářeny dávkou $0,5 - 1,23 \cdot 10^{20} \text{ n/cm}^2$ při teplotách do 100°C . Při použití záření molybdenové lampy snímali transmisní lauegramy a fotometricky srovnávali intenzity Laueových reflexí a odpovídajících difúzních maxim. Přítomnost radiačního difúzního rozptylu odlišili od tepelného pořízením snímků na vzorcích ochlazených kapalným dusíkem.

Rentgenováním ochlazených vzorků zjistili, že v Al před ozářením i po něm je pouze tepelný difúzní rozptyl. Poruchy se tedy odstraňují žiháním hned při ozařování. V molybdenu byl zjištěn před ozářením slabý difúzní rozptyl, kdežto po ozáření silný. Proto byl prováděn výzkum vlivu žihání. Na obr. č. 6 jsou fotometrické křivky 200 Laueových reflexí a odpovídajících difúzních maxim molybdenu neozářeného, ozářeného a vyžihaného po ozáření při různých teplotách. Čísla uvnitř křivek udávají



velikost ploch v relativních jednotkách, zprava jsou uvedena čísla odpovídající poměrům intenzity difúzního maxima k intenzitě Laueovy reflexe. Z obrázku je vidět, že v Mo se radiační část difúzního rozptylu zachovává ještě po vyžihání při 600°C a odstraní se vyžiháním při 800°C .

Obr. 6. Fotometrické křivky Laueových reflexí roviny (200) a odpovídajících difúzních maxim krystalů molybdenu.

Na základě výsledků měření elektrického odporu, mechanických vlastností a mřížkového parametru autoři práce předpokládají, že difúzní rozptyl vzniká v důsledku tvorby shluků defektů, vedoucích ke vzniku dislokačních smyček, stabilních do teplot blízkých teplotě rekrystalizace.

ROZŠÍŘENÍ DIFRAKČNÍCH ČAR

Při vysokých hustotách poruch se projevuje rozšíření difrakčních čar, které naznačuje, že mřížka je deformována nebo že se zmenšuje velikost koherentních domén. Jestliže se vnitřní deformace v jednotlivých doménách vzájemně liší, Braggovy úhly difraktovaných paprsků se také liší a čára vzniklá z takových příspěvků bude mít větší šířku než čára vyžihaného kovu. Rozšíření bude úměrné $\tan \vartheta$ a nezávislé na vlnové délce. Na druhé straně pokles rozměrů domén způsobuje rozšíření úměrné $\lambda/\cos \vartheta$, kde λ je vlnová délka záření. Za předpokladu, že celkové rozšíření β_c způsobené vlivem deformací a zmenšení rozměrů koherentních domén je dáno součtem

obou efektů, lze psát

$$\beta_c = 2\xi \operatorname{tg} \vartheta + \frac{\lambda}{\varepsilon \cos \vartheta}$$

nebo

$$(14) \quad \beta_c \frac{\cos \vartheta}{\lambda} = 2\xi \frac{\sin \vartheta}{\lambda} + \frac{1}{\varepsilon},$$

kde ξ je střední deformace a ε je „efektivní“ rozměr domén. Graf znázorňující závislost $\beta_c \cos \vartheta / \lambda$ na $2 \sin \vartheta / \lambda$ je přímka se směrnici ξ , protínající osu y v bodě $1/\varepsilon$.

V posledních letech se při studiu vnitřních deformací a velikostí koherentních domén místo šířek čar častěji používá Fourierovy analýzy přesného měření profilů čar podle WARRENA a AVERBACHA [17, 18].

Naměřené profily čar jsou nejprve korigovány na instrumentální rozšíření Stokesovou metodou [19]. Pro interpretaci získaných „správných“ profilů čar je uvažována obecná distorze, při níž je poloha elementární buňky $m_1 m_2 m_3$ dána vektorem \mathbf{R} , vyjádřeným pomocí vektorů elementární buňky $\mathbf{a}_1, \mathbf{a}_2, \mathbf{a}_3$:

$$(15) \quad \mathbf{R}_{m_1 m_2 m_3} = m_1 \mathbf{a}_1 + m_2 \mathbf{a}_2 + m_3 \mathbf{a}_3 + \boldsymbol{\delta}_{m_1 m_2 m_3}.$$

Vektor posunutí $\boldsymbol{\delta}_m = X_m \mathbf{a}_1 + Y_m \mathbf{a}_2 + Z_m \mathbf{a}_3$ je obecně různý pro různé buňky $m = m_1 m_2 m_3$. Intenzita difraktovaného záření je spojena se vzdáleností dvojic buněk v bodech $\mathbf{R}_{m_1 m_2 m_3}$ a $\mathbf{R}_{m_1' m_2' m_3'}$ vztahem

$$(16) \quad I(h_1 h_2 h_3) = F^2 \sum_{m_1} \sum_{m_2} \sum_{m_3} \sum_{m_1'} \sum_{m_2'} \sum_{m_3'} \exp [(2\pi i / \lambda) (\mathbf{S} - \mathbf{S}_0) (\mathbf{R}_m - \mathbf{R}_{m'})] = \\ = F^2 \sum_{m_1} \sum_{m_2} \sum_{m_3} \sum_{m_3'} \exp [2\pi i (h_1 \mathbf{b}_1 + h_2 \mathbf{b}_2 + h_3 \mathbf{b}_3) (\mathbf{R}_m - \mathbf{R}_{m'})],$$

kde F je strukturní faktor, \mathbf{S}_0 jednotkový vektor označující směr primárního svazku, \mathbf{S} jednotkový vektor označující směr difraktovaného svazku, \mathbf{b}_i jsou vektory reciproké mřížky a h_i jsou proměnné.

Toto rozdělení autoři integrují v reciprokém prostoru pro zahrnutí příspěvků od všech krystalků vzorku. Přitom jsou osy souřadného systému vhodně voleny tak, aby reflexe byly typu $00l$ a integrace se provádí v okolí bodu $00l$. Tím se získá průběh intenzity v difrakční čáře v závislosti na úhlu 2ϑ , vyjádřený Fourierovou řadou

$$(17) \quad \mathcal{P}(2\vartheta) = K \sum_{n=-\infty}^{+\infty} (A_n \cos 2\pi n h_3 + B_n \sin 2\pi n h_3),$$

přičemž $n = m_3 - m_3'$ a $h_3 = 2a_3 \sin \vartheta / \lambda$. Fourierovy koeficienty jsou dány

$$(18) \quad A_n = \frac{N_n}{N_3} \overline{\cos 2\pi l Z_n}$$

$$B_n = -\frac{N_n}{N_3} \overline{\sin 2\pi l Z_n},$$

kde $Z_n = Z_{m_3} - Z_{m_3}$, a N_3 je počet elementárních cel ve sloupci rovnoběžném s vektorem \mathbf{a}_3 (kolmém na reflektující rovinu). Výrazy $\overline{\cos 2\pi l Z_n}$ a $\overline{\sin 2\pi l Z_n}$ představují střední hodnoty přes všechny dvojice cel v celém vzorku, jež jsou vzdáleny o n cel ve směru rovnoběžném s \mathbf{a}_3 a jichž je v jednom sloupci N_n .

Koeficienty Fourierovy řady charakterizují jak rozměr koherentních domén, tak i mikrodeformace ve vzorku. Jestliže např. pro dané n je stejná pravděpodobnost nalezení kladných a záporných hodnot Z_n , pak je $B_n = 0$. Koeficient A_n lze psát jako součin

$$(19) \quad A_n = A_n^K \cdot A_n^M,$$

kde $A_n^K = N_n/N_3$ a $A_n^M = \overline{\cos 2\pi l Z_n}$. A_n^K určují velikost koherentních domén ($N_3 a_3$ je délka sloupce, a tedy rozměr domény ve směru \mathbf{a}_3), A_n^M popisují stav mikrodeformací ve vzorku, $a_3 Z_n = \Delta L$ je změna délky $L = na_3$ sloupce obsahujícího n cel a $\Delta L/L$ je relativní mikrodeformace na úseku L .

Předpokládejme, že máme provedena měření pro několik řádů $00l$, jako např. 001 , 002 , 003 atd. Z uvedených vztahů vyplývá že A_n^K nezávisí na řádu, zatímco A_n^M je jeho funkcí a rovná se jedničce pro $l = 0$. Jestliže přepíšeme rovnici (19) na tvar

$$\ln A_n(l) = \ln A_n^K + \ln A_n^M(l)$$

a pro určitou pevnou hodnotu n vyneseme v grafu $\ln A_n(l)$ v závislosti na nějaké funkci l , pak průsečík při $l = 0$ dává přímo $\ln A_n^K$. Podmínkou je, aby závislost byla přímková v okolí $l = 0$. Pro malé hodnoty l a Z_n (malá n), je $2\pi l Z_n$ dosti malé, aby bylo možné $\overline{\cos 2\pi l Z_n}$ rozvinout a psát

$$(20) \quad \ln A_n^M = \ln(1 - 2\pi^2 l^2 \overline{Z_n^2}) = -2\pi^2 l^2 \overline{Z_n^2}$$

$$\ln A_n(l) = \ln A_n^K - 2\pi^2 l^2 \overline{Z_n^2}.$$

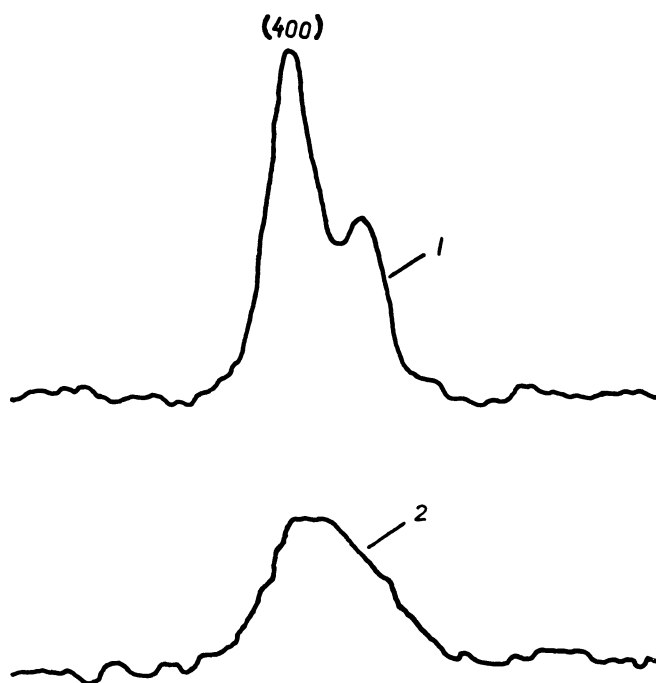
Z rovnice (20) je patrné, že máme-li obdržet přímkovou závislost v okolí $l = 0$, musí být $A_n(l)$ vyneseno v závislosti na l^2 . Ze směrnice je pak možné určit $\overline{Z_n^2}$.

Ze závislosti experimentálně určených A_n na n lze rovněž činit některé závěry. Různým příčinám rozšíření čar odpovídá různý tvar křivky a z něho je možné tyto příčiny určit. Mikrodeformace vedou ke křivce s nulovým sklonem v bodě $n = 0$. Malá velikost koherentních domén vede ke konečnému sklonu při $n = 0$ (lze ukázat, že $(dA_n^K/dn)_{n=0} = -1/N_3$, čímž je dána průměrná délka sloupce N_3). Vlivem mikrodeformací a velikostí koherentních domén se budou A_n pro velká n blížit nule. Křivka odpovídající tepelným kmitům začíná s nulovým sklonem a klesá na nenulovou konstantní hodnotu pro velká n . Rovněž vrstevným chybám odpovídá křivka charakteristického průběhu.

Z uvedeného je vidět, že postup založený na měření profilů čar poskytuje více informací než práce využívající měření šířek čar.

Experimentální sledování rozšíření difrakčních čar kovů po ozařování bylo v minulosti prováděno s různými výsledky. Tak např. GLEN [20] v článku o radiačním poškození pevných látek uvádí, že WARREN [21] nenašel rozšíření čar při bombardování mědi a zirkonu na cyklotronu a rovněž na rentgenogramu monokrystalu hliníku po šestiměsíčním ozáření v handfordském reaktoru nebylo nalezeno rozšíření čar. V témže článku se však uvádí, že KUNZ a HOLDEN [22, 23] našli rozšíření čar na rentgenogramech ozářené mědi a hořčíku.

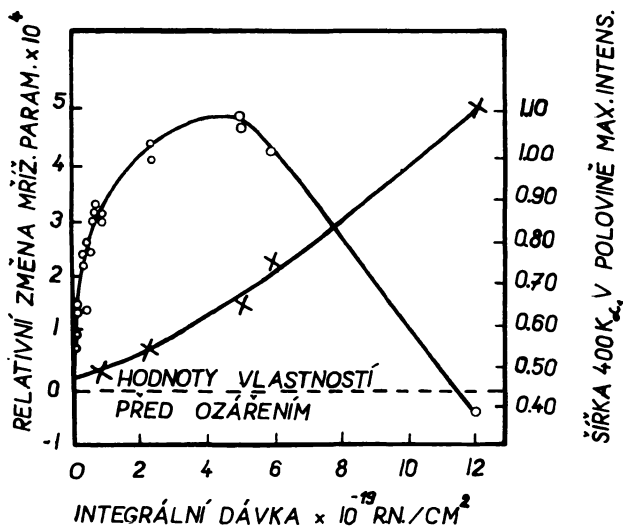
BATENIN a spolupracovníci [24] měřili šířky čar po ozáření dávkami $\sim 10^{20}$ a $\sim 10^{21}$ neutr./cm² při teplotách nepřevyšujících 80 °C, a to na železe a mědi (obr. 7).



Obr. 7. Profil čáry 400 neozařené (1) a ozářené (2) mědi. (Monochromatizované Cu záření).

Ozářené chrom rozšíření difrakčních čar nevykazoval. Analýza výsledků měření na železe a mědi ukázala, že rozšíření čar v obou případech je podmíněno rozdrobením koherentních domén krystalické mřížky a přítomností mikrodeformací. Rozměry domén v ozářené mědi ocenili na $5 \cdot 10^{-6}$ cm a velikost relativních mikrodeformací na $1 \cdot 10^{-3}$, zatímco v ozářeném železe velikost domén byla $8 \cdot 10^{-6}$ cm a velikost relativních mikrodeformací $0,65 \cdot 10^{-3}$. Obdobné účinky na změnu struktury těchto kovů má silná plastická deformace za studena.

GRAY a CUMMINGS [13] zaznamenali rozšíření difrakčních čar na molybdenu ozařovaném různými dávkami rychlých neutronů ($6,5 \cdot 10^{16} - 1,2 \cdot 10^{20} \text{ n/cm}^2$) při 35°C . Rozšíření bylo pouze lehké při dávkách do 10^{19} a pak vzrůstalo lineárně s dávkou (obr. 8). Přírůstek šířky čáry je po analýze výsledků měření mřížkového parametru a mikrotvrdosti připisován tvorbě a růstu intersticiálních shluků při dávkách nad 10^{19} n/cm^2 . Podobné výsledky získali též IBRAGIMOV a KARMILOV [25] na železe ozařovaném při $40 - 70^\circ\text{C}$ dávkami do $1,8 \cdot 10^{20} \text{ n/cm}^2$.



Obr. 8. Změna mřížkového parametru a šířky čáry ozářeného molybdenu v závislosti na dávce rychlých neutronů. ○ mříž. parametr, X šířka čáry

Nedávno zveřejněná CUMMINGSOVA [26] měření profilů čar na molybdenu ozářeném rychlými neutrony při teplotě 50°C dávkami do $1,2 \cdot 10^{20} \text{ neutr./cm}^2$ ukázala následující výsledky: 1. šířka čáry vzrůstala přibližně lineárně s dávkou, 2. rozměr koherentních domén klesal a při dávce $5 \cdot 10^{19} \text{ neutr./cm}^2$ dosáhl konstantní hodnoty $520 - 600 \text{ \AA}$, 3. velikost mikrodeformací vzrůstala monotonně s dávkou, zachovávajíc přitom anizotropii tak, že mikrodeformace ve směrech $\langle 211 \rangle$ byly 3–4krát větší než ve směrech $\langle 100 \rangle$.

Skutečnost, že ve starších pracích často nezjistili žádné rozšíření difrakčních čar po ozáření i u kovů, kde později nalezeno bylo, lze vysvětlit tím, že dávka záření byla příliš malá nebo že instrumentální šířka čáry byla velká, takže byl překryt účinek ozařování.

NÍZKOUHLOVÝ ROZPTYL

Shluky poruch vznikající za vhodných podmínek při ozáření kovů představují částice, které mají rozdílnou elektronovou hustotu vůči okolnímu prostředí. Jestliže jejich velikost je od 10 do 1000 Å, může být pozorován nízkouhlový rozptyl rentgenových paprsků s intenzitou klesající směrem od primárního paprsku a dosahující nulové hodnoty, jestliže je splněna podmínka $\sin 2\vartheta \doteq 2\vartheta = \varepsilon = \lambda/D$, kde ε je úhel rozptylu, λ je vlnová délka použitého záření a D je střední průměr částic.

Při interpretaci výsledků měření nízkouhlového rozptylu se určuje vztah získané závislosti intenzity na rozptylovém úhlu ε k velikosti a tvaru rozptylujících částic.

Uvažujme případ, kdy jde o systém stejných částic zcela náhodně orientovaných a od sebe dostatečně vzdálených, takže vlny difraktované jednotlivými částicemi spolu neinterferují (tzv. „řidký systém“). Pro závislost intenzity rozptýleného záření částicemi různých geometrických tvarů na úhlu ε byly odvozeny příslušné vzorce, z nichž např. pro koule:

$$(21) \quad I(s) = Mn^2\Phi^2(2\pi Rs),$$

kde M je počet částic, n je rozdíl v počtu elektronů mezi částicí a stejným objemem okolního prostředí, $s = 2\sin \vartheta/\lambda \doteq \varepsilon/\lambda$, R je poloměr koule a $\Phi(2\pi Rs) = 3(\sin 2\pi Rs - 2\pi Rs \cos 2\pi Rs)/(2\pi Rs)^3$. Pro rotační elipsoidy s osami R , R , vR :

$$(22) \quad I(s) = Mn^2 \int_0^1 \Phi^2(2\pi Rs \sqrt{(1 + (v^2 - 1)x^2)}) dx,$$

$x = \cos \varepsilon$. Formule zahrnuje jako krajní případ koule $-v = 1$; disky poloměru R , nekonečně malé tloušťky $-v = 0$; nekonečně tenké válce délky $L = Rv$, jestliže $v \rightarrow \infty$ a $R \rightarrow 0$.

Pro intenzitu rozptýleného záření systémem M libovolných stejných částic byl získán vztah

$$(23) \quad I(s) = Mn^2 \exp(-4\pi^2 s^2 R_s^2/3) = I(0) \exp(-4\pi^2 \varepsilon^2 R_s^2/3\lambda^2),$$

kde všechny symboly mají původní význam a R_s je veličina, charakterisující rozměr částice, známá z mechaniky jako poloměr setrvačnosti. Pro kulové částice o poloměru R je $R_s = R\sqrt{3/5}$, pro částice tvaru rotačního elipsoidu s osami R , R a vR je $R_s = R\sqrt{(2 + v^2)/5}$. Závislost $\log I$ na ε^2 se pro malá ε blíží k přímce, jejíž sklon je dán

$$(24) \quad \alpha = -\left(\frac{4\pi^2}{3\lambda^2}\right) R_s^2 \log e.$$

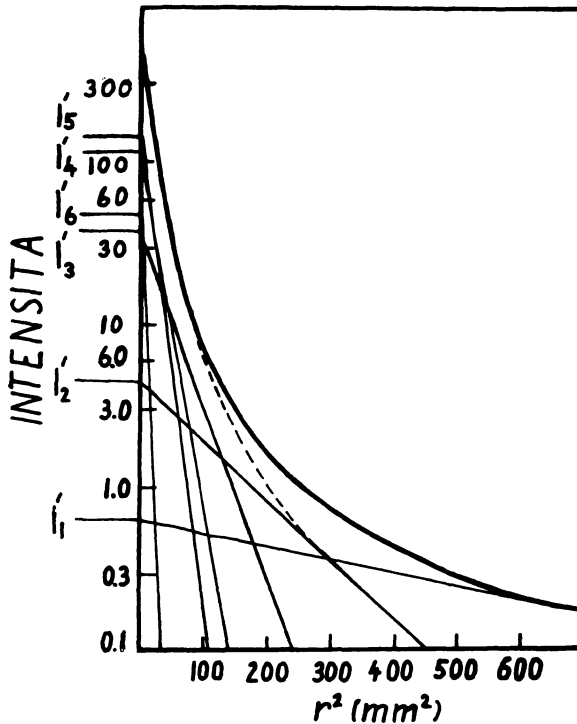
Extrapolací $\log I$ k $\varepsilon = 0$ se z průsečíku při $\varepsilon = 0$ obdrží vztah pro počet rozptylu-

jších částic M

$$(25) \quad I(0) = Mn^2,$$

kde intenzita musí být měřena v absolutních jednotkách.

Jestliže lze předpokládat, že systém částic je složen z nevelkého počtu druhů částic stejného tvaru, avšak lišících se rozměry, pak je možné považovat experimentální křivku závislosti I na ε^2 za sumu křivek odpovídajících jednotlivým druhům. Analýzu sumární křivky lze provést tzv. „metodou tečen“ (obr. č. 9). Vynáší se $\log I$



Obr. 9. Křivka závislosti $\log I$ na r^2 pro gel aluminiumsilikátu je rozdělena na části odpovídající částicím šesti druhů. Vzdálenost r (v milimetrech) od přímého svazku je úměrná ε .

v závislosti na ε^2 . Sklon tečny k nejbližší části křivky (maximální ε) dává poloměr setrvačnosti nejmenších částic, průsečík s osou souřadnic, který ukazuje na relativní intenzitu I' odpovídající těmto částicím, umožňuje určit jejich relativní množství. Při daném I' je toto množství nepřímo úměrné objemu částice. Je tedy možné odečíst z experimentální křivky tu její část, která je způsobena rozptylem na částicích nejmenších rozměrů. Operace se opakuje, až se obdrží přímá čára na grafu závislosti $\log I$ na ε^2 , vycházející z „počátku“ křivky. Tato přímka určuje rozměr maximálních částic.

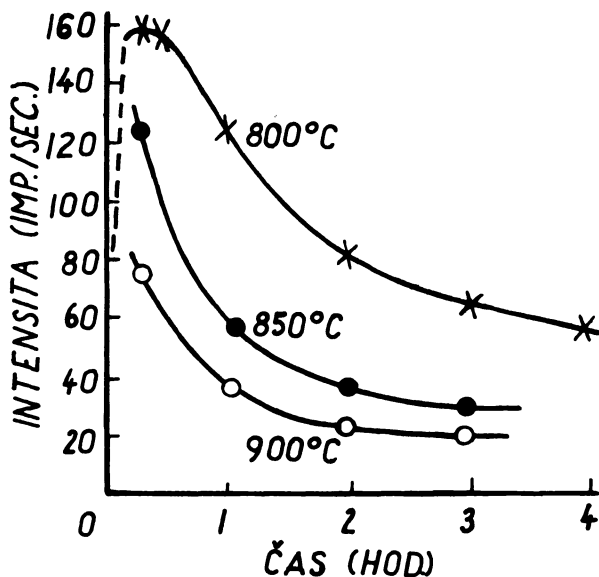
Při studiu vlivu záření na kovy lze vzhledem k nízkým koncentracím vznikajících bodových poruch předpokládat, že shluky tvoří řídký systém částic a pro interpretaci výsledků měření lze použít uvedené teorie.

V nízkohúhlovém oboru klesá Comptonův rozptyl k nule ($s \varepsilon \rightarrow 0$) a koherentní rozptyl zde při dokonalé mřížce není možný. Obě tyto okolnosti jsou výhodou, protože rozptyl vznikající na mřížkových poruchách je velmi slabý. Navíc, tepelný rozptyl je zde minimální a v rozmezí několika stupňů má přibližně stálou hodnotu. Interpretace výsledků měření však musí vzít v úvahu možnost dvojité Braggovy reflexe, kdy odraz může nastat postupně na dvou doménách vzájemně mírně natočených uvnitř stejného zrna nebo na systémech rovin dvou různých zrn, takže paprsek je navrácen do původního směru.

Poruchy vzniklé v mědi vlivem ozařování studovali pomocí nízkohúhlové difrakce SMALLMAN a WESTMACOTT [27]. Vzorky ozařené velkými dávkami neutronů vykazovaly rozptýlenou intenzitu v nízkohúhlové oblasti $1/2^\circ - 2^\circ$, vysvětlitelnou podle teorie nízkohúhlového rozptylu oblastmi s průměrem 10–100 Å, které mají odlišnou elektronovou hustotu od okolního prostředí. Může jít o shluky bodových poruch nebo o „zóny“, předpovídané Brinkmanem a Seegerem. Měděné vzorky byly též ozařovány α -částicemi s energií 40 MeV. Intenzita rozptýlená do nízkohúhlové oblasti byla původně nepatrná. Po žíhání při 600 °C byl však pozorován rozptyl vzrůstající s teplotou žíhání a časem. Analýza rozptylové křivky vzorku žíhaného 15 minut při 800 °C ukázala, že rozptylové oblasti, pravděpodobně héliové bubliny, mají průměr přinejmenším 150 Å. Obr. č. 10 ukazuje změnu rozptýlené intenzity při $\varepsilon = 30'$ pro různé žíhací časy a při teplotách 800 °C, 850 °C a 900 °C. Pokles intenzity s teplotou a časem při pevném úhlu měření je pravděpodobně způsoben růstem již utvořených bublin do velikostí mimo obor použití metody nízkohúhlového rozptylu. Transmisní elektronová mikroskopie potvrdila, že jde o plynové bubliny, a navíc ukázala, že po několikahodinovém žíhání při 800 °C mají rozměr řádově 1000 Å.

Podrobnější studium nízkohúhlového rozptylu z neutrony ozařené mědi je popsáno v článku ATKINSONA, SMALLMANA a WESTMACOTTA [28]. Měděné, niklové a hliníkové fólie o tloušťce 30 μ , ozařené dávkou 10^{19} n/cm², vykazovaly v rozmezí experimentálních chyb stejný rozptyl jako kontrolní rekrystalizované vzorky. Avšak na mědi ozařené dávkou $8 \cdot 10^{19}$ n/cm² bylo pozorovatelné zesílení rozptylu proti neozářenému vzorku. Touto dávkou byly ozařeny vzorky s texturou a s libovolnou orientací zrn. Vzorky s libovolnou orientací zrn byly pak ozařeny ještě dávkou 10^{21} n/cm². U vzorků s texturou byl pozorován rozptyl i nad 2° , způsobený dvojitou Braggovou reflexí na párech zrn, jejímuž vzniku napomáhá rozšíření jednoduchých Braggových reflexí, vyvolané radiačním poškozením. Práce na libovolně orientovaném materiálu byly prováděny pomocí přístroje s bodovou fokusací. Zjištěný nízkohúhlový rozptyl má válcovitý tvar, odpovídající „správnému“ rozptylu z libovolně orientovaných poruch. Průběh rozptylové křivky byl proměřován pomocí Geigerova - Müllerova počítače v rozmezí $1/2^\circ - 6^\circ$ pro vzorky ozařené dávkou 10^{21} n/cm². Nad 2° byl pozorován jen nepatrný rozptyl. Po nízkoteplotním žíhání (100–200 °C) rozptyl lehce vzrůstal, ale

po dalším žihání při 450–500 °C, úplně zmizel. Při interpretaci výsledků měření byla vzata v úvahu dvojí možnost rozptylu intenzity pod nízkými úhly, správný nízkoúhlový rozptyl a dvojitý Braggův rozptyl. Autoři došli k závěru, že ozářený kov obsahuje malé shluky bodových poruch nebo malé oblasti porušené mřížky, v kterých je hustota odlišná od okolního materiálu (Seegerovy nebo Brinkmanovy zóny), přitom



Obr. 10. Změna rozptylu do úhlu $\varepsilon = 1/2^\circ$ po žihání při 800 °C, 850 °C a 900 °C.

však není vyloučena možnost dvojitého rozptylu vznikajícího z deformací, spojených s dislokačními smyčkami vzniklými vlivem ozařování. Za předpokladu, že příčinou jsou shluky bodových poruch a správný nízkoúhlový rozptyl, vychází z rozptylové křivky poloměr setrvačnosti přibližně 24 Å. Jestliže shluky jsou kulové dutinky, je jejich množství asi 10^{15} na cm^3 . Pro shluky intersticiálních atomů by musela být uvažována větší koncentrace. V práci je navrhováno provedení dalších pokusů s vhodně orientovanými monokrystaly pro vyloučení dvojitě Braggovy reflexe.

SEEGER a spolupracovníci [29, 30] studovali nízkoúhlový rozptyl z tenkých měděných monokrystalů, kalených z teploty blízké bodu tání do vody (rychlost kalení 20 000 až 35 000 °C/s) a vyžeháných při teplotách mezi 20 a 200 °C. Předpokládali, že vzniklé shluky vakancí jsou dutinky nebo dislokační smyčky vzniklé zhroucením dutinek. Pro rozhodnutí mezi oběma druhy poruch užívali tvarového faktoru

$$w = \left(\frac{3}{4\pi}\right) \left(\frac{3}{5}\right)^{3/2} R_s^{-3} I(0)/Q(0),$$

kde R_s a $I(0)$ mají dříve uvedený význam a $Q(0) = 4\pi \int I(2\pi s) (2\pi s)^2 d(2\pi s)$ je inte-

grální intenzita nízkohúhlového rozptylu. Tvarový faktor se rovná jedničce pro koule. Pro rotační elipsoidy s poloosami R , R , vR ($v \leq 1$), je $w = v [3/(2 + v^2)]^{3/2}$ a pro dislokační smyčky poloměru a , je $w = (1/10\pi^2) (14/15)^{3/2} [\ln(4a/a_0) - 11/6]^{-1}$, kde a_0 je volená hodnota (odpovídající určitému poloměru dislokačních smyček) v horní mezi ($2\pi s = 2\pi/a_0$) při integraci ve výrazu pro $Q(0)$. V práci [29] bylo $a_0 = 1 \text{ \AA}$.

Z experimentů bylo získáno $w = 0,1 - 1,0$. Teoretické hodnoty w pro dislokační smyčky byly získány v rozmezí $(3,8 - 6,5) \cdot 10^{-3}$. Z toho je vyvozován závěr, že nízkohúhlový rozptyl z kalených kovů je způsoben zploštělými dutinkami.

Autoři upozorňují – [30] – na možnost podobného použití nízkohúhlové difrakce pro studium shluků bodových poruch v ozářených kovech.

ZÁVĚR

Ze změn způsobených v rentgenovém difrakčním obrazci kovů vlivem ozařování rychlými částicemi lze získat informace o druhu vzniklých poruch a v některých případech též o jejich množství. Rentgenografie tedy může hrát důležitou roli při studiu radiačního poškození kovů, jestliže v budoucnosti bude více využito jejich možností. Okolnost, že rentgenografický výzkum radiačního poškození kovů je celkem řídký, se odráží v malém počtu prací citovaných v článku. Tak např. ke studiu změn difúzního pozadí kovů po ozáření se podařilo nalézt jedinou zveřejněnou experimentální práci. Použitím moderní počítačové techniky detekce záření a vhodnou úpravou měřicího přístroje lze z velké části oddělit radioaktivitu zkoumaného vzorku od záření rentgenových difrakcí a snížit její vliv na přijatelnou velikost. Lze tedy očekávat, že se rentgenografických metod bude více využívat nejen pro účely základního výzkumu poruch v ozářených kovech, ale i pro získání informací o chování kovových konstrukčních materiálů reaktorové techniky v podmínkách intenzivního ozařování neutrony.

Literatura

- [1] J. D. ESHELBY: *J. Appl. Phys.*, 25 (1954), 258.
- [2] J. D. ESHELBY: *Solid State Phys.*, 3 (1956), 107.
- [3] H. B. HUNTINGTON: *Phys. Rev.*, 91 (1953), 1092.
- [4] L. A. GIRIFALCO, J. R. STREETMAN: *J. Phys. Chem. Solids*, 4 (1958), 182.
- [5] L. TEWORDT: *Phys. Rev.*, 109 (1958), 61.
- [6] L. A. GIRIFALCO, V. G. WEIZER: *J. Phys. Chem. Solids*, 12 (1960), 260.
- [7] A. SEEGER, E. MANN: *J. Phys. Chem. Solids*, 12 (1960), 326.
- [8] CH. W. TUCKER, J. B. SAMPSON: *Acta Met.*, 2 (1954), 433.
- [9] J. ADAM, D. G. MARTIN: *Phil. Mag.*, 3 (1958), 1329.
- [10] R. O. SIMMONS: *Proceedings of the International Summer School of Physics „Enrico Fermi“*, Academic Press, New York (1962), 568.

- [11] R. O. SIMMONS, R. W. BALLUFFI: *Phys. Rev.*, 109 (1958), 335.
- [12] R. O. SIMMONS, J. S. KOEHLER, R. W. BALLUFFI: *Symposium on Radiation Damage in Solids and Reactor Materials* — Venice 1962, IAEA, Vienna (1962), 155.
- [13] D. L. GRAY, W. V. CUMMINGS: *Acta Met.*, 8 (1960), 446.
- [14] M. E. STRAUMANIS, T. EJIMA: *Acta Met.*, 8 (1960), 56.
- [15] F. P. BUTRA: *Fizika mätallov i mätalloväděníje*, 10 (1960), 223.
- [16] S. T. KONOBĚJEVSKIJ, F. P. BUTRA: *Dějstvie jaděrnych izlučenij na matěrialy*, Izd. akad. nauk, Moskva (1962), 251.
- [17] B. E. WARREN, B. L. AVERBACH: *J. Appl. Phys.*, 21 (1950), 595.
- [18] B. E. WARREN: *Progress in Metal Phys.* 8, Pergamon Press, London (1959), 147.
- [19] A. R. STOKES: *Proc. Phys. Soc. (London)*, 61 (1948), 382.
- [20] J. W. GLEN: *Advances in Physics*, 4 (1955), 381.
- [21] B. E. WARREN: *U. S. Reports*, NYO-767 (1951), NYO-3731 (1952), NYO-3732 (1952), NYO-3734 (1954), NYO-6508 (1954), NYO-6511 (1954).
- [22] F. W. KUNZ, A. N. HOLDEN: *Phys. Rev.*, 94 (1954), 1417.
- [23] F. W. KUNZ, A. N. HOLDEN: *Acta Met.*, 2 (1954), 816.
- [24] I. V. BATENIN a spoluprac.: *Dějstvie jaděrnych izlučenij na matěrialy*, Izd. akad. nauk, Moskva (1962), 161.
- [25] Š. Š. IBRAGIMOV, A. G. KARMILOV: *Fizika mätallov i mätalloväděníje*, 16 (1963), 40.
- [26] W. V. CUMMINGS: *J. Phys. Soc. Jap.*, 18 (1963), Suppl. 3, 189.
- [27] R. E. SMALLMAN, K. H. WESTMACOTT: *J. Appl. Phys.*, 30 (1959), 603.
- [28] H. H. ATKINSON, R. E. SMALLMAN, K. H. WESTMACOTT: *J. Appl. Phys.*, 30 (1959), 646.
- [29] A. SEEGER, V. GEROLD, M. RÜHLE: *Zeitschr. für Metallkunde*, 54 (1963), 9.
- [30] A. SEEGER, M. RÜHLE, P. BRAND: *Acta Crystallographica* 16 (1963), Suppl., A 114.

K PROBLEMATIKE SÚSTAVY JEDNOTIEK

LADISLAV DUNAJSKÝ, Nitra

Pozn. redakce: V současné době se zdá, že mezinárodním přijetím soustavy jednotek SI/MKSA vedle absolutních soustav je otázka jednotek na delší dobu vyřešena. Mohlo by se tedy zdát, že tematika článku je neaktuální. Přesto však se neustále objevují příspěvky přinášející kritické připomínky k této otázce. Takovým je i článek, který otiskujeme. Tvzení autorovo, že soustava MKSC deg je nejvíce zdůvodněna, není bezesporné. Redakce uvítá jakékoli diskusní příspěvky na toto téma.

Na otázku, či rozmer fyzikálnej veličiny má fyzikálny význam alebo je len konveciou, jestvujú rôzne mienky. Napr. J. H. JACKSON v [1] stojí na stanovisku ľubovoľného výberu rozmeru fyzikálnych veličín. PLANCK otázku skutočného rozmeru fyzikálnych veličín považoval za otázku bez zmyslu. Naproti tomu A. SOMMERFELD v [2] venuje veľkú pozornosť rozmerom fyzikálnych veličín, ktoré charakterizujú elektromagnetické pole, a stojí na stanovisku, že rozmer fyzikálnej veličiny musí odpovedať jej fyzikálnej prírode. Zástancovia tohoto stanoviska kritizujú sústavu CGS a fyzikálne najviac zdôvodnenú považujú GIORGI sústavu MKSA (SI), resp. MKSC. V elektrodynamike zástancovi tohoto stanoviska považujú vektory \mathbf{E} a \mathbf{D} , resp. \mathbf{B} a \mathbf{H} , za rôzne charakteristiky elektromagnetického poľa aj vo vákuu, kým