

Часть I. СТРУКТУРА ТВЕРДОГО ТЕЛА

Раздел 1. РЕНТГЕНОГРАФИЯ МЕТАЛЛОВ

В данный раздел включены методики исследования моно- и поликристаллических материалов, наиболее часто применяемые в лабораториях научно-исследовательских институтов и промышленных предприятий. Эти работы относятся к прикладному рентгеноструктурному анализу. Поскольку по структурной рентгенографии имеются обстоятельные учебные пособия, а также практические руководства и справочники, описание каждой лабораторной работы содержит лишь краткое изложение теоретических положений, порядок выполнения экспериментальной и расчетной частей.

Кроме работ по структурной рентгенографии в раздел включена одна работа по флюоресцентному рентгеноспектральному анализу, не требующая специальных рентген-спектрографов, а выполняемая на широко распространенных серийных рентгеновских структурных дифрактометрах (ДРОН, УРС-50 ИМ).

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДЛИНЫ ВОЛНЫ РЕНТГЕНОВСКОГО ИЗЛУЧЕНИЯ НА ДИФРАКТОМЕТРЕ

Краткие общие и теоретические сведения. Спектр рентгеновских лучей, испускаемых анодом рентгеновской трубки, как правило, смешанный. Когда пучок рентгеновских лучей падает на грань монокристалла под углом θ , семейство кристаллографических плоскостей, параллельных этой грани, согласно уравнению Вульфа — Брэгга, отражает какую-то определенную волну:

$$2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda, \quad (1)$$

где n — порядок отражения (целое число); d — межплоскостное расстояние плоскостей (hkl) , параллельных грани кристалла.

Если известно значение d_{hkl} и измерен угол θ , то легко вычислить длину волны отраженного рентгеновского излучения. При этом нужно иметь в виду, что в заданном направлении под углом θ к грани кристалла отразится излучение с длиной волны не только λ , но и $\lambda/2$, $\lambda/3$, ..., если такие волны есть в спектре первичного излучения.

Цель работы: 1. Определить длину волны характеристического $K_{\alpha 1}$ - и $K_{\alpha 2}$ -излучения материала анода рентгеновской трубки.

2. Определить материал анода рентгеновской трубки по справочным данным и найденным значениям длин волн характеристического излучения.

Содержание работы. Работу выполняют на рентгеновском дифрактометре. Лучи, выходящие из окошка рентгеновской трубки, проходят через ограничительные щели и попадают на образец, установленный в специальном держателе — столике гониометра. При этом облучаемый участок исследуемого образца находится в центре окружности, по дуге которой при съемке вращается счетчик квантов. Образцом может быть монокристалл кварца, у которого кристаллографическая плоскость $(10\bar{1}1)$ параллельна поверхности.

Гониометрическое устройство позволяет менять и измерять угол между первичным пучком и поверхностью образца (θ) и между первичным пучком и счетчиком (2θ). При этом угловая скорость вращения счетчика вдвое больше скорости вращения образца, поэтому лучи, отраженные от образца в любом его положении, обязательно попадут в счетчик. Изменяя угол между первичным пучком и поверхностью монокристалла, можно последовательно измерить те углы поворота образца, при которых возникают брэгговские отражения.

Линии спектра выявляют, регистрируя интенсивность отраженных лучей самопишущим прибором, показывающим (в определенном масштабе) распределение скорости счета импульсов (интенсивности) по углам. При этом образец и счетчик вращаются механически.

В точке максимума кривой интенсивности на диаграммной ленте необходимо записывать угол отражения с точностью до одной угловой минуты. Кроме того, нужно использовать отметчик углов поворота, регистрирующий на диаграммной ленте каждый поворот счетчика на $0,1^\circ$.

Порядок выполнения работы: 1. Включив сетевой щиток, подать на дифрактометр сетевое напряжение; включить водяное охлаждение.

2. Закрепить монокристалл кварца в держателе образца гониометра. Установить рабочие щели 0,1; 0,1 перед образцом и перед счетчиком.

3. Вращая держатель образца и счетчик синхронно вручную, найти по показаниям интенсиметра такие положения образца, при которых появляются максимумы отражения. Проследить появление первого и второго порядков отражения K_β -, $K_{\alpha 1}$ - и $K_{\alpha 2}$ -излучений. Для этого образец и счетчик вращать при жестком сцеплении их механизмов вращения, начиная с нулевого углового положения. При этом по мере увеличения угла поворота счетчика и образца интенсиметр укажет сначала первый порядок отражения K -серии, затем — второй и т. д. Увеличение угла отражения соответствует отражению большей длины волны. Автоматическую запись кривых распределения интенсивности провести для второго порядка отражения K_α -дублета характеристического излучения, т. е. отражения с индексами $(20\bar{2}2)$.

4. Используя таблицу угловых скоростей счетчика, имеющуюся на редукторе гониометра, установить необходимую скорость вращения образца и скорость протяжки диаграммной ленты.

5. Записывая распределение интенсивности отражения по углам дифракции, делать отметки угла отражения с точностью до $1'$.

6. По отметкам на записанной кривой определить углы отражения зафиксированных линий и, используя соотношение (1), вычислить длины волн обеих компонент K_α -дублета излучения анода.

Межплоскостное расстояние для кристаллографических плоскостей (10 $\bar{1}$ 1), параллельных поверхности образца, составляет 0,33434 нм. Вычисления проводить с точностью до 5-й значащей цифры. Определить разность длин волн K_{α} спин-дублета.

7. По найденным значениям длин волн характеристического излучения и справочным данным [42] определить материал анода рентгеновской трубки.

Вопросы для самопроверки: 1. Назовите известные Вам типы спектров рентгеновского излучения.

2. Перечислите спектральные линии K -серии характеристического рентгеновского излучения, соотношения их длин волн и интенсивностей.

3. Почему при выполнении работы 1 необходимо воспользоваться вторым порядком отражения от монокристалла, а не первым?

4. Какое из отражений — K_{α} или K_{β} — появляется раньше при увеличении угла отражения?

Список литературы: [42], с. 15—17; [78], с. 17—22; 106—114.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТОЛЩИНЫ ФОЛЬГИ ПО ОСЛАБЛЕНИЮ РЕНТГЕНОВСКИХ ЛУЧЕЙ

Краткие общие и теоретические сведения. Интенсивность пучка рентгеновских лучей при прохождении через вещество ослабляется из-за рассеяния и поглощения. Закон ослабления описывается соотношением

$$I_t = I_0 e^{-\mu t}, \quad (1)$$

где I_0 — интенсивность падающих рентгеновских лучей; I_t — интенсивность рентгеновских лучей, прошедших через пластинку толщиной t см; μ — линейный коэффициент ослабления рентгеновских лучей, см $^{-1}$.

Наряду с линейным в практике часто пользуются массовым коэффициентом ослабления μ/ρ , характеризующим относительное ослабление интенсивности лучей единицей массы вещества в столбике сечением 1 см 2 (ρ — плотность вещества). Как линейный, так и массовый коэффициенты ослабления зависят от длины волны падающего на объект излучения и атомного номера z компонент:

$$\mu/\rho = c\lambda^3 z^3. \quad (2)$$

Коэффициент пропорциональности c претерпевает скачок при тех значениях λ и z , которые соответствуют возникновению в объекте флюоресцентного излучения. Поскольку коэффициент поглощения зависит от длины волны используемого излучения, для определения толщины фольги следует пользоваться монохроматизированным излучением.

Цель работы: определить толщину металлической фольги по ослаблению монохроматического рентгеновского излучения.

Содержание работы. Работу выполняют на рентгеновском дифрактометре. Монохроматизация излучения, испускаемого анодом рентгеновской трубки, достигается отражением его от монокристалла кварца. Если монокристалл установлен под углом θ , удовлетворяющим условию Вульфа — Брэгга для $\lambda_{K_{\alpha 1}}$ -излучения анода и

плоскостей, параллельных его поверхности, то под углом θ отражается лишь монохроматизированный луч. С помощью счетчика измеряют интенсивность I_0 этого луча. Затем перед счетчиком примерно перпендикулярно к направлению монохроматизированного пучка помещают исследуемую фольгу из вещества с известным значением μ и измеряют интенсивность I_t прошедшего монохроматизированного рентгеновского пучка. Толщину фольги тогда определяют из соотношения

$$t = \ln(I_0/I_t)/\mu = 2,3 \lg(I_0/I_t)/\mu. \quad (3)$$

Следует учитывать, что условию брэгговского отражения от монокристаллов кварца удовлетворит не только $K_{\alpha 1}$ -составляющая дублета, но и излучения с длиной волны $\lambda_{\alpha 1}/2$, $\lambda_{\alpha 1}/3$, ..., если таковые есть в первичном пучке. Избежать этого можно, правильно выбирая напряжение U кВ на трубке. Необходимо так выбирать U , чтобы $\lambda_{\max}$ сплошного спектра было больше, чем $\lambda_{\alpha}/2$. Например, в случае излучения медного анода при $\lambda_{K\alpha} = 0,15$ нм необходимо, чтобы U было таким, при котором $\lambda_{\max} = 12 \cdot 1,5/U > 0,075$ нм. Это соответствует $U \approx 15$ кВ.

Порядок выполнения работы: 1. Закрепить кристалл кварца в держателе образца гониометра. Выбрать и установить щели.

2. Совместно вращая держатель образца и счетчик, установить на шкале счетчика угол, соответствующий второму порядку отражения излучения $K_{\alpha 1}$ от системы плоскостей $(10\bar{1}1)$ кварца. Подсчитать значения угла 2θ ; $d_{(10\bar{1}1)} = 0,33434$ нм.

3. Установить все имеющиеся экраны и включить высокое напряжение; подобрать оптимальный режим работы.

4. Измерить интенсивность I_0 пучка рентгеновских лучей, отраженных от монокристалла кварца.

5. Установить перед окошком счетчика образец (фольгу), толщину которого необходимо определить, и измерить интенсивность I_t ослабленных рентгеновских лучей. Операции 4 и 5 повторить 5—6 раз.

6. Используя средние значения I_0 и I_t , определить по формуле (3) толщину фольги. Значение коэффициента ослабления μ , необходимое для расчета, найти в справочной литературе [42]. Обратить внимание на размерность μ .

Вопросы для самопроверки: 1. Почему для определения толщины фольги по ослаблению рентгеновских лучей нужно пользоваться монохроматическим излучением?

2. Каковы способы частичной монохроматизации рентгеновского излучения?

3. В каких случаях толщина фольги, измеренная рентгенографически, отличается от ее геометрической толщины?

Список литературы: [42], с. 33—35; [78], с. 27—34.

3. РЕНТГЕНОВСКАЯ ТЕНЕВАЯ МИКРОСКОПИЯ

Краткие общие и теоретические сведения. Рентгеновскую теневую микроскопию применяют, изучая микроскопическое строение объектов, непрозрачных для видимого света и электронов. Этим способом получают увеличенное теневое изображение просвечиваемого объекта в

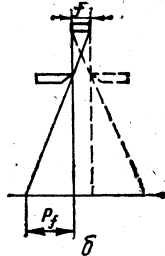
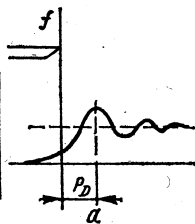
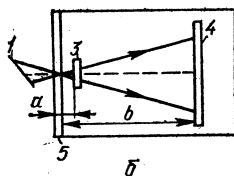
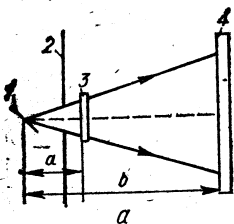


Рис. 1. Схемы теневого рентгеновского микроскопа с точечным источником в виде фокуса микрофокусной трубки (а) или микродиафрагмы (б):

1 — анод; 2 — диафрагма; 3 — объект; 4 — фотопластинка; 5 — микродиафрагма

Рис. 2. Образование размытия края изображения:

а — дифракция от края экрана; б — образование полутени

расходящемуся пучке лучей, испускаемых точечным источником. Таким источником служит фокус микрофокусной рентгеновской трубки (рис. 1, а) или узкая щель (микродиафрагма) в сочетании с обычной рентгеновской трубкой (рис. 1, б). Способ микрофокуса более удобен благодаря большой светосиле.

На фотопленке получается свето-теновой контраст, определяемый различной поглощающей способностью элементов объема исследуемого образца. На изображении видны детали химической неоднородности в микрообъемах — включения, сегрегации, микропористость.

Рентгеновское увеличение M достигается за счет различия в расстояниях от источника до объекта a и до фотопленки b :

$$M = b/a. \quad (1)$$

Если бы с увеличением не размывались края изображения, то две точки объекта, удаленные друг от друга на сколь угодно малое расстояние δ , были бы видны раздельно при увеличении

$$M = K/\delta, \quad (2)$$

где K — разрешающая способность человеческого глаза ($K \approx 0,2$ мм). Если же при некотором увеличении M_P ширина P размытия краев изображений двух точек становится равной K , то такие две точки, очевидно, при дальнейшем увеличении ($M > M_P$) воспримутся глазом как одна точка. Увеличение M_P — максимально полезное (разумное) увеличение.

Идеальной резкости теневого изображения нельзя достигнуть по нескольким причинам. Одна из них — размытие края изображения вследствие френелевой дифракции (рис. 2, а):

$$P_D = (a\lambda)^{1/2}, \quad (3)$$

где a — расстояние объекта от источника; λ — длина волны используемого излучения. Обусловленное этим расширением наименьшее расстояние δ_t между двумя соседними точками объекта, изображения

которых еще можно видеть раздельно, — теоретическая разрешающая способность микроскопа:

$$\delta_r = P_D/M = (a\lambda)^{1/2}/M. \quad (4)$$

Таким образом, теоретическая разрешающая способность рентгеновского микроскопа на два порядка выше, чем светового микроскопа.

Однако геометрические факторы (в частности, размер фокуса f трубки) резко снижают разрешающую способность микроскопа. Конечные размеры f источника излучения ухудшают теоретическую разрешающую способность вследствие образования полутеней у края изображения каждой точки объекта (рис. 2, б):

$$P_f = f(b - a)/a = fM. \quad (5)$$

Ширина полутени P_f , зависящая от размера источника f и увеличения M , определяет геометрическое разрешение микроскопа:

$$\delta_f = P_f/M = f.$$

Следовательно, геометрическое разрешение не может быть выше, чем размер фокуса.

Изображение деталей структурных составляющих в рентгеновском теновом микроскопе можно получить и при другой геометрии съемки, — когда фотопластинка придвинута вплотную к образцу. В этом случае размытие изображения получается весьма малым даже при использовании обычных рентгеновских трубок с размером фокуса ~ 1 мм². Однако увеличивать изображение в этом случае нужно фотографическим путем. Это требует применения специальных мелкозернистых фотоматериалов с высокой разрешающей способностью, допускающих большие увеличения.

Получаемое в рентгеновском микроскопе изображение формируется всей толщиной исследуемого образца. Для достижения большей разрешающей способности метода нужно применять образцы, толщина которых сравнима с лучевым размером ожидаемых неоднородностей.

Качество изображения в значительной степени зависит от контрастности, которая в свою очередь определяется различием в коэффициентах μ ослабления излучения анализируемыми структурными неоднородностями. Это различие тем больше, чем больше сами коэффициенты поглощения. Поэтому желательно применять мягкое излучение, так как в интервале, не включающем край полосы поглощения, $\mu \approx \lambda^3$. Иногда целесообразно проводить съемку в нескольких излучениях. Но, с другой стороны, увеличение степени поглощения приводит к увеличению экспозиции и, кроме того, влечет за собой снижение разрешающей способности из-за увеличения френелевского рассеяния. Таким образом, в каждом конкретном случае нужно выбирать наиболее оптимальные условия съемки.

Линейный коэффициент ослабления μ резко повышается с увеличением плотности и атомного номера Z . Выделения тяжелого элемента в матрице с малой плотностью всегда различаются на изображении как светлые участки на темном фоне. В противоположность этому пустоты либо включения легких элементов выглядят как темные участки. Чтобы различить участки с мало отличающимися атомными номе-

рами, нужно выбирать излучение, обеспечивающее получение максимальной разницы в коэффициентах поглощения для этих элементов. Эти условия удовлетворяются, если длина волны применяемого излучения располагается между K -краями полосы поглощения элементов. В этом случае неоднородности, содержащие элемент с меньшими z , имеют большее значение μ и поэтому на снимке им соответствуют участки с меньшим почернением.

Цель работы: 1. Ознакомиться с принципом работы рентгеновского теневого микроскопа.

2. Получить рентгеновское теневое изображение металлического и биологического объектов.

Содержание работы. Работу выполняют на рентгеновском аппарате с микрофокусной трубкой. Съёмки проводят по схеме рис. 1, а. На фотопластинке получают увеличенное изображение исследуемого объекта. Разрешение при указанной геометрии определяется размером эффективного фокуса. Для трубки БСМ-1 он составляет 40×200 мкм, для трубки БСВ-7 — около 100 мкм. Возле трубки на длинной оптической скамье устанавливают две подставки: на одной из них, расположенной вблизи окошка рентгеновской трубки, укрепляют образец, теневое изображение которого следует получить, а на второй крепят фотопластинку.

Порядок выполнения работы: 1. Укрепить объект вблизи окошка рентгеновской трубки. Измерить расстояние от оси трубки до объекта с точностью до 1 мм.

2. Конверт из черной бумаги с рентгеновской пленкой вставить в соответствующую подставку.

3. Перемещая подставку с рентгеновской пленкой по оптической скамье, установить ее перпендикулярно к направлению пучка на таком расстоянии от источника излучения (трубки), чтобы увеличенное изображение объекта на светящемся экране не превышало размера пленки. Расстояние от источника до пленки измерить с точностью до 1 мм.

4. Выбрать режим съёмки, включить аппарат и произвести экспонирование.

5. Обработать снимок.

6. Отпечатать изображение на фотобумаге.

Вопросы для самопроверки: 1. В чем заключается преимущество рентгеновского теневого микроскопа перед оптическим и электронным?

2. Что называется полезным увеличением рентгеновского теневого микроскопа?

3. Чем ограничено максимально полезное увеличение рентгеновского микроскопа?

4. Какие требования предъявляют к рентгеновской трубке в рентгеновском теном микроскопе?

Список литературы: [39], с. 311—317; [74], с. 571—590.

4. МИКРОФОТОМЕТРИРОВАНИЕ РЕНТГЕНОГРАММ

Краткие общие и теоретические сведения. Регистрируя дифракционную картину или спектр фотографическим способом, интенсивность измеряют фотометрированием. Интенсивность каждого отражения рентгенограммы характеризуется плотностью почернения D . Последняя

численно равна десятичному логарифму отношения интенсивности i_0 лучей света, падающих на рентгенограмму, к интенсивности i лучей, прошедших через участок рентгенограммы, подвергшийся действию рентгеновских лучей:

$$D = \lg(i_0/i). \quad (1)$$

Для неэкспонированного участка пленки, подвергнутой фотообработке, $D = D_b \neq 0$. Величина D_b — это собственная вуаль. Разность между плотностью почернения данной линии D и D_b дает значение абсолютной плотности почернения:

$$D - D_b = \lg(i_0/i) - \lg(i_0/i_b) = \lg(i_b/i). \quad (2)$$

Зависимость между плотностью почернения и интенсивностью излучения, вызвавшей это почернение, описывается характеристической кривой почернения эмульсии. Чтобы соотношение интенсивности рентгеновских отражений можно было оценивать по соотношению их плотностей почернения, значения абсолютного почернения сравниваемых участков рентгенограммы не должны выходить за пределы прямолинейного участка характеристической кривой почернения. Обычно этот участок соответствует интервалу значений плотности почернения 0,3—1,0.

Чаще всего требуется определить ширину рентгеновских отражений и их интегральную интенсивность. Для этого нужно построить кривую распределения плотности почернения каждой линии. Это достигается последовательным определением почернения в очень узких участках линий рентгенограммы. Полученное распределение плотности почернения покажет распределение интенсивности в рентгеновских отражениях.

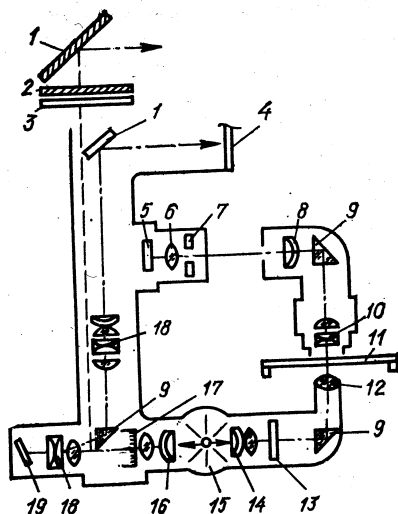
Плотность почернения определяют с помощью микрофотометров (рис. 3). Рентгенограмму помещают на каретку столика микрофотометра, сдвигаемую относительно узкого пучка света вручную с помощью микровинта. Пучок света, пройдя через рентгенограмму и оптическую систему, попадает на фотоэлемент, в цепи которого возникает фототок. Сила фототока пропорциональна интенсивности света, прошедшего через данный участок рентгенограммы, и измеряется зеркальным гальванометром.

При визуальном фотометрировании силу тока в цепи фотоэлемента регистрируют в логарифмическом масштабе. Показания шкалы, соответствующие $\lg i$, дают значения плотности почернения с точностью до постоянной, равной $\lg i_0$. Если показания логарифмической шкалы для вуали пленки с помощью светофильтра установить на нуль, то для остальных участков рентгенограммы показания шкалы будут соответствовать абсолютному почернению.

Чтобы получить плавную фотометрическую кривую, наиболее точно описывающую распределение энергии рентгеновских лучей данного отражения, нужно правильно выбрать ширину и высоту измерительной щели перед фотоэлементом, так как они ограничивают участок на рентгенограмме, для которого определяется усредненная по его площади плотность почернения. Естественно, что чем меньше этот участок, тем более точно распределение плотности почернения.

Рис. 3. Оптическая схема микрофотометра МФ-4:

1 — зеркало; 2 — фотопластинка; 3 — цилиндрическая линза; 4 — отсчетный экран со значениями плотности почернения; 5 — фотоэлемент; 6 — фокусирующая линза; 7 — измерительные щели; 8 — линза-насадка; 9 — призма; 10 — проецирующий объектив; 11 — предметный столик; 12 — осветительный объектив; 13 — источник света; 14 — конденсор шкалы; 15 — шкала; 16 — проектор; 17 — зеркало гальванометра; — — — — — ход луча при визуальной регистрации; — — — — — ход луча при регистрации на фотопластинку



Однако есть и нижний предел значений площади измерительной щели. Нужно, чтобы плотность почернения по площади измерительной щели сильно не отличалась от ее среднего значения для смежных участков рентгенограммы. В противном случае фотометрическая кривая будет ломаной линией. Для слабых размытых линий размер этого участка должен быть большим, чем для сильных и узких. Максимальная же ширина измерительной щели не должна превышать 25% ширины фотометрической линии. Высота щели определяется формой линии на рентгенограмме. Эта высота должна быть не больше, чем размер участка рентгеновской линии, который можно считать прямолинейным. Дебаграммы фотометрируют вдоль их средней линии — экватора.

Перед началом фотометрирования следует проверить, не вышла ли плотность почернения фотометрируемых отражений за пределы линейного участка характеристической кривой. Для этого при выбранных значениях измерительной щели следует установить $D_v = 0$, а затем убедиться, что для самого темного участка фотометрируемого отражения $D \leq 1,0 \div 1,1$.

Микрофотометр МФ-4 снабжен механизмом для автоматической регистрации степени прозрачности (i/i_0) на фотопластинку. Перестройку полученных кривых в кривые распределения плотности почернения производят логарифмированием.

Описанная методика применима также и для микрофотометрирования спектрограмм.

Цель работы: 1. Ознакомиться с устройством микрофотометра МФ-4 и правилами работы на нем.

2. Получить кривые распределения плотности почернения двух дебаевских линий рентгенограммы, соответствующих отражениям K_{α} - и K_{β} -характеристического излучения от одного и того же семейства кристаллографических плоскостей.

3. Найти отношение интенсивностей K_{α} - и K_{β} -линий характеристического спектра.

Содержание работы. Фотометрирование выбранных двух линий рентгенограмм проводят на микрофотометре МФ-4 при визуальной регистрации кривых распределения почернения. Рентгенограмму помещают на каретку столика микрофотометра. Изображение рентгенограммы на экране фотоэлемента фокусируют. Каретку с рентгенограммой устанавливают так, чтобы осветительная и измерительная щели были касательными к фотометрируемым линиям в точке пересечения их с экватором рентгенограммы.

В соответствии с формой и шириной фотометрируемых линий выбирают размеры измерительной щели и проверяют, не выходит ли значение плотности почернения этих линий за пределы прямолинейного участка характеристической кривой. Затем к измерительной щели подводят участок, соответствующий фону рентгенограммы и отстоящий от измеряемой линии на несколько миллиметров. С помощью микровинта перемещают рентгенограмму так, чтобы измеряемая линия приближалась к измерительной щели, и через каждые 0,05 мм записывают значения плотности почернения, считываемые по логарифмической шкале.

Промерив обе выбранные линии, на миллиметровой бумаге строят кривые распределения плотности почернения; по оси ординат откладывают плотность почернения D , а по оси абсцисс — смещение рентгенограммы в миллиметрах. Интегральную интенсивность отражения определяют как площадь, ограниченную фотометрической кривой и линией фона рентгенограммы. Отношение соответствующих площадей K_{α} - и K_{β} -линий и представляет собой отношение интенсивностей K_{α} - и K_{β} -линий характеристического излучения.

Порядок выполнения работы: 1. Включить микрофотометр в сеть.

2. Поместить рентгенограмму на каретку столика и прижать ее чистым стеклом.

3. Сфокусировать изображения рентгенограммы и осветительной щели на экране перед фотоэлементом.

4. Установить нужные размеры измерительной щели. Она должна находиться посередине изображения осветительной щели.

5. Подвести под измерительную щель неэкспонированный участок рентгенограммы и установить на нуль логарифмическую шкалу.

6. Проверить, не выходит ли значение абсолютного почернения самого темного участка фотометрируемых линий за 1,0—1,1.

7. Профотометрировать выбранные две линии рентгенограммы.

8. Построить кривые распределения плотности почернения профотометрированных линий и определить площади, ограниченные этими кривыми и линией фона.

9. Найти отношение интенсивностей K_{α} - и K_{β} -линий характеристического спектра.

Вопросы для самопроверки: 1. Нарисуйте кривую зависимости между плотностью почернения и энергией рентгеновского излучения, вызвавшего это почернение.

2. Каково ожидаемое соотношение интенсивностей K_{α} - и K_{β} -линий характеристического спектра?

3. В каком случае соотношение интенсивностей рентгеновских отражений равно отношению их плотностей почернения?

4. Какова связь между прозрачностью и плотностью почернения?
Список литературы: [15], с. 43—50; [78], с. 90—101.

5. СЪЕМКА НЕПОДВИЖНОГО МОНОКРИСТАЛЛА В ПОЛИХРОМАТИЧЕСКОМ ИЗЛУЧЕНИИ (МЕТОД ЛАУЭ)

Краткие общие и теоретические сведения. Метод основан на изучении интерференционной картины, получающейся при взаимодействии полихроматического рентгеновского излучения (сплошного спектра) с трехмерной кристаллической решеткой. Интерференционные максимумы наблюдаются в тех направлениях, для которых одновременно удовлетворяются три интерференционных уравнения:

$$\left. \begin{aligned} a(\cos \varphi - \cos \varphi_0) &= h\lambda \\ b(\cos \psi - \cos \psi_0) &= k\lambda \\ c(\cos \eta - \cos \eta_0) &= l\lambda \end{aligned} \right\}, \quad (1)$$

где a, b, c — ребра элементарной ячейки (осевые векторы); $\varphi_0, \psi_0, \eta_0$ — углы, образуемые направлением первичного пучка с осевыми векторами элементарной ячейки; φ, ψ, η — углы, образуемые направлением интерференционного максимума с осевыми векторами элементарной ячейки; h, k, l — целые числа, индексы интерференции; λ — длина волны. При фиксированных значениях $\varphi_0, \psi_0, \eta_0$ и λ уравнения (1) в общем случае не имеют совместного решения, так как φ, ψ, η связаны между собой еще и четвертым уравнением, включающим направляющие косинусы. В связи с этим необходимо сделать переменной еще одну величину. В данном методе такой величиной является λ .

Метод Лауэ применяют, определяя элементы симметрии кристаллов, имеющих выраженную огранку, и ориентацию кристаллов, не имеющих правильной огранки.

Цель работы: 1. Получить рентгенограмму с монокристалла NaCl при направлении съемки [100].

2. Построить гномолинейную проекцию по рентгенограмме.

3. Индицировать полученную рентгенограмму.

4. Построить гномостереографическую проекцию.

Содержание работы. Снимают рентгенограмму на просвет (рис. 4) в излучении вольфрамового анода; напряжение на трубке 50—60 кВ. Съемку проводят на плоскую пленку P в камере, снабженной держателем с гониометрической головкой (рис. 5). Головка позволяет придавать кристаллу нужную ориентировку поворотом вокруг взаимно перпендикулярных осей. Образцом служит пластинка толщиной около 1 мм, отколота по плоскости спайности от монокристалла NaCl. В центре кассеты укрепляют свинцовый кружок, чтобы предохранить пленку от засвечивания первичным пучком. Кассету устанавливают на расстоянии $R = 40$ мм от кристалла. Типичная лауэграмма кристалла NaCl при направлении съемки [100] показана на рис. 6.

Построение гномолической проекции. За плоскость проекции принимают плоскость рентгенограммы. Расстояние от центра рентгено-

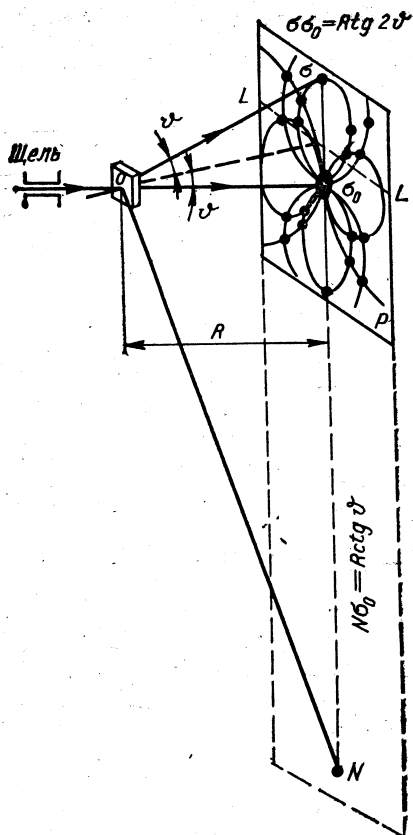


Рис. 4. Схема съемки:

O — монокристалл; P — плоская пленка; $O\sigma_0$ — первичный пучок; $O\sigma$ — отраженный пучок; LL — линейная проекция отражающей плоскости; ON — нормаль к ней; N — гномоническая проекция отражающей плоскости

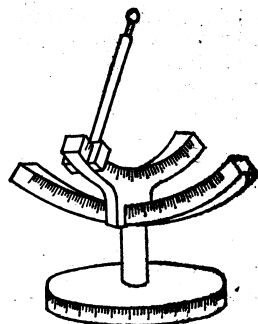


Рис. 5. Гониометрическая головка

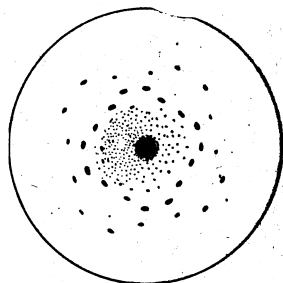


Рис. 6. Лауэграмма кристалла NaCl

граммы до рефлекса равно $R \tan 2\theta$, а гномоническая проекция изображится точкой N , удаленной от центра рентгенограммы на $R \cot \theta$ и расположенной на продолжении прямой, соединяющей рефлекс с центром рентгенограммы (см. рис. 4).

Первоначально по данным табл. 1 для выбранного расстояния $R = 40$ мм строят на плотной бумаге гномоническую линейку (рис. 7). Гномоническую проекцию строят следующим образом. С помощью булавки совмещают центр рентгенограммы с начальной точкой O гномонической линейки и скрепляют их вместе на листе бумаги (рис. 8). Нумеруют пятна на рентгенограмме, а затем, поворачивая линейку вокруг точки O и совмещая поочередно каждый рефлекс рентгенограммы с правым плечом линейки, отсчитывают соответствующее рефлексу значение θ . Против этого же значения на левом плече линейки отмечают

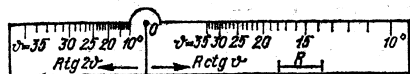


Рис. 7. Гномоническая линейка

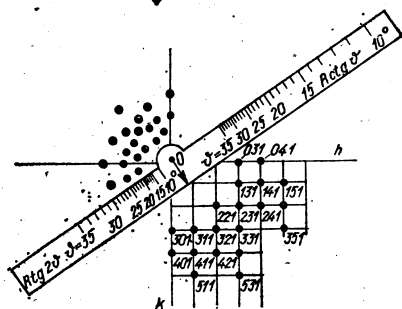


Рис. 8. Схема построения гномонической проекции и индирования рентгенограммы NaCl

точку на подложенном листе бумаги. У каждой точки ставят соответствующий номер пятна. Найденные таким образом точки представляют собой гномолинейные проекции отражающих плоскостей.

Проводя через полученные точки семейства параллельных линий, получают узловую сетку, повторяющую в измененном масштабе плоскость обратной решетки. При этом гномонические проекции, соответствующие рефлексам какого-либо зонального эллипса, должны укладываться на прямые линии, что следует из свойства гномолинейной проекции зоны плоскостей. Форма ячейки полученной узловой сетки отражает симметрию исследуемого кристалла в направлении первичного пучка при рентгено съемке. В заданных условиях (первичный пучок направлен вдоль $[100]$) эти ячейки должны быть квадратными со стороны l , равной расстоянию от образца до пленки.

Индирование рентгенограммы проводят следующим образом. Можно принять, что плоскость проекции находится на единичном расстоянии от начала координат. Тогда для всех точек, лежащих в вершинах ячеек узловой сетки, третья координата равна единице. Для определения двух других координат нумеруют параллельные прямые узловой сетки. Координаты точек будут x , y и 1 . Теперь от координат точек легко перейти к их индексам. Если x и y целые числа, т. е. точка лежит в вершине квадрата, то $h = x$, $k = y$ и $l = 1$. При дробных значениях x и y приводят все три числа к общему знаменателю и отбрасывают его. Тогда для точек, лежащих внутри квадратов, третий индекс получается больше единицы. Индирование проводят с точностью до постоянного множителя.

Из принципа построения гномолинейной проекции следует, что плоскости с кратными индексами проецируются в одну и ту же точку. Лауэ-пятно может быть результатом дифракции нескольких гармоник сплошного спектра (λ , $\lambda/2$, $\lambda/3$, ...) на семействах плоскостей с крат-

Таблица 1

θ°	8	10	12	14	16	18	19	20	21	22	23	24	25	26
$R \lg 2\theta$														
$R \text{ctg } \theta$														

ской системы справедливо соотношение

$$\cos \varphi = \frac{u_1 u_2 + v_1 v_2 + w_1 w_2}{\sqrt{u_1^2 + v_1^2 + w_1^2} \sqrt{u_2^2 + v_2^2 + w_2^2}}. \quad (2)$$

Порядок выполнения работы: 1. С помощью гониометрической головки установить пластинку NaCl перпендикулярно к первичному пучку; зарядить кассету рентгеновской пленкой и произвести экспозицию.

2. Построить на плотной бумаге гномоническую линейку.

3. Пронумеровать рефлексы на рентгенограмме и перенести их на кальку. (В силу симметрии рентгенограммы можно переносить на кальку не всю рентгенограмму, а лишь ее половину или четверть.)

4. Построить гномолинейную проекцию рентгенограммы. Убедиться, что ячейки узловой сетки являются квадратами со стороной около 40 мм. Проверить, расположились ли на одной прямой все гномонические точки, соответствующие Лауэ-пятнам, расположенным на одном зональном эллипсе. Произвести индизирование.

5. Построить гномостереографическую проекцию. Для этого на лист кальки по центру его перенести интерференционные пятна с теми же номерами, что и на рентгенограмме. Затем поступить так, как это уже описано.

6. Убедиться в том, что направление съемки кристалла [100]. Для этого сопоставить полученную гномостереографическую проекцию со стандартными гномопроекциями для кристалла данной системы в различной ориентации, приведенными в [16].

Вопросы для самопроверки: 1. Какие структурные задачи можно решать методом Лауэ?

2. Что такое гномолинейная проекция и для чего ее строят?

3. Какова связь между симметрией кристалла в направлении съемки, симметрией лауэграммы и ее гномонической проекцией?

4. Что такое гномостереографическая проекция и для чего ее строят?

5. Каковы недостатки метода Лауэ?

Список литературы: [4], с. 102—109; [9], с. 110—120; [14], с. 239—252; [15], с. 193—198; [16], с. 78—83; [50], с. 369—376; [74], с. 66—69; [78], с. 147—158.

6. СЪЕМКА ВРАЩАЮЩЕГОСЯ МОНОКРИСТАЛЛА В МОНОХРОМАТИЧЕСКОМ ИЗЛУЧЕНИИ (МЕТОД РЕНТГЕНОГРАММ ВРАЩЕНИЯ)

Краткие общие и теоретические сведения. Совместное решение трех интерференционных уравнений для трехмерной решетки при монохроматическом излучении можно реализовать, если переменна ориентация кристалла по отношению к направлению первичного пучка, что осуществляется вращением или качанием кристалла. Дифракционная сфера пересекает узлы вращающейся обратной решетки (рис. 10), и в соответствующих направлениях наблюдаются интерференционные максимумы.

Если вращать кристалл вокруг кристаллографического направления, перпендикулярного к плоскостям обратной решетки, густо

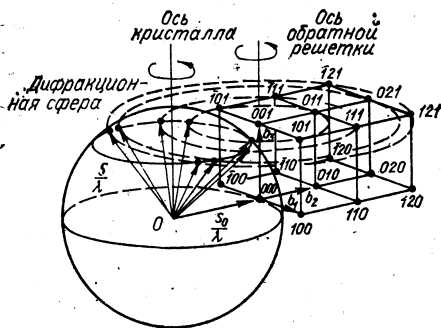


Рис. 10. Построения в обратной решетке, поясняющие происхождение слоевых линий на рентгенограмме вращения

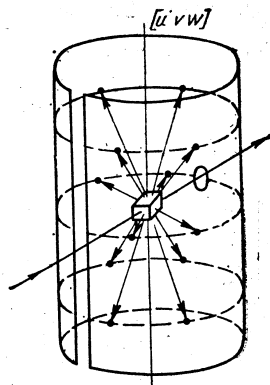


Рис. 11. Схема съемки вращающегося кристалла на цилиндрическую пленку

усеянным узлами (рис. 11), то наблюдаемые на рентгенограмме интерференционные пятна располагаются по параллельным прямым, перпендикулярным к оси вращения. Их называют слоевыми линиями. В случае кристаллов кубической системы это означает, что направление оси вращения должно иметь малые индексы.

Для метода вращения справедливо соотношение

$$A (\cos \varphi_n - \cos \varphi_0) = n\lambda, \quad (1)$$

где A — период идентичности вдоль оси вращения кристалла; φ_0 — угол между осью вращения и направлением первичных лучей; φ_n — угол между осью вращения и интерференционным лучом; λ — длина волны; n — целое число, указывающее порядок интерференционного конуса (номер слоевой линии). Соотношение (1) позволяет определить длину ребер элементарной ячейки. Для этого вдоль оси вращения кристалл должен быть установлен своими направлениями $[100]$, $[010]$ и $[001]$. Проводя съемки при вращении вокруг плоских и телесных диагоналей элементарной ячейки, можно определить ее центрированность, т. е. найти трансляционную группу. Из анализа имеющихся интерференций и соотношения их интенсивностей устанавливают координаты частиц, составляющих базис решетки.

Цель работы: 1. Получить рентгенограмму вращения от монокристалла NaCl при оси вращения $[001]$.

2. Вычислить период идентичности в направлении оси вращения; определить число ионов в элементарной ячейке.

3. Индексировать рентгенограмму и определить трансляционную группу.

Содержание работы. Снимают рентгенограмму в камере вращения с цилиндрической кассетой диаметром 57,3 мм в излучении медного или железного анода. Образцом служит призматический монокристалл каменной соли длиной 8—12 мм, отколотый по плоскости спайности и слегка протравленный водой. Образец устанавливают в столике ка-

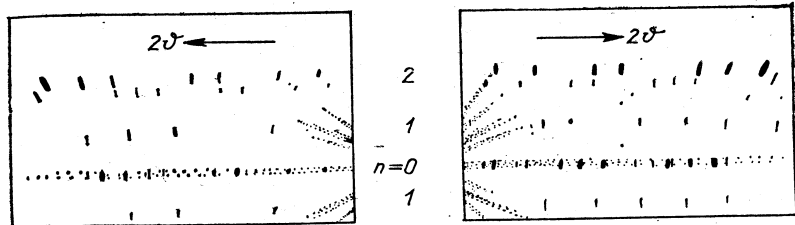


Рис. 12. Рентгенограмма вращения кристалла NaCl в излучении медного анода

меры и центрируют так, чтобы при вращении столика не было биения, если рассматривать образец с помощью лупы через коллиматор камеры. Рентгенограмма вращения кристалла NaCl вокруг направления [001] приведена на рис. 12.

Вычисление периода идентичности. Поскольку первичный пучок направлен перпендикулярно к оси вращения, то $\cos \varphi_0 = 0$. Поэтому период идентичности вдоль оси вращения

$$A = n\lambda / \cos \varphi_n. \quad (2)$$

Если съемку проводят в монохроматизированном излучении, то наряду с отражениями K_α -лучей на рентгенограмме наблюдаются и отражения K_β -излучения. Эти отражения также образуют слоевые линии, но расположенные на другом уровне, кроме нулевой слоевой линии, на которой находятся и K_α - и K_β -отражения.

Введем угол

$$\mu_n = \pi/2 - \varphi_n. \quad (3)$$

Поскольку (рис. 13)

$$\operatorname{tg} \mu_n = l_n / R, \quad (4)$$

где l_n — расстояние между n -й и нулевой слоевыми линиями, измеренное на рентгенограмме; R — радиус камеры, то период идентичности вдоль оси вращения

$$A = n\lambda / \sin \mu_n. \quad (5)$$

Число формульных единиц в элементарной ячейке определяется из соотношения

$$N = \rho V / M m_H, \quad (6)$$

где ρ — плотность (для каменной соли $\rho = 2170 \text{ кг/м}^3$); V — объем элементарной ячейки, вычисляемый по найденному периоду решетки; M — вес формульной единицы (для каменной соли $M = 53,45$); m_H — масса атома водорода ($m_H = 1,65 \cdot 10^{-24} \text{ г}$). Число ионов в элементарной решетке NaCl равно $2N$.

Индексирование рентгенограммы. Находя индексы h, k, l интерференционных пятен на рентгенограмме вращения, используют связь между этими индексами, номером слоевой линии и индексами оси вращения:

$$uh + vk + \omega l = n. \quad (7)$$

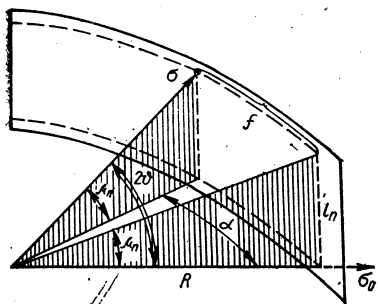


Рис. 13. К выводу соотношения между углами θ , α и μ

В рассматриваемых условиях съемки два индекса оси вращения равны нулю, а один — единице. Примем, что $\omega = 1$. Тогда $l = n$, т. е. третий индекс для всех интерференций, принадлежащих одной слоевой линии, остается постоянным и равен номеру слоевой линии. Таким образом, на нулевой слоевой линии лежат интерференции с индексами типа $(hk0)$, на первой слоевой линии — типа $(hk1)$ и т. д.

Чтобы определить два других неизвестных индекса, нужно прежде всего для каждого пятна найти значение угла θ Вульфа — Брэгга. Как видно из рис. 13,

$$\cos 2\theta = \cos \alpha \cos \mu_n, \quad (8)$$

где $\alpha = f/R$ рад; f — расстояние, измеренное вдоль слоевой линии от пятна до вертикальной линии, проходящей через центр рентгенограммы; оно равно половине расстояния между симметричными пятнами на одной и той же слоевой линии. При $R = 28,7$ мм $\alpha^\circ = 2f$ мм. Найдя $\cos 2\theta$, вычисляют

$$\sin^2 \theta = \frac{(1 - \cos 2\theta)}{2}.$$

С другой стороны, для кубической системы

$$h^2 + k^2 + l^2 = (4a^2/\lambda^2) \sin^2 \theta, \quad (9)$$

где a — период решетки, найденный по формуле (5); h, k, l — целые числа; поэтому значение правой части должно быть близко к целому числу. Найдя величину $h^2 + k^2 + l^2$ для каждого пятна и учитывая, что $l = n$, находят целые числа h и k , удовлетворяющие указанным условиям.

Порядок выполнения работы: 1. Установить в камере и отъюстировать образец, зарядить рентгеновскую пленку. Закрепить камеру у окна рентгеновской трубки так, чтобы через нее проходил пучок максимальной интенсивности (на светящемся экране должна быть видна тень от образца). Включив моторчик, привести столик камеры во вращение с частотой 1—2 об/мин.

2. На рентгенограмме пронумеровать слоевые линии, а на них — интерференционные пятна, начиная с нулевой слоевой линии, влево и вправо от центра рентгенограммы (т. е. от места выхода первичного пучка).

3. Через центры интерференционных пятен, расположенных вдоль каждой слоевой линии, провести под линейку прямые и измерить расстояния между слоевыми линиями l_1, l_2, l_3 . По соотношениям (4) и (5) определить μ_n и период идентичности в направлении $[001]$. Сравнить измеренный период идентичности с табличным значением ($a_{\text{табл}} = 0,564$ нм).

Нулевая слоевая линия: $\mu_0 = 0$; $\cos \mu_0 = 1$

$2f$ мм	$f = \theta^\circ$	$\sin^2 \theta$	$h^2 + k^2 + l^2$	(hkl)

Таблица 3

Первая слоевая линия: $\mu_1 = \dots$; $\cos \mu_1 = \dots$

$2f$ мм = α°	$\cos 2\theta = \cos \mu_1 \cos \alpha$	$\sin^2 \theta = \frac{1 - \cos 2\theta}{2}$	$h^2 + k^2 + l^2$	(hkl)

Таблица 4

Вторая слоевая линия: $\mu_2 = \dots$; $\cos \mu_2 = \dots$

$2f$ мм = α°	$\cos 2\theta = \cos \mu_2 \cos \alpha$	$\sin^2 \theta = \frac{1 - \cos 2\theta}{2}$	$h^2 + k^2 + l^2$	(hkl)

4. Измерить расстояния между симметричными пятнами на каждой слоевой линии. Результаты измерений, расчетов и индирования записать в табл. 2—4.

5. Отделить интерференционные пятна от K_α - и K_β -излучений на нулевой слоевой линии, пользуясь тем, что $\sin \theta_\beta / \sin \theta_\alpha \approx 0,9$, и учитывая, что K_α -излучение примерно в 5 раз интенсивнее, чем K_β .

6. Определить закон погасания и убедиться в том, что интерференций с индексами различной четности нет, т. е. что трансляционная группа для каждой из подрешеток каменной соли — гранецентрированная.

7. Сопоставить интенсивности интерференций с четными и нечетными индексами, определить число атомов в элементарной ячейке и сделать вывод о векторе смещения двух подрешеток для структуры типа NaCl.

Вопросы для самопроверки: 1. Какие структурные задачи можно решать с помощью метода рентгенограмм вращения?

2. От чего зависит число слоевых линий на рентгенограмме вращения?

3. По каким признакам разделяют интерференционные пятна от K_α - и K_β -излучений на нулевой слоевой линии?

4. Как индицируют рентгенограммы?

Список литературы: [4], с. 109—113; [9], с. 99—107; [14], с. 222—232; [15], с. 209—217; [50], с. 360—369; [61], с. 167—184; [78], с. 158—171.

7. РЕНТГЕНОГРАФИЧЕСКОЕ ВЫЯВЛЕНИЕ ДИСЛОКАЦИОННОЙ СТРУКТУРЫ МОНОКРИСТАЛЛА ПО ЭФФЕКТУ АНОМАЛЬНОГО ПРОХОЖДЕНИЯ РЕНТГЕНОВСКИХ ЛУЧЕЙ

Краткие общие и теоретические сведения. Для изучения дислокационной структуры монокристаллов в работе применяют метод, основанный на эффекте аномального прохождения рентгеновских лучей (эффект Бормана), часто называемый для краткости методом Бормана.

Явление аномального прохождения рентгеновских лучей заключается в аномально высокой интенсивности монохроматического рентгеновского пучка, прошедшего через идеальный кристалл, который находится в строго отражающем положении относительно определенных кристаллографических плоскостей, когда толщина t достаточно велика и $\mu t \gg 1$ (μ — линейный коэффициент ослабления).

Пучок рентгеновских лучей от фокуса размером f рентгеновской трубки (рис. 14) падает на кристалл k , установленный в отражающее положение. От поверхности выхода распространяются два монохроматических пучка рентгеновских лучей: R_t — прошедший пучок; R_D — дифрагировавший пучок. Оба пучка можно зарегистрировать на фотопластинке P . При хорошем совершенстве кристалла интенсивность обоих пучков одинакова и картины, выявляемые при увеличении обоих рефлексов, повторяют друг друга. Рентгеновскую пленку располагают либо вплотную к кристаллу, либо на небольшом расстоянии от него. Во втором случае минимальное расстояние от образца до пленки определяется расстоянием, на котором начинают расходиться прошедший и дифрагировавший пучки:

$$L = (f/2) \operatorname{ctg} \vartheta. \quad (1)$$

Картина, получаемая после проявления пленки, называется рентгеновской топограммой.

Явление аномального прохождения очень чувствительно к нарушениям периодичности в кристалле. Искажения решетки, например вокруг дислокационной линии, уменьшают эффект аномального прохождения, вызывая локальное увеличение коэффициента поглощения. Вследствие этого на фотографических изображениях, образованных как в прошедшем, так и в отраженном пучках, на фоне темного рефлекса появляются светлые линии, соответствующие дислокационным линиям.

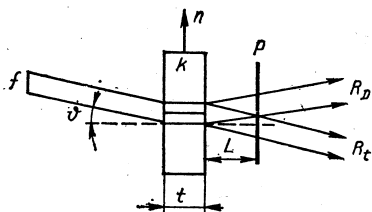


Рис. 14. Схема съемки по методу Бормана

Ширина изображения отдельных дислокационных линий на рентгеновских топограммах в зависимости от геометрии съемки составляет 5—50 мкм. Это и определяет максимальную плотность дислокаций в кристалле, при которой их можно выявить раздельно. В методе Бормана это значение плотности составляет $\sim 10^4 \text{ см}^{-2}$.

Степень контраста и выявляемость дислокаций существенно зависят от ориентации вектора Бюргерса $\vec{b}$ дислокации по отношению к отражающей плоскости. Дислокация выявляется тем легче, чем меньше угол между ее вектором Бюргерса и нормалью к отражающей плоскости. Условие максимального контраста на топографическом изображении таково: $(\vec{n} \cdot \vec{b}_1) = 1$, где $\vec{n}$ и $\vec{b}_1$ — единичные векторы вдоль нормали к отражающей плоскости и вдоль вектора Бюргерса соответственно. Условие нулевого контраста для винтовой дислокации $(\vec{n} \cdot \vec{b}_1) = 0$, для краевой $(\vec{n} \cdot \vec{b}_1) = 0$ и $[\vec{n} \cdot \vec{l}] = 0$, где $\vec{l}$ — единичный вектор вдоль линии дислокации. Сравнивая степень контраста в изображении одной и той же дислокации на снимках, полученных от различных отражающих плоскостей, можно определить направление вектора Бюргерса этой дислокации. Наиболее четко выявляются дислокации, расположенные в образце ближе к его выходной поверхности.

По топографическому изображению можно определять плотность дислокаций в кристалле, характер строения дислокационных линий, кристаллографические направления их участков, глубину залегания характерных точек на дислокационных линиях. Рентгеновская дифракционная топография дает изображение облучаемого участка кристалла в натуральную величину. Поэтому для рентгеновских топограмм используют мелкозернистую эмульсию, которая дает возможность получать отпечатки со значительным увеличением.

Цель работы: 1. Получить топографическое изображение пластин монокристалла (кремния или германия) методом аномального прохождения от кристаллографических плоскостей, перпендикулярных к поверхности.

2. По полученному изображению определить плотность дислокаций монокристалла.

Содержание работы. Монокристалл для топографических съемок по методу Бормана представляет собой пластинку толщиной 0,5—1 мм. Образец устанавливают в отражающее положение с помощью специального приспособления, позволяющего вращать образец вокруг нормали к его поверхности и вокруг оси, лежащей на его поверхности (оси гониометра). Находят отражающее положение кристалла с помощью счетчика. Следует убедиться, что в неотражающем положении нет прошедшего пучка, а в отражающем положении интенсивность обоих пучков одинакова. Аномально прошедший и отраженный рентгеновские пучки регистрируются на мелкозернистую рентгеновскую пленку типа «МК». Ее разрешающая способность около 400 линий/мм.

Порядок выполнения работы: 1. Подсчитать значение μt исследуемой пластины монокристалла по данным о массовом коэффициенте ослабления при выбранном характеристическом излучении и плотности монокристалла (для Ge $\rho = 5320$ кг/м³; для Si $\rho = 2330$ кг/м³).

2. Установить исследуемый образец в отражающее положение. При ориентации пластины (111) отражающими служат плоскости (220). Убедиться, что при этом появляются прошедший и дифрагировавший пучки.

3. Рассчитать минимальное расстояние от образца до пленки для получения раздельного изображения в прошедшем и дифрагировавшем пучках. Установить на этом расстоянии кассету с пленкой, произвести съемку. Проявить и высушить пленку. Отпечатать снимок с необходимым увеличением (около 50).

4. По полученному топографическому изображению рассчитать плотность дислокаций в кристалле. Для этого на увеличенном изображении провести прямую произвольной длины s и подсчитать число дислокационных линий N , пересекающих эту прямую. Это число соответствует количеству дислокаций, пересекающих площадь кристалла, определяемую произведением толщины кристалла t на длину проведенного отрезка в масштабе образца. Поэтому

$$\rho_d = NM/ts \text{ см}^{-2},$$

где M — линейное увеличение снимка.

Вопросы для самопроверки: 1. Почему при плотности дислокаций $\rho_d > 10^4 \text{ см}^{-2}$ не разрешаются отдельные дислокационные линии на топографическом изображении?

2. Какие характеристики дислокационной структуры монокристаллов можно изучать методом аномального прохождения?

3. Какие требования предъявляют к фотоматериалам, предназначенным для регистрации топографических изображений?

4. Какой спектральный состав имеют пучки R_i и R_D , если спектр первичного пучка смешанный?

Список литературы: [15], с. 222—225; [26], с. 234—236; [61], с. 278—280; [77], с. 215—222.

8. СЪЕМКА КРИВЫХ ОТРАЖЕНИЯ ПО СХЕМЕ ДВОЙНОГО КРИСТАЛЛ-СПЕКТРОМЕТРА

Краткие общие и теоретические сведения. В работе предлагается изучить степень структурного совершенства монокристаллов методом двухкристалльной спектрометрии. Этот метод позволяет получать интегральные характеристики степени дефектности образца по всему облучаемому объему. В двухкристалльном спектрометре рентгеновские

лучи последовательно отражаются от двух кристаллов. Исследуемый кристалл поворачивается относительно падающего на него рентгеновского пучка, отраженного кристаллом-монокроматором (рис. 15). В результате получается кривая отражения.

Из двух схем рис. 15 чаще применяют схему $n, -n$ (рис. 15, б), поскольку в этом случае влияние геометрических условий съемки на полуширину кривой отражения исследуемого монокристалла (инструментальное расширение) меньше. Условием малого инструментального расширения является равенство межплоскостных расстояний от-

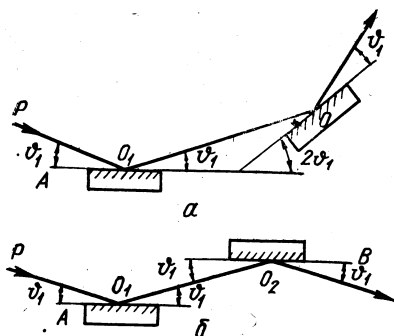


Рис. 15. Схемы расположения кристаллов в двухкристалльном спектрометре:

a — положение $n, +n$; b — положение $n, -n$

ражающих плоскостей исследуемого монокристалла и монохроматора. В качестве кристалла-монохроматора необходимо использовать бездислокационные монокристаллы, ширина кривых отражения которых составляет обычно 2—10".

Чтобы проанализировать структуру исследуемых монокристаллов, обычно регистрируют рентгendifракционные отражения неподвижным счетчиком с широкой щелью при повороте образца вокруг оси гониометра. Такие кривые называют кривыми качания, а схему съемки — ω -сканированием. Ширина B кривых качания определяется физическим β и инструментальным b размытием. Для гауссового приближения справедливо равенство

$$B^2 = b^2 + \beta^2. \quad (1)$$

Влияние геометрических условий съемок на ширину кривых отражения в двухкристальном спектрометре обычно учитывается съемкой эталона — бездислокационного монокристалла. Углы отражения такого эталона должны быть близки (в пределах нескольких градусов) к углам отражения исследуемого монокристалла. Если ширина кривой качания исследуемого кристалла намного превышает ширину кривой отражения эталона, то инструментальным размытием можно пренебречь.

Физическое размытие ω -кривых, зарегистрированных неподвижным счетчиком с широкой щелью, увеличивается за счет размытия узлов обратной решетки исследуемого монокристалла вдоль дифракционного вектора и по нормали к нему. Указанные эффекты размытия узлов обратной решетки можно разделить, применив два типа съемки: $\theta/2\theta$ -сканирование и съемку ω -кривых с измерительной щелью перед счетчиком, более узкой по сравнению с шириной $\theta/2\theta$ -отражения. Обычно используют щель 0,05—0,1 мм.

Физическое размытие $\theta/2\theta$ -кривых обусловлено размытием узлов обратной решетки вдоль дифракционного вектора, вызванным малостью размеров L_1 о. к. р. в направлении дифракционного вектора и неоднородностью $\varepsilon = |\Delta d/d|$ межплоскостных расстояний. Регистрируя размытие $\theta/2\theta$ -кривых для двух порядков отражения, можно (как и в случае поликристаллов) определить отдельно эти структурные характеристики (см. работу 16).

Съемка ω -кривых с узкой измерительной щелью перед счетчиком позволяет измерять уширение узла обратной решетки только по нормали к дифракционному вектору. В этом случае размытие ω -кривых может быть обусловлено тремя причинами: взаимной разориентацией в угловом интервале α , размером L_2 о. к. р. по нормали к дифракционному вектору и однородным изгибом кристалла с радиусом изгиба R . При этом имеет место соотношение

$$\beta_\omega^2 = \beta_\alpha^2 + \lambda^2/2L^2 \sin^2 \theta + \delta^2/R^2 \sin^2 \theta, \quad (2)$$

где δ — ширина первичного пучка в брэгговском направлении.

Чтобы отдельно определить величины α , L_2 и R , нужно проанализировать размытие ω -кривых для трех порядков отражения. Однако при исследовании массивных монокристаллов размеры L_2 о. к. р.

достаточно велики и не вносят вклада в размытие ω -кривых (исключение могут составить эпитаксиальные слои). Поэтому обычно достаточно бывает зарегистрировать лишь два порядка отражения. Если при этом ширина ω -кривых для различных порядков будет одинакова, то в этом случае можно считать, что их размытие обусловлено только величиной угловой разориентации α .

В случае мозаичного (блочного) монокристалла ω -кривая может состоять из нескольких отдельных максимумов, угловое расстояние между которыми является мерой их межблочной разориентации, определяющейся плотностью дислокаций в границах между блоками. Ширина же кривой качания отдельного максимума соответствует величине общей угловой разориентации в блоке, которая определяется плотностью дислокаций, распределенных внутри блока.

Цель работы: 1. На двухкристальном спектрометре получить два порядка ω -кривых с узкой щелью перед счетчиком от нескольких массивных монокристаллов.

2. Оценить плотность дислокаций в исследуемых монокристаллах.

Содержание работы. Съемки по методу двухкристального спектрометра проводят на дифрактометре в $K_{\alpha 1}$ -составляющей характеристического излучения. $K_{\alpha 2}$ -составляющую дублета необходимо отрезать узкой щелью, поставленной после монохроматора. Запись кривых качания ведется автоматически на потенциометре с узкой щелью перед неподвижным счетчиком. Ширина щели должна быть в пределах 0,1—0,05 мм, скорость вращения образца обычно $1/16$ — $1/8$ °/мин. Скорость же движения диаграммной ленты самопишущего потенциометра выбирают в зависимости от ожидаемой ширины кривой отражения — при малой ширине ее следует увеличивать. Часто наиболее удобной скоростью является 40 мм/мин.

Перед съемкой исследуемого образца записывают кривую качания бездислокационного монокристалла (эталоны), которая служит показателем инструментального расширения. Необходимо убедиться, что ширина кривой качания исследуемого образца в несколько раз превышает инструментальную ширину.

По угловому расстоянию γ рад между отдельными максимумами на кривой качания исследуемого образца следует оценить избыточную плотность ρ_1 см⁻² дислокаций одного знака в границах между блоками, а по ширине кривой качания β_α рад одного блока — плотность ρ_2 см⁻² дислокаций, хаотически распределенных внутри блока. Оценку проводят по следующим соотношениям:

$$\rho_1 = \gamma/bL, \quad (3)$$

где L — размер блоков, см (он должен быть известен); b — модуль вектора Бюргерса дислокации, см.

$$\rho_2 = \beta_\alpha^2/4,35b^2. \quad (4)$$

Порядок выполнения работы: 1. Эталонный монокристалл установить в столик двухкристального спектрометра и найти нужное отражение. Провести автоматическую запись его кривых качания двух порядков отражения. По скорости движения ленты и скорости вращения

образца определить масштаб записи. Измерить ширину кривых качания эталона.

2. Поместить исследуемый монокристалл в столик спектрометра, найти нужное отражение и провести автоматическую запись кривых качания двух порядков отражения. Измерить ширину, соответствующую одному максимуму на кривой качания, и угловые расстояния между отдельными максимумами.

3. По полученным характеристикам кривых качания исследуемого монокристалла разделить эффекты физического размытия и оценить в нем плотность дислокаций.

Вопросы для самопроверки: 1. С какой целью в рассматриваемой работе применяется кристалл-монокроматор?

2. Какие правила выбора кристалла-монокроматора?

3. С чем связано появление нескольких максимумов на кривых качания?

4. Укажите принципиальное различие между ω - и $\theta/2\theta$ -кривыми отражения.

Список литературы: [4], с. 201—206; [61], с. 262—265; [74], с. 402—406; [77], с. 224—229.

9. СЪЕМКА ЦИЛИНДРИЧЕСКОГО ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО ОБРАЗЦА В МОНОХРОМАТИЧЕСКОМ ИЗЛУЧЕНИИ

Краткие общие и теоретические сведения. Для исследования кристаллов широко применяют дифрактометрический метод. Однако при структурных исследованиях поликристаллических материалов все еще большое значение имеет фотографический метод регистрации рентгенодифракционной картины. Будучи двумерным индикатором, рентгенограмма позволяет выявить дифракционную картину в значительном телесном угле. Образцами могут быть порошки (порошковый метод) или массивные тела (метод плоского образца). В работе описан метод порошков, но способ обработки и расшифровки рентгенограммы применим и к методу плоского образца.

Если на образец, состоящий из достаточно мелких кристалликов произвольной ориентации, направить пучок монохроматических рентгеновских лучей, то отраженные лучи образуют систему коаксиальных конусов, осью которых является направление первичного пучка, а половина угла при вершине равна 2θ (рис. 16). Для регистрации всех отраженных лучей рентгеновскую пленку сворачивают в виде цилиндра, ось которого перпендикулярна к первичному лучу. В этом случае интерференционная картина представляет собой систему линий, расположенных симметрично относительно выхода первичного пучка. Кривизна линий определяется углом θ . Получаемые при этом рентгенограммы часто называют «порошковыми» или дебаеграми.

Рентгеносъемка происходит в камере РКД с номинальным диаметром 57,3 мм (применяют камеры и с другими диаметрами, кратными 360/2 π). Камера состоит из следующих основных частей: цилиндрического корпуса, внутренняя поверхность которого служит кассетой для укладки рентгеновской пленки; коллиматорного устройства со съемными диафрагмами и колпачками; крышки камеры; подставки с тремя установочными винтами; флюоресцирующего экранчика, прикрытого

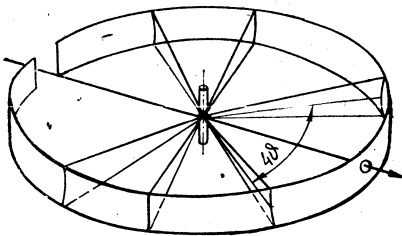


Рис. 16. Схема получения дебаграммы на цилиндрической пленке

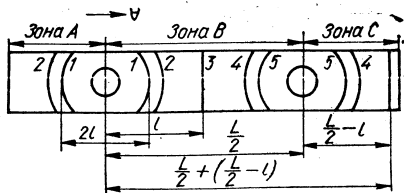


Рис. 17. Схема дебаграммы, полученной при асимметричной зарядке пленки

просвинцованным стеклом; столика для крепления образца (столтик приводится во вращение с помощью моторчика).

Столбик образца укрепляют на пластине из мягкого железа, притягиваемой к постоянному магниту. Центрируют образец смещением железной пластинки относительно магнита.

В качестве образцов для рентгенографирования применяют проволоочки диаметром до 1 мм либо цилиндрические столбики диаметром 0,2—1 мм, изготавливаемые из исследуемого порошка. Есть несколько способов изготовления таких столбиков:

1) порошок плотно набивают в тонкостенный стеклянный капилляр либо в трубочку, приготовленную из коллодия или какого-либо другого быстро высыхающего органического лака;

2) тонкий столбик получают из тестообразной смеси порошка с коллодием или цапон-лаком, скатывая их между пальцами или продавливая через тонкое очко;

3) порошок приклеивают коллодием, шеллаком или цапон-лаком к тонкой стеклянной нити диаметром 0,01—0,05 мм.

Наилучший из способов — третий, так как стеклянная и коллодиевая трубочки являются источниками некогерентного рассеяния рентгеновских лучей, что усиливает общий фон рентгенограммы.

Цель работы: 1. Получить рентгенограммы порошковых образцов железа, меди (или никеля) и цинка (т. е. металлов с о. ц. к., г. ц. к. и г. п. у. решеткой).

2. Индицировать полученные рентгенограммы: расчетным способом и способом «бумажных полосок» — для железа и меди (никеля); по кривым Хэлла — для цинка. Определить тип решетки и ее периоды.

3. Уточнить значения периодов решетки способом экстраполяции.

Содержание работы. *Определение углов отражения Вульфа — Брега.* Если эффективный диаметр кассеты равен 57,3 мм и рентгеновская пленка при фотообработке и сушке не деформировалась, то длина L мм соответствует углу отражения в градусах. Однако в действительности диаметр цилиндрической пленки во время экспозиции не всегда равен 57,3 мм, а во время фотообработки и особенно при сушке рентгенограмма может заметно изменять свою длину. Асимметричная зарядка пленки позволяет определить эффективную длину L окружности кассеты непосредственно из самой рентгенограммы и благодаря этому внести соответствующую поправку в результаты измерения положения линий. Это выполняют следующим образом.

Таблица 5

№ линии	1	2	3	...	9	10
Зона В						
$l_{изм}$						
Зона С						
$L = l_B + l_C$						
$L_{ср}$						
$\delta = \frac{180 - L_{ср}}{180}$						
$\Delta l' = l_{изм} \delta$						
$\Delta l'' = \frac{r(1 + \cos 2\vartheta)}{2}$						
$\Delta l = \Delta l' + \Delta l''$						
$l_{испр} = l_{изм} + \Delta l$						
$\vartheta_{испр} = l_{испр}$						

По виду рентгенограммы, например по расширению линий и усилению фона с увеличением углов отражения, распознают на ней зоны А, В и С (рис. 17). Затем линиям присваивают номера. По средней линии («экватору») на рентгенограмму накладывают линейку с миллиметровыми делениями так, чтобы условный нуль на середине линейки пришелся против точки выхода первичного пучка рентгеновских лучей из камеры, т. е. так, чтобы отсчеты по ней в зоне А и в зоне В между серединами симметричных линий были одинаковыми. Измерения проводят с точностью $\pm 0,1$ мм. Не сдвигая линейки, записывают в табл. 5 результаты промеров всех линий в зоне В и С.

Для определения эффективной длины $L_{эф}$ окружности кассеты достаточно сложить отсчеты в зоне В и в зоне С для одной и той же линии (рис. 17). По всем линиям, присутствующим в зонах В и С, определяют среднее арифметическое значение $L_{ср}$. Поправка $\Delta l'$, которую нужно внести для устранения погрешности из-за того, что $L \neq 180$ мм, пропорциональна $l_{изм}$ и находится для каждой линии как

$$\Delta l' = l_{изм} \delta, \quad (1)$$

где $\delta = (180 - L_{ср})/180$.

В полученные значения углов отражения нужно еще внести поправку Хаддинга на смещение линий из-за поглощения лучей в образце, пользуясь соотношением (в предположении параллельности первичного пучка)

$$\Delta l'' = r(1 + \cos 2\vartheta_{изм})/2, \quad (2)$$

где r — радиус образца.

Измеренные значения углов ϑ исправляют на алгебраическую сумму $\Delta l = \Delta l' + \Delta l''$.

Распознавание линий от K_{β} -излучения. Индицирование рентгенограммы осложняется наличием линий, создаваемых K_{β} -излучением,

Тип элементарной ячейки	(hkl) 1-й линии	Отношения $h^2 + k^2 + l^2$
Примитивная кубическая	(100)	1 : 2 : 3 : 4 : 5 : 6 : 8 : 9 : 10 : 11 : 12
о. ц. к. (A2)	(110)	2 : 4 : 6 : 8 : 10 : 12 : 14 : 16 : 18 : 20
г. ц. к. (A1)	(111)	3 : 4 : 8 : 11 : 12 : 16 : 19 : 20 : 24 : 27
Тип алмаза (A4)	(111)	3 : 8 : 11 : 16 : 19 : 24 : 27 : 32 : 35

если не применяются фильтры или монохроматоры. В несложных случаях K_{β} -линии можно выявить, сопоставляя их положение и интенсивность с положением и интенсивностью K_{α} -линий, имеющих те же индексы. Из формулы Вульфа — Брэгга следует, что

$$\sin \vartheta_{\beta} / \sin \vartheta_{\alpha} = \lambda_{\beta} / \lambda_{\alpha} \approx 0,9. \quad (3)$$

По интенсивности же K_{β} -линии в 5—6 раз слабее, чем соответствующие K_{α} -линии. Эти два условия позволяют достаточно достоверно распознать K_{β} -линии. Для оценки интенсивности линий используются визуальной пятибалльной системой: очень сильная — о. с., сильная — с., средняя — ср., слабая — сл., очень слабая — о. сл. После того как линии K_{α} отделены от линий K_{β} , можно приступить к их индцированию.

Индцирование рентгенограмм образцов кубической и гексагональной систем. Для кубической системы квадратичная форма имеет вид

$$\sin^2 \vartheta = (\lambda^2 / 4a^2) (h^2 + k^2 + l^2). \quad (4)$$

Значения $\sin^2 \vartheta$ для всех K_{α} -линий рентгенограммы должны соотноситься между собой как целые числа. Если элементарная ячейка состоит из атомов одного вида или исследуются неупорядоченные твердые растворы, то первая линия на рентгенограмме (линия с наименьшим углом) имеет различные индексы (hkl) в зависимости от типа элементарной ячейки и разный получается ряд отношений $h^2 + k^2 + l^2$ для всех наблюдаемых K_{α} -линий в порядке возрастания углов ϑ (табл. 6).

Необходимо попробовать, какой из указанных четырех случаев ближе всего соответствует обрабатываемой рентгенограмме. Для этого значение $\sin^2 \vartheta$ первой линии принимают равным 1; 2 или 3 и соответственно вычисляют остальные числа ряда. Пользуясь этим приемом, находят значения $h^2 + k^2 + l^2$ для всех K_{α} -линий, а затем и сами (hkl).

Если ограничиться анализом только первых шести линий (табл. 6), то может возникнуть неоднозначность в выборе типа решетки — примитивной кубической либо A2. В этом случае достаточно воспользоваться тем, что относительная интенсивность линий с близкими углами ϑ определяется главным образом множителем повторяемости P . Для линий (100) и (200) множитель $P = 6$; для линии (110) множитель $P = 12$. Следовательно, из двух первых линий более интенсивной должна быть первая в случае о. ц. к. решетки и вторая — в случае примитивной решетки. Результаты вычислений необходимо записать в табл. 7.

№ линии	1	2	3	...	7
Интенсивность					
θ° $\sin \theta$					
K_α или K_β $\sin^2 \theta$					
Отношения $\sin^2 \theta$					
$a = \frac{\lambda \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}{2 \sin \theta}$					

Кроме описанного расчетного способа индигирования пользуются также графическим способом — так называемым «способом бумажных полосок». Предварительно строят график, по оси абсцисс которого откладывают λ/a , а по оси ординат — $\sin \theta$. Для любой тройки индексов hkl зависимость $\sin \theta = f(\lambda/a)$ изобразится прямой, проходящей через начало координат. Чем больше индексы, тем больше угол наклона прямой.

Чтобы проиндигировать линии рентгенограммы, на полоску плотной бумаги наносят по результатам измерений значения $\sin \theta$, взяв при этом обязательно тот же масштаб, по которому построен график. Затем полоску накладывают на график параллельно оси ординат так, чтобы ее нулевая точка совпала с горизонтальной осью. Полоску перемещают параллельно оси ординат до тех пор, пока все сделанные на ней отметки не совпадут с линиями графика. При этом определяют индексы линий, а соответствующая абсцисса равна искомому значению λ/a . Поскольку значение λ известно, то можно вычислить значение периода a решетки.

Для индигирования рентгенограммы образца гексагональной системы (цинк) нужно воспользоваться кривыми Хэлла, построенными в координатах $c/a - \lg(1/\sin \theta)$ для разных hkl . Для всех K_α -линий рентгенограммы после всех исправлений вычисляют значения $\lg(1/\sin \theta)$ и в масштабе графика откладывают их на бумажной полоске. За нулевую точку принимают отметку, соответствующую линии с наименьшим углом θ . Положив полоску так, чтобы отметка, соответствующая наименьшему углу θ , совпала с графиком линии (100), перемещают ее вверх, сохраняя параллельность оси абсцисс; отметка при этом должна перемещаться вдоль линии (100). Если при каком-то положении полоски все отметки на ней совпали с линиями графика, то задача решена: индексы указаны на каждой кривой, а отношение c/a находят на оси ординат (для цинка $c/a = 1,86$). Если же невозможно добиться совпадения отметок полоски с кривыми Хэлла, когда отметка, соответствующая наименьшему углу θ , лежит на кривой (100), то нужно попробовать сделать это, перемещая отметку по кривой (001), (110) и т. д. Результаты расчетов вписать в табл. 8.

№ линии	1	2	3	...	6
Интенсивность θ° $\sin \theta$ K_α или K_β $\lg (1/\sin \theta)$ (hkl)					
$a = \frac{\lambda}{2 \sin \theta} \sqrt{\frac{4}{3} (h^2 + hk + k^2) + l^2 \left(\frac{a}{c} \right)^2}$					
c					

Уточнение значений периода решетки способом экстраполяции. С увеличением угла θ погрешность в определении межплоскостных расстояний уменьшается в соответствии с соотношением

$$\Delta d/d = -\operatorname{ctg} \theta \cdot \Delta \theta \quad (5)$$

или для периода решетки кубической системы:

$$\Delta a/a = -\operatorname{ctg} \theta \cdot \Delta \theta. \quad (6)$$

Можно существенно повысить точность в определении периода решетки, если экстраполировать экспериментальные значения к $\theta = 90^\circ$. При этом число точек в области углов θ , близких к 90° , должно быть достаточным для достоверного проведения экстраполяционной линии. В данной работе можно применить 3 способа с использованием различных экстраполяционных функций:

1) способ Кеттмана. Строят график зависимости значения периода решетки, вычисленного по каждой линии, от угла θ . Закон экстраполяции к $\theta = 90^\circ$ неизвестен, и в этом недостаток способа;

2) способ Брэдли и Джея. Экстраполяционной функцией служит $\cos^2 \theta$; в зависимости от нее на графике откладывают значения периода, вычисленные по каждой линии. Закон экстраполяции в области $\theta > 60^\circ$ линейный, если погрешности обусловлены эксцентриситетом образца и сжатием пленки;

3) способ Нельсона и Рили. Если систематическая погрешность вызвана преимущественно поглощением в образце, то пригодна прямолинейная экстраполяция вычисленных значений периода решетки в функции

$$\cos^2 \theta (1/\sin^2 \theta + 1/\theta).$$

Уточняя периоды гексагональной решетки, строят экстраполяционные графики отдельно для a и c . При этом в области углов, близких к 90° , нужно иметь несколько отражений типа $(hk0)$ и $(00l)$.

Порядок выполнения работы: 1. Изготовить цилиндрические столбики из порошков разных металлов, пользуясь одним из описанных способов.

2. Отцентрировать образец в цилиндрической камере.
3. Провести асимметричную зарядку камеры и рентгенографирование, соблюдая условия, чтобы порядковый номер анода был меньше или равен порядковому номеру исследуемого вещества.
4. Измерить положение линий на рентгенограмме, внести поправки на эффективный радиус камеры и на поглощение в образце. Данные измерений и вычислений записать в табл. 5.
5. Разделить линии, принадлежащие K_{α} - и K_{β} -излучениям; для индиферирования использовать линии K_{α} .
6. Проиндиферировать линии рентгенограммы расчетным способом и способом бумажных полосок (для Fe и Cu), а также по кривым Хелла (для Zn); вычислить периоды решеток.
7. Уточнить значения периода решетки способом экстраполяции.

Вопросы для самопроверки: 1. Для чего применяют асимметричную зарядку рентгеновской пленки?

2. Как зависит число дебаевских линий от длины волны применяемого излучения?

3. Какие систематические ошибки нужно исключить из результатов измерения положения дебаевских линий?

4. Какие способы индиферирования применяют, рассчитывая дебаграмму вещества с кубической и гексагональной решеткой?

5. С какой погрешностью можно определить период решетки по дебаграмме и какими приемами эта погрешность может быть уменьшена?

Список литературы: [4], с. 118—130; [9], с. 132—147; [16], с. 54—75; [37], с. 94—109; [50], с. 257—284; [60], с. 58—96; [61], с. 188—210; [77], с. 238—255.

10. РЕНТГЕНОВСКАЯ ДИФРАКТОМЕТРИЯ

Краткие общие и теоретические сведения. Рентгенодифрактометрический метод регистрации дифракционной картины — наиболее точный и прямой метод определения интенсивности дифрагировавшего рентгеновского излучения и отсчета углов дифракции. Рентгеновский дифрактометр — это прибор, регистрирующий дифракционную картину с помощью счетчиков квантов. В противоположность фотографической пленке он регистрирует дифракционную картину не одновременно во всем заданном телесном угле, а последовательно в различных направлениях.

На стандартных дифрактометрах общего назначения легко осуществляют съемку по схеме Брэгга — Брентано (рис. 18). Расходящийся пучок рентгеновских лучей проходит через ограничительные щели S_1 и S_2 , отражается от плоского поликристаллического образца и фокусируется на приемной щели S_3 счетчика квантов. Центр фокального пятна рентгеновской трубки, плоскость образца (ось гониометра O) и приемная щель счетчика находятся на одной окружности радиуса R , расположенной в горизонтальной плоскости; поверхность образца касательна к этой фокусирующей окружности (рис. 18). Щелевые диафрагмы, держатель образца и счетчик установлены в гониометрическом устройстве. Угловая скорость перемещения счетчика вдвое больше скорости поворота образца, благодаря чему схема съемки по Брэггу — Брентано сохраняется неизменной. Такую съемку часто называют съемкой по схеме $\theta - 2\theta$.

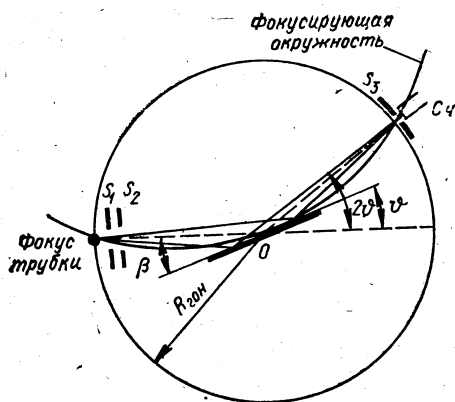


Рис. 18. Схема съемки по Брэггу — Брентано:

S_1 и S_2 — щели, ограничивающие первичный пучок; S_3 — входная щель счетчика; O — ось гониометра; S_4 — счетчик

съемку используют, например, при съемке «кривых отражения» для монокристаллов. Углы поворота образца или счетчика отсчитывают на матовом экране по спроецированному изображению соответствующих шкал.

Перед работой дифрактометр юстируют — пропускают максимальный первичный пучок рентгеновских лучей через очень узкие (0,05—0,1 мм) щели при нулевом положении счетчика и делят первичный пучок пополам плоскостью образца. Это можно осуществить, поворачивая гониометр относительно рентгеновской трубки и перемещая щели и плоскость образца для совмещения с осью гониометра. В тщательно отъюстированном аппарате плоскость образца проходит через ось гониометра и при параллельном расположении относительно первичного пучка ослабляет его интенсивность примерно вдвое. При этом достигаются максимальная интенсивность отражений и высокая точность определения углов дифракции. Тщательность юстировки можно проверить, сопоставляя измеренные и табличные значения этих углов для монокристалла кварца.

Измерить интенсивность можно одним из двух способов. В первом для определенного положения счетчика подсчитывают число импульсов, возникающих за выбранное время, или определяют время, необходимое для получения заданного числа импульсов. Затем счетчик смещают и повторяют измерение в следующем положении. Так точку за точкой вручную вычерчивают непрерывную гладкую кривую отраженной интенсивности в функции угла 2θ . Это самый точный метод — поточечный, но он сравнительно длителен и поэтому используется лишь для небольших угловых интервалов (например, в определении профиля линии или положения его максимума). Дифрактометры типа ДРОН имеют приспособления для сканирования, автоматически переводящие образец и счетчик в новое положение. Число импульсов, сосчитанное

Вращение образца и счетчика вокруг оси гониометра можно осуществлять вручную и от синхронного электродвигателя через редуктор, обеспечивающий широкий набор скоростей движения. Вращение вручную производят с помощью специальных рукояток как раздельно, так и одновременно при соотношении скоростей $\omega_{обр} : \omega_{сч} = 1 : 2$.

Другой схемой является ω -сканирование, когда вокруг главной оси гониометра вращается только образец, а счетчик неподвижен и устанавливается под заданным двойным углом дифракции относительно направления первичного пучка. Такую

за выбранное время при фиксированном положении образца, выводится на цифropечатающее устройство.

В другом способе к счетчику подсоединяют интегрирующее устройство, измерительный прибор которого непосредственно показывает получаемую интенсивность. Кривая отраженной интенсивности в функции 2θ записывается на диаграммной ленте самопишущего потенциометра при непрерывном вращении образца и счетчика. При этом бумажная лента протягивается с постоянной скоростью, счетчик вращается равномерно и потому абсциссы пропорциональны углам 2θ . Статистические флуктуации отраженной интенсивности проявляются в виде зазубрин на профиле линий. Сгладить кривую можно, увеличив постоянную времени интегрирующего прибора.

Поскольку интенсивность регистрируется поочередно в большом числе дискретных направлений, то очень большое значение приобретает стабилизация высокого напряжения и анодного тока. Это достигается применением в электрической схеме стабилизатора. В дифрактометрах ДРОН-2 и УРС-2,0 имеется специальный узел ВИП-50, служащий источником стабильного высокого напряжения и тока для питания рентгеновской трубки.

Цель работы: 1. Ознакомиться с основными узлами дифрактометра типа ДРОН.

2. Ознакомиться с различными способами регистрации дифракционной картины на рентгеновском дифрактометре.

3. Усвоить приемы обработки дифрактограмм при определении положения и ширины дифракционных линий.

Содержание работы. Дифрактограмму исследуемого образца снимают по схеме $\theta - 2\theta$ на дифрактометре двумя способами: 1) поточечным, измеряя интенсивность в точках, разделенных интервалом $\Delta(2\theta) = 0,1^\circ$; время счета выбирают 30—40 с; 2) записью на диаграммную ленту при малой скорости вращения образца, например при $\omega = 1/16^\circ/\text{мин}$.

Положение дифракционного максимума (угла дифракции) находят одним из следующих способов:

1. Определяют абсциссу, соответствующую максимальной ординате дифракционного профиля.

2. Определяют абсциссу точки пересечения дифракционного профиля с линией, соединяющей середины отрезков, проведенных параллельно линии фона на разной высоте профиля (способ медиан). Начинают построение с отрезков, лежащих на половине высоты профиля, а заканчивают примерно на $0,9$ этой высоты (рис. 19).

3. Способ «центра тяжести». Весь угловой интервал профиля разбивают на некоторое число равных интервалов $\Delta(2\theta)$, соответствующих разным значениям 2θ . При этих значениях измеряют ординаты профиля $I(2\theta)$. Двойной угол дифракции определяют по формуле

$$2\theta_{\text{ц.т.}} = \Sigma 2\theta I(2\theta) \Delta(2\theta) / \Sigma I(2\theta) \Delta(2\theta). \quad (1)$$

Разумеется, при симметричном профиле все три способа идентичны.

При прецизионном определении периодов решетки (межплоскостных расстояний) прежде, чем применить один из приведенных способов,

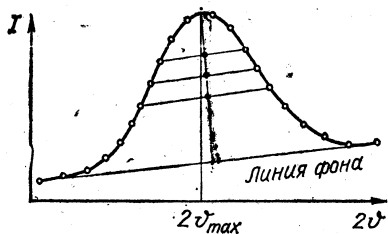


Рис. 19. Определение абсциссы максимума интенсивности дифракционного профиля $K_{\alpha 1}$ способом медиан

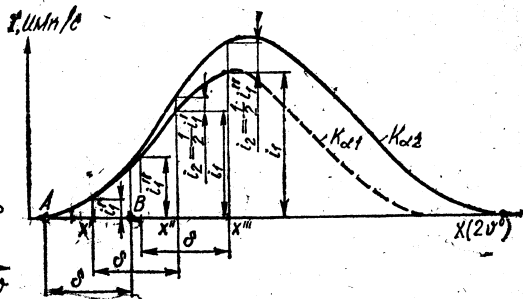


Рис. 20. Графическое выделение составляющей $K_{\alpha 1}$ из K_{α} -дублета по Речингеру:

A — начало компоненты $K_{\alpha 1}$; B — начало компоненты $K_{\alpha 2}$; i_1 относится к составляющей $K_{\alpha 1}$; i_2 — к $K_{\alpha 2}$

следует выделить составляющую $K_{\alpha 1}$, если регистрируемый профиль является размытым K_{α} -дублетом. Такое выделение проводят графическим способом по Речингеру. Заключается оно в следующем. С достаточной степенью точности можно принять, что интенсивности двух составляющих $K_{\alpha 1}$ и $K_{\alpha 2}$ дублета соотносятся между собой, как 2 : 1, а их дифракционные профили повторяют друг друга в указанном соотношении масштаба интенсивности и взаимно смещены на величину (в радианах)

$$(\delta = 2 \operatorname{tg} \theta (\Delta \lambda / \lambda)) \rightarrow \text{это уже есть двойное линейное расстояние} \quad (2)$$

где $\Delta \lambda = \lambda_{K_{\alpha 2}} - \lambda_{K_{\alpha 1}} \approx 0,004 \text{ \AA}$ (точные значения $\Delta \lambda$ приведены в справочнике [42]). При этом имеет место соотношение

$$I(x) = i_1(x) + i_2(x) = i_1(x) + 0,5i_1(x - \delta), \quad (3)$$

где x — текущая абсцисса точек дифракционного профиля размытого K_{α} -дублета; $I(x)$ — ординаты этих точек; $i_1(x)$ — ординаты точек профиля $K_{\alpha 1}$ -составляющей.

Схема операции разделения дублета K_{α} в случае, когда значение 2θ возрастает слева направо, приведена на рис. 20. Показаны значения i_1 для трех значений x . От найденной точки A (начала левого крыла профиля $K_{\alpha 1}$ -составляющей) откладывают вправо отрезок δ , на протяжении которого профиль размытой линии принадлежит только $K_{\alpha 1}$ -составляющей. От любой точки x' этого интервала откладывают вправо отрезок δ до точки x'' . Ордината профиля $K_{\alpha 1}$ в точке x''

$$i_1(x'') = I(x'') - 0,5i_1(x'' - \delta) = I(x'') - 0,5i_1(x'). \quad (4)$$

Аналогично поступают и для точки x''' :

$$i_1(x''') = I(x''') - 0,5i_1(x''' - \delta). \quad (5)$$

Пользуясь измерителем с несложным приспособлением (делителем), позволяющим измерять половинные значения соответствующих ординат, для каждого значения x находят $i_2(x) = 0,5i_1(x - \delta)$ и вычитают эту величину из измеренной ординаты $I(x)$. Полученная разность

и есть ордината профиля $K_{\alpha 1}$ для данного x . Таким способом последовательно строят весь профиль $K_{\alpha 1}$ -составляющей. По значениям $0,5i_1(x - \delta)$ можно построить также весь профиль $K_{\alpha 2}$ -составляющей. Если была достигнута достаточная точность дифрактометрии и графического разделения, то оба профиля должны оказаться подобными и масштабом по оси ординат соотноситься как 2 : 1.

К недостаткам способа Речингера относится требование достоверного проведения линии фона и корректного выбора точки A — начала измеренного дифракционного профиля со стороны меньших углов.

От этих недостатков свободен способ определения угла дифракции по составляющей $K_{\alpha 1}$ (предложен Куколем), не требующий предварительного построения профиля $K_{\alpha 1}$. Способ заключается в том, что, имея дифракционный профиль размытого K_{α} -дублета, строят кривую функции $Y(x)$ по соотношению

$$Y(x) = 2I(x - \delta) - I(x + \delta) \quad (6)$$

Эта кривая имеет общую точку с дублетным размытым профилем $I(x)$, которая расположена посредине между пиками профилей $K_{\alpha 1}$ и $K_{\alpha 2}$. Если дублетный профиль сильно размыт (нет признаков дублета), то функции $Y(x)$ соответствует прямая линия и ее можно построить по двум точкам.

Способ Куколя не требует знания линии фона и положения точки A . Однако нужно знать наклон линии фона: Кроме того, предполагается, что профили $K_{\alpha 1}$ - и $K_{\alpha 2}$ -составляющих симметричны.

Мерой ширины дифракционного профиля считают интегральную ширину, которую получают, разделив площадь, ограниченную дифракционным профилем и линией фона, на его максимальную ординату. Для оценки этой ширины можно использовать также «полуширину», за которую принимают расстояние между точками профиля на половине его высоты. При таком определении, однако, не учитывается нижняя часть дифракционного профиля.

Порядок выполнения работы: 1. Пользуясь списком межплоскостных расстояний, индексов отражений и значениями относительной интенсивности, выбрать отражения для исследуемого поликристаллического образца.

2. Зная приблизительную величину межплоскостного расстояния, а следовательно, и угла θ в выбранном излучении, медленным вращением вручную образца и счетчика определить с помощью прямопоказывающего прибора и шкалы гониометра положение образца, соответствующее максимальной интенсивности для выбранного отражения, и угловой интервал отражения $\Delta(2\theta)$.

3. Построить кривую отраженной интенсивности в функции 2θ в пределах выбранного углового интервала поточечным способом и записью с помощью самописца.

4. Провести линию фона как касательную к «хвостам» дифракционного профиля. Выделить компоненту $K_{\alpha 1}$ графическим способом Речингера. Положение ее максимума определить способом медиан. Определить межплоскостное расстояние с помощью таблиц Гиллера [12] и вычислить период кристаллической решетки. Оценить относи-

тельную погрешность определения межплоскостного расстояния по формуле

$$\Delta d/d = \pm \operatorname{ctg} \vartheta \Delta \vartheta, \quad (7)$$

где $\Delta \vartheta$ — погрешность определения угла дифракции. Ее можно принять равной приборной погрешности гониометра ($\approx 0,02^\circ$).

5. Определить полуширину и интегральную ширину профиля, измерив площадь его с помощью планиметра. Сопоставить значения полуширины и интегральной ширины при двух способах регистрации дифракционной картины.

Вопросы для самопроверки: 1. Каковы достоинства дифрактометрии по сравнению с фотографической регистрацией дифракционной картины?

2. Какие применяют способы определения углов дифракции (положения максимумов)?

3. В каких случаях необходимо выделять $K_{\alpha 1}$ -компоненту размытого K_{α} -дублета?

4. Как осуществляется фокусирующая съемка по Брэггу — Брентано?

Список литературы: [4], с. 149—153; [15], с. 50—59; [42]; [60], с. 35—56; [61], с. 210—219; [78], с. 220—238.

11. КАЧЕСТВЕННЫЙ ФАЗОВЫЙ АНАЛИЗ СМЕСИ КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ

Краткие общие и теоретические сведения. Во многих практических случаях рентгеноструктурного анализа требуется выяснить: 1) одинакова ли кристаллическая структура двух или более образцов, имеющих одинаковый химический состав; 2) есть ли в исследуемой смеси некоторая определенная фаза; 3) из смеси каких кристаллических веществ состоит исследуемый образец (т. е. произвести полный качественный фазовый анализ); 4) в какой концентрации определяемое кристаллическое вещество входит в состав исследуемой смеси (т. е. произвести количественный фазовый анализ).

Для решения 1-й задачи достаточно сравнить «порошковые» рентгенограммы, снятые в одной и той же цилиндрической камере при одинаковых условиях, по расположению и относительной интенсивности линий. При этом надо помнить о пределе чувствительности обнаружения малых примесей.

Чтобы решить 2-ю задачу, нужно сопоставить «теоретическую» рентгенограмму для определяемой фазы с экспериментальной. Сопоставление следует проводить по трем-четырем самым интенсивным линиям.

Чтобы ответить на 3-й вопрос, необходимо знать химический состав образца, вид обработки, которой он подвергался (термической, термохимической и т. д.). При этом идентифицируют фазы, т. е. сравнивают полученные из рентгенограммы углы отражения (или межплоскостные расстояния) с табличными данными для ожидаемых фаз.

Решение 4-го вопроса — содержание лабораторной работы 12.

Фазовый анализ можно проводить фоторегистрацией или дифрактометрией. Принцип и основные приемы в обоих случаях одинаковы. Дифрактометрия обладает большей прецизионностью, но рентгенограм-

ма методически нагляднее, особенно в случае многофазных объектов. В данной работе используется фоторегистрация.

Цель работы: 1. Ознакомиться со съемкой по методу плоского образца при фотографической регистрации.

2. Усвоить способ идентификации структур.

3. Провести качественный фазовый анализ для образцов азотированной и цементированной стали.

Содержание работы. Рентгеновскую съемку проводят в цилиндрической камере по методу плоского образца в излучении хромового или железного анода. При съемке этим методом одновременно сфокусировать все линии невозможно, если поверхность образца плоская.

По Курдюмову условие фокусировки от плоского образца таково:

$$\operatorname{tg} \beta = \sin 2\theta / (\cos 2\theta + R/r), \quad (1)$$

где β — угол между первичным пучком и плоскостью образца; R — расстояние от образца до пленки; r — удаление образца от входной щели диафрагмы, которую можно принимать за источник расходящегося пучка лучей.

При $R = r$, т. е. когда щель лежит по окружности пленки, условие фокусировки является $\beta = \theta$, что соответствует фокусировке по Брэггу — Брентано. В обычной камере Дебая r всегда больше R , поэтому лучше всего фокусируются линии с углами θ , несколько меньшими, чем β .

При качественном фазовом анализе, когда необходимо получить весь набор линий каждой из ожидаемых фаз, следует выполнить условие $\beta < 2\theta_{\min}$, где $\theta_{\min}$ — минимальный угол отражения для ожидаемых фаз.

Пленку укладывают по окружности камеры по способу Палатника — концами на выход первичного пучка с перекрытием. Этот способ фиксирует начало отсчета при измерении рентгенограммы и позволяет определить эффективный радиус камеры. При съемке добиваются, чтобы получились резкие и по возможности сплошные линии и насколько возможно уменьшился сплошной фон, затрудняющий выявление слабых линий. Для этого соблюдают правило подбора излучения.

Чтобы определить углы θ , нужно измерить расстояния l от начала отсчета на рентгенограмме до всех дебаевских линий (при диаметре камеры 57,3 мм 1 мм на рентгенограмме соответствует 1°). Измеряя рентгенограмму, нужно стремиться к тому, чтобы погрешность в определении положения линий на малых и средних углах не превышала $\sim 0,2$ мм, а на больших углах при сильно размытых линиях — 0,3... 0,4 мм. Это соответствует погрешности в определении межплоскостных расстояний не более чем $5 \cdot 10^{-4}$ нм.

В образцах, предлагаемых для исследования, можно ожидать наличия следующих фаз: α - и γ -фаз в цементированной стали и α -, γ' -, ϵ -фаз в азотированной. Как известно, α - и γ -фазы — это твердые растворы углерода в α - и γ -железе; γ' - и ϵ -фазы — это фазы внедрения. Период решетки этих фаз и межплоскостные расстояния могут изменяться в зависимости от содержания в них углерода или азота (различие это может быть уже в третьей значащей цифре). Поэтому нельзя

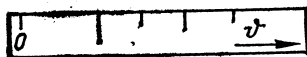


Рис. 21. Штрихрентгенограмма

ожидать полного совпадения значений θ и межплоскостных расстояний, полученных из рентгенограммы, с табличными данными, взятыми либо для чистого γ -Fe либо для фаз определенного состава. Это необхо-

димо учитывать, если качественный анализ проводится сопоставлением измеренных углов (или межплоскостных расстояний) с расчетными. Другой причиной несовпадения углов может быть плохая юстировка образца в камере (несовпадение оси камеры с плоскостью образца). Поэтому более удобен способ, когда сопоставляют полученную рентгенограмму с «теоретическими» для ожидаемых фаз путем их наложения, а уточненное начало отсчета устанавливают по линиям фазы, наличие которой в образце не вызывает сомнений.

Теоретические рентгенограммы (их часто называют штрихрентгенограммами) обычно строят на узких полосках из миллиметровой бумаги в масштабе рентгенограммы (рис. 21). Длина штрихов соответствует соотношению интенсивностей линий для данной фазы.

Если справочных данных о межплоскостных расстояниях и относительной интенсивности линий нет, нужно рассчитать углы отражения для ожидаемых фаз. При этом следует учесть значения структурного множителя и принять такие значения периодов кристаллической решетки:

- α -фаза — $a = 0,286$ нм; о. ц. к.-решетка;
- γ -фаза — $a = 0,36$ нм; г. ц. к.-решетка;
- γ' -фаза — $a = 0,38$ нм; г. ц. к.-решетка;
- ϵ -фаза — $a = 0,277$ нм; $c/a = 1,62$; гексагональная решетка с плотной упаковкой металлических атомов.

Порядок выполнения работы: 1. Установить плоский образец цементированной или азотированной стали в держателе образцов цилиндрической камеры так, чтобы плоскость была параллельна первичному пучку и делила его приблизительно пополам.

2. Уложить в камеру рентгеновскую пленку концами внахлестку на выходе первичного пучка из камеры и в таком положении произвести съемку в течение нескольких секунд.

3. Закрыв окошко у рентгеновской трубки, повернуть держатель образца на угол β . Произвести съемку рентгенограммы, а затем ее фотообработку.

4. Линейкой с миллиметровыми делениями измерить на рентгенограмме расстояния от начала отсчета до всех заметных линий с указанием интенсивности по визуальной оценке.

5. Внести поправку на отличие эффективного диаметра кассеты от стандартного, равного 57,3 мм, по формуле

$$\theta_{\text{испр}} = \theta_{\text{изм}} + \delta\theta_{\text{изм}}. \quad (2)$$

Здесь $\delta = (180 - L_{\text{эф}})/180$, где $L_{\text{эф}}$ — это расстояние между идентичными точками отметок первичного пучка.

6. Результаты измерений и вычислений записать в табл. 9.

7. Исключить K_{β} -линии. Для этого воспользоваться тем, что $\sin \theta_{\beta} / \sin \theta_{\alpha} = \lambda_{\beta} / \lambda_{\alpha} = 0,9$, а интенсивность K_{β} -линий должна составлять около $1/6$ от интенсивности K_{α} -линий.

Таблица 9

№ линии	1	2	3	...	10
Интенсивность по визуальной шкале					
$I_{изм} = \vartheta_{изм}$					
$\Delta\vartheta = \vartheta_{изм} \delta$					
$\vartheta_{испр} = \vartheta_{изм} + \Delta\vartheta$					
$\sin \vartheta$					
d нм					
K_α или K_β					
Фаза					
α , γ , γ' или ε					

Таблица 10

Фаза	Параметр, единица	Табличные данные для линий				
		1	2	3	...	6
α	d нм I отн. ед. ϑ°					
γ	d нм I отн. ед. ϑ°					
γ'	d нм I отн. ед. ϑ°					
ε	d нм I отн. ед. ϑ°					

8. Идентифицировать фазы следующими способами:

а) сравнением углов ϑ (или межплоскостных расстояний), полученных в табл. 9, с данными для тех фаз, которые ожидаются в исследуемом образце. Для этого воспользоваться таблицами межплоскостных расстояний и относительных интенсивностей линий, приведенными в справочнике [42]. Данные ввести в табл. 10;

б) последовательным наложением теоретических рентгенограмм для ожидаемых фаз на полученную рентгенограмму.

Критерием достоверности выполненной идентификации является полное совпадение штрихрентгенограмм с экспериментально полученной. При этом обязательно совпадение 3—4 самых интенсивных линий по каждой фазе.

Вопросы для самопроверки: 1. Как определяется эффективная длина окружности рентгенограммы при съемке плоского образца?

2. Какие исходные данные нужны для построения штрихрентгенограммы?

3. Требуется ли знание индексов отражений при качественном фазовом анализе?

4. В чем состоит процедура идентификации фаз?

Список литературы: [12]; [16], с. 106—111; [42], с. 437—563; [61], с. 387—388; [78], с. 366—369.

12. КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ФАЗОВЫЙ АНАЛИЗ СМЕСИ КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ

Краткие общие и теоретические сведения. Рентгеновский количественный фазовый анализ поликристаллических веществ основан на том, что интегральная интенсивность дифракционных линий, принадлежащих разным фазам, зависит от концентрации этих фаз в сплаве. С другой стороны, при одном и том же содержании определяемой фазы интенсивность ее линий зависит от отражательной способности соответствующего семейства кристаллографических плоскостей и от соот-

ношения коэффициентов ослабления рентгеновских лучей для исследуемой фазы и всего сплава. Если коэффициенты ослабления для фаз смеси приблизительно одинаковы, то интегральную интенсивность линии с данными (hkl) можно считать пропорциональной концентрации данной фазы в анализируемой смеси. Если линейные или массовые коэффициенты ослабления для отдельных фаз и сплава в среднем существенно различаются между собой, то вводят коэффициенты, учитывающие эти различия.

При фотографической регистрации нужно, чтобы почернение линий сравнения не выходило за пределы прямолинейного участка характеристической кривой почернения, т. е. за пределы 0,3—1,2 единиц почернения. Точность и скорость количественного фазового анализа можно существенно повысить, если измерения выполнять на дифрактометрах.

На сопоставлении интенсивностей линий определяемых фаз, выбранных в качестве линий сравнения, основаны различные способы количественного фазового анализа без применения и с применением эталонов. В данной работе используется безэталонный расчетный способ. Без учета экстинкции при съемке массивных поликристаллических нетекстурированных образцов в монохроматическом излучении справедливо соотношение (в электронных единицах)

$$Q = [(1 + \cos^2 2\theta)/\sin^2 \theta \cos \theta] HF^2 e^{-2M} N^2 \lambda^3 B, \quad (1)$$

где Q — интегральная отражательная способность данного семейства кристаллических плоскостей для 1 см^3 ; H — множитель повторяемости; $N = 1/V$ — число элементарных ячеек в единице объема вещества; V — объем элементарной ячейки; F^2 — структурный множитель с учетом атомного; θ — угол отражения; e^{-2M} — температурный множитель; B — множитель поглощения; при съемке плоского образца

$$B = (1/\mu) \{ \sin(2\theta - \beta) / [\sin(2\theta - \beta) + \sin \beta] \}, \quad (2)$$

где β — угол между плоскостью образца и направлением первичного пучка рентгеновских лучей. При рентгенодифрактометрической съемке по схеме Брэгга — Брентано множитель B одинаков для всех отражений и поэтому не учитывается.

Температурный множитель e^{-2M} вычисляется с помощью формулы

$$M = (6h^2/m_a k \theta) [\Phi(x)/x + 1/4] (\sin \theta / \lambda)^2, \quad (3)$$

где m_a — масса атома, г; $m_a = 1,66 \cdot 10^{-24}$ г; A — атомная масса; h — постоянная Планка; $h = 6,63 \cdot 10^{-34}$ Дж · с; k — постоянная Больцмана; $k = 1,381 \cdot 10^{-23}$ Дж/К; $\theta = hv_{\max}/k$ — характеристическая температура, К; $x = \theta/T$; T — температура по абсолютной шкале, К; $\Phi(x) = (1/x) \int_0^x zdz/(e^z - 1)$ — табулированная функция Дебая.

Следует заметить, что соотношение (3) строго справедливо лишь для кубических кристаллов, но с некоторым приближением им можно пользоваться и для гексагональных решеток.

По приведенным соотношениям рассчитывают отражательную способность Q_1 и Q_2 для выбранных линий сравнения.

Цель работы: 1. Усвоить физический смысл всех множителей интегральной отражательной способности и способы их вычисления.

2. Расчетным способом определить содержание α - и γ -фаз в образце из закаленной цементированной стали и α -, γ' -, ϵ -фаз в образце из азотированной стали.

Содержание работы. По рентгенограммам образцов из цементированной и азотированной стали, полученным при выполнении работы 11, выбирают линии сравнения. Удобными для количественного анализа являются линии, расположенные на близких углах θ : (111) γ -фазы и (110) α -фазы — для цементированной стали и (110) α -фазы, (111) γ' -фазы и (101) ϵ -фазы — для азотированной стали.

Для цементированной и азотированной сталей можно принять, что плотность фаз примерно одинакова и поэтому значения объемной и массовой концентраций совпадают. Тогда для линий сравнения двух фаз на одной и той же рентгенограмме или дифрактограмме при постоянном режиме справедливы соотношения

$$\rho_1/\rho_2 = C_1 Q_1 / C_2 Q_2; \quad (4)$$

$$C_1 + C_2 = 100\%, \quad (5)$$

где C_1 и C_2 — концентрации фаз в двухфазном образце; Q_1 и Q_2 — вычисленные значения отражательной способности для сравниваемых линий; ρ_1 и ρ_2 — площади, ограниченные микрофотометрической (или дифрактометрической) кривой для линий сравнения. Из выражений (4) и (5) легко найти концентрации C_1 и C_2 . Для трехфазной структуры, например, в случае азотированной стали, можно составить три уравнения, из которых определить C_1 , C_2 и C_3 . Если исследуемые фазы имеют близкие характеристические температуры и фазовый анализ проводится по близко расположенным линиям сравнения, можно существенно упростить расчеты, учитывая лишь три множителя:

$$Q = HF^2/V^2.$$

Такое упрощение вполне допустимо при определении количества остаточного аустенита по линиям (111) γ -фазы и (110) α -фазы. Соотношение (4) тогда принимает вид

$$(\rho_\gamma/\rho_\alpha) = [(HF^2 C)_\gamma / (HF^2)_\alpha] [V_\alpha^2 / V_\gamma^2 (1 - C_\gamma)]. \quad (6)$$

Поскольку для аустенита и феррита

$$F_\alpha V_\gamma = F_\gamma V_\alpha, \quad (7)$$

то получается простое рабочее соотношение

$$C_\gamma = \frac{300 \rho_\gamma / \rho_\alpha}{3 \rho_\gamma / \rho_\alpha + 2} \%. \quad (8)$$

Порядок выполнения работы: 1. На рентгенограммах (или дифрактограммах) образцов из цементированной и азотированной сталей выбрать линии сравнения (по одной для каждой фазы) и проиндицировать их.

Параметр	α -фаза (110)	γ -фаза (111)	γ' -фаза (111)	ε -фаза (101)
Период решетки a нм λ нм ϑ $\sin \vartheta$ $\sin \vartheta / \lambda$ V нм ³ $N^2 = \frac{1}{V^2} \cdot 10^{48} \text{ см}^{-6}$ H F^2 ([42], с. 341; 388) Угловой множитель $\frac{1 + \cos^2 2\vartheta}{\sin^2 \vartheta \cos \vartheta}$ ([42], с. 330) Множитель поглощения $B = \frac{1}{\mu} \frac{\sin(2\vartheta - \beta)}{\sin(2\vartheta - \beta) + \sin \beta}$ θK ([16], с. 64) $x = \theta/T$ ([16], с. 64) $\frac{6h^2}{k} \left\{ \frac{\Phi(x)}{x} + \frac{1}{4} \right\}$ ([42], с. 392) $\frac{6h^2}{km_a \theta} \left\{ \frac{\Phi(x)}{x} + \frac{1}{4} \right\}$ e^{-M} ([42], с. 389) e^{-2M} Q				

2. Профотометрировать линии сравнения на микрофотометре МФ-4. При дифрактометрии построить дифракционные профили линий сравнения. С помощью планиметра измерить площади микрофотометрических (или дифрактометрических) кривых.

3. По данным о периоде решетки α - и γ -фаз и о структурной амплитуде для о. ц. к. и г. ц. к.-решеток удостовериться в справедливости формулы (7). Из выражения (6) получить соотношение (8).

4. С помощью соотношения (8) определить содержание аустенита в цементированной закаленной стали.

7. По формулам (1—3) рассчитать отражательную способность для линий (110) α -фазы, (111) γ' -фазы, (101) ε -фазы. Данные расчета внести в табл. 11.

8. По соотношениям типа (4), (5) оценить содержание α -, γ' - и ε -фаз в образце из азотированной стали.

Вопросы для самопроверки: 1. Как связаны между собой массовые коэффициенты ослабления отдельных фаз и их смеси?

2. Чему равен множитель поглощения B при съемках с фокусировкой по Брег-гу — Брентано?

3. Какие условия желательно выполнить при выборе линий сравнения?

4. В каких случаях, вычисляя отражательную способность при количественном фазовом анализе, температурный множитель можно не учитывать?

Список литературы: [4], с. 144—147; [15], с. 111—118; [16], с. 64; [42], с. 330, 341, 388, 389, 392; [61], с. 388—400; [78], с. 370—376.

13. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СООТНОШЕНИЯ ИНТЕНСИВНОСТИ ИНТЕРФЕРЕНЦИОННЫХ ЛИНИЙ ДЛЯ СЛОЖНЫХ РЕШЕТОК ИЗ РАЗНЫХ ХИМИЧЕСКИХ ЭЛЕМЕНТОВ

Краткие общие и теоретические сведения. В данной работе требуется вычислить структурный множитель для сложных решеток разных типов и установить влияние их базиса на соотношение интенсивности дифракционных линий при съемке поликристаллических образцов.

Кристаллическая решетка многих ионных и ковалентных кристаллов может рассматриваться как состоящая из отдельных примитивных или сложных однотипных взаимно смещенных подрешеток. Каждая из этих подрешеток составлена из атомов или ионов одного вида (одного химического элемента).

Так, решетка NaCl состоит из двух г. ц. к.-подрешеток из ионов Na^+ и Cl^- , взаимно смещенных на половину пространственной диагонали. В решетке типа сфалерита (цинковой обманки ZnS) такие же две подрешетки взаимно смещены на четверть пространственной диагонали. В подобных случаях выражение для структурной амплитуды имеет вид

$$|F|_{hkl} = f_1 |S| + f_2 |S| e^{i2\pi(\vec{R} \cdot \vec{r}_{hkl})} = |S| [f_1 + f_2 e^{i2\pi(uh + vk + wl)}], \quad (1)$$

где F — полная структурная амплитуда для сложной решетки; S — структурная амплитуда для каждой из подрешеток; f_1 и f_2 — атомные амплитуды рассеяния для атомов (или ионов), составляющих каждую подрешетку; $\vec{R} = u\vec{a} + v\vec{b} + w\vec{c}$ — вектор взаимного смещения подрешеток; $\vec{r}_{hkl}$ — вектор обратной решетки, проведенный из начала координат в точку с координатами hkl .

Для г. ц. к.-решетки из частиц одного вида структурная амплитуда $S = 4$, если все 3 индекса h, k, l одинаковой четности; $S = 0$, если индексы h, k, l разной четности.

Для решетки типа NaCl $u = v = w = \frac{1}{2}$; $\vec{R} = \frac{\vec{a}}{2} + \frac{\vec{b}}{2} + \frac{\vec{c}}{2}$. Поэтому соотношение (1) принимает вид

$$F_{hkl} = S [f_1 + f_2 e^{i\pi(h+k+l)}]. \quad (2)$$

Отсюда следует, что

$$F_{hkl} = 4(f_1 + f_2), \quad \text{если } h, k, l \text{ все четные;}$$

$$F_{hkl} = 4(f_1 - f_2), \quad \text{если } h, k, l \text{ все нечетные;}$$

$$F_{hkl} = 0, \quad \text{если } h, k, l \text{ разной четности.}$$

Поэтому дифракционные линии с нечетными индексами существенно слабее, чем с четными.

Для решетки типа сфалерита $\vec{R} = \frac{\vec{a}}{4} + \frac{\vec{b}}{4} + \frac{\vec{c}}{4}$; $u = v = w = \frac{1}{4}$.

Поэтому

$$F_{hkl} = S [f_1 + f_2 e^{i\pi(h+k+l)/2}]. \quad (3)$$

Отсюда следует, что

$$\begin{aligned} F_{hkl} &= 4(f_1 + f_2), & \text{если } h + k + l &= 4q; \\ F_{hkl} &= 4(f_1 - f_2), & \text{если } h + k + l &= 4q \pm 2; \\ F_{hkl} &= 4(f_1 \pm if_2), & \text{если } h + k + l &= 4q \pm 1; \\ F_{hkl} &= 0, & \text{если } h, k, l &\text{ разной четности;} \\ & & q &\text{ — целое число.} \end{aligned}$$

• Таким образом, для решетки типа сфалерита наибольшим структурным множителем обладают интерференции (400), (800), (220), (440) и т. д. Следующие за ними — (111), (333), (555), (311) и т. д. Наименьшее значение структурного множителя имеют интерференции (200), (222), (420), (600) и т. д.

Цель работы: 1. Вычислить относительную интенсивность интерференционных линий на рентгенограммах поликристаллических образцов NaCl и CdTe (решетка типа сфалерита) с учетом структурного множителя и множителя повторяемости.

2. Полученные расчетные данные сопоставить с экспериментально полученными на рентгенограммах.

Содержание работы. Рентгеновскую съемку проводят в цилиндрической камере по методу порошков. Кристаллы NaCl и CdTe измельчают в ступке, а затем из полученных порошков одним из описанных в работе 9 способом изготавливают образцы для исследования. Чтобы исключить появление точечных дебаевских линий, образцы во время съемки обязательно вращают.

Измерив по рентгенограммам углы Вульфа — Брэгга ϑ и пренебрегая систематическими ошибками, связанными с укорочением рентгеновской пленки и поглощением рентгеновских лучей образцом, индицируют рентгенограмму по формуле

$$\Sigma h_i^2 = (4a^2/\lambda^2) \sin^2 \vartheta$$

или используют штрихрентгенограммы.

Порядок выполнения работы: 1. Приготовить цилиндрические образцы из мелкоистолченных кристаллов NaCl и CdTe. Снять рентгенограммы с этих образцов в излучении медного анода; во время экспозиции образцы обязательно вращать.

2. Рассчитать значения структурного множителя для обоих типов решетки. При этом учесть, что NaCl — это кубический ионный кристалл из одновалентных ионов, а CdTe — из двухвалентных ионов. Атомные амплитуды принять равными числу электронов данного иона.

3. Рассчитать штрихрентгенограммы для обоих образцов, приняв, что период решетки NaCl равен 0,564 нм, а CdTe — 0,642 нм. С их помощью проиндцировать рентгенограммы.

4. Перемножить значения структурного множителя на соответствующие значения множителя повторяемости для всех полученных интерференций. Длину штрихов на штрихрентгенограмме делать пропорциональной полученным произведениям. Другие множители интенсивности, изменяющиеся монотонно с углом дифракции, при этом не учитывать.

5. Сопоставить между собой соотношения интенсивности близко расположенных линий для обоих образцов при одних и тех же индексах. Убедиться, что выполняются описанные выше закономерности влияния типа решеток на относительную интенсивность дифракционных линий.

Вопросы для самопроверки: 1. Чем различаются решетки типов каменной соли (B1) и сфалерита (B3)?

2. Какие отражения запрещены структурным множителем для обеих решеток?

3. Какая из двух линий (111) и (200) на рентгенограммах NaCl и CdTe сильнее?

Список литературы: [61], с. 125—129; [78], с. 126—129.

14. ОПРЕДЕЛЕНИЕ РАЗМЕРА КРИСТАЛЛИКОВ ПО ЧИСЛУ РЕФЛЕКСОВ НА ДИФРАКЦИОННОМ КОЛЬЦЕ

Краткие общие и теоретические сведения. В данной работе предлагается освоить методы определения среднего размера кристалликов по числу рефлексов на дебаевском кольце.

Метод Жданова был разработан для определения среднего размера кристалликов при съемке на просвет тонких пленок в обычном первичном пучке. В этом случае между количеством N рефлексов на дебаевском кольце и числом n_0 кристалликов в единице объема образца имеет следующая связь:

$$N = n_0 V \alpha P \cos \vartheta \quad (1/2), \quad (1)$$

где V — объем образца, принявший участие в дифракции рентгеновских лучей; в случае гетерофазного образца это объем, относящийся к той фазе, для которой определяется размер кристалликов; ϑ — угол Вульфа — Брэгга; α — угол сходимости первичного пучка, т. е. угол, под которым виден фокус рентгеновской трубки с облучаемого кристаллика; P — множитель повторяемости.

Значение $V = St$, где S — площадь облучаемого участка; t — толщина отражающего слоя. При перпендикулярной съемке на просвет t соответствует толщине образца. При съемке же на отражение массивных образцов толщину t удастся оценить весьма приближенно, что вносит определенную погрешность в результаты. Приближенное значение t можно вычислить, приняв, что на почернении линий рентгенограммы сказываются лучи, отраженные от внутренних зон образца при условии, что они ослаблены по сравнению с лучами, отраженными поверхностным слоем, не более чем, например, в 20 раз. При обратной съемке значение t можно определить из соотношения

$$I_{t=0}/I_t = e^{\mu t(1 - \sec 2\vartheta)} = 20, \quad (2)$$

где μ — линейный коэффициент ослабления монохроматического излучения.

Площадь облучаемого участка на поверхности образца можно определить экспонированием перед образцом рентгеновской пленки, помещенной в черный конверт. После фотообработки пленки измеряют площадь пятна на ней с помощью измерительного микроскопа МИР-12.

Число рефлексов на кольце подсчитывают с помощью лупы по одному из дублетных колец $K_{\alpha 1}$ или $K_{\alpha 2}$.

Благодаря тому что размер кристаллика намного меньше, а щель камеры больше фокуса трубки, можно принять угол сходимости первичных лучей

$$\alpha = f/R, \quad (3)$$

где f — эффективный размер фокуса; R — расстояние от фокуса до образца.

Эффективный размер фокуса рентгеновской трубки определяют специальной съемкой в камере Обскуры, представляющей собой полый цилиндр длиной 100 мм. В передней стенке камеры есть микроотверстие диаметром 0,1 мм. Камеру устанавливают вплотную к окошку рентгеновской трубки. Первичный пучок проходит через микроотверстие и засвечивает участок на рентгеновской пленке, помещенной в черный конверте у противоположной стенки камеры. При этом размер фокуса

$$f = Fl/100,$$

где F — размер изображения фокуса на пленке; l — расстояние от фокуса до передней стенки камеры Обскуры.

Метод двух экспозиций не требует знания толщины отражающего слоя при съемке массивных образцов. Пусть при некоторой экспозиции T_1 на интерференционном кольце рентгенограммы насчитывается N_1 рефлексов, почернение которых больше, чем произвольно установленные значения почернения. Если при неизменных условиях съемки дать вторую, большую экспозицию T_2 , то рефлексов с почернением, большим, чем установленное, будет также больше: $N_2 > N_1$. При обратной съемке в микропучках на острофокусной трубке (α мало) имеет место соотношение

$$(N_2 - N_1)/S \lg(T_2/T_1) = [2,3P \cos \vartheta / 2\mu (1 - \sec 2\vartheta)] [(\alpha + \Delta)/v_0]. \quad (4)$$

Здесь v_0 — средний объем одного кристаллика; Δ — область углов, в которой кристаллик может отражать благодаря несовершенству решетки, малым размерам мозаичных блоков и естественной ширине спектральной линии.

Вместо двух отдельных съемок с экспозициями T_1 и T_2 можно применить одну съемку, но зарядить кассету не одной пленкой, как делают обычно, а двумя, наложенными друг на друга. На пленке обращенной к образцу, почернение и число рефлексов на интерференционной линии будут больше; на второй пленке — меньше вследствие ослабления интенсивности отраженных лучей при их прохождении через первую пленку. Полученные две рентгенограммы будут соответствовать большей и меньшей экспозициям. Для рентгенопленки средней чувствительности T_2/T_1 составляет около 2,5. Этот метод позволяет

определять не только размер кристалликов, но и более тонкие структурные характеристики, обуславливающие значение Δ . Чтобы определить Δ , нужно получить несколько двойных снимков при различных значениях угла α и построить график в координатах

$$\alpha - \frac{N_2 - N_1}{S \lg (T_2/T_1)}.$$

По углу наклона получаемой прямой определяют среднее значение $1/v_0$. Экстраполируя график до $\alpha = 0$, определяют величину Δ .

При съемке в обычных широких пучках на трубках с обычным фокусом, когда $\alpha \gg \Delta$, значением Δ в соотношении (4) можно пренебречь и оценивать средний объем кристаллика по формуле

$$(N_2 - N_1)/S \lg (T_2/T_1) = 2,3P \cos \theta \alpha / 2\mu (1 - \sec 2\theta) v_0. \quad (5)$$

Рассмотренные методы определения среднего размера кристалликов по числу рефлексов на интерференционном кольце основаны на следующих допущениях:

1) в образце нет преимущественной ориентации кристаллитов (текстуры);

2) элементы структуры (кристаллики) в меру крупны, чтобы давать отдельные дифракционные рефлексы, но в облучаемом объеме их достаточно много, чтобы на дифракционном кольце было много рефлексов и вероятностный подход был корректным;

3) на дебаевском кольце нет сплошного фона;

4) образец однофазный. В случае гетерофазного образца должна быть известна объемная концентрация изучаемой фазы;

5) образец состоит из кристалликов примерно одинаковых размеров.

Цель работы: 1. Освоить методы определения среднего размера кристалликов по числу рефлексов на дифракционном кольце.

2. Определить средний размер кристалликов поликристаллического образца методами Жданова и двух экспозиций.

Содержание работы. Работу выполняют при фотографической регистрации дифракционной картины. Исследуя тонкий образец, делают съемку на просвет. При этом на рентгенограмме регистрируются отражения с малыми углами. Для массивных образцов применяют метод обратной съемки, и на рентгенограмме регистрируются отражения с большими углами θ .

В кассету нужно вложить две пленки. По одной рентгенограмме, обращенной к образцу, оценивают размеры кристалликов по методу Жданова; две рентгенограммы используют, оценивая размеры кристалликов методом двух экспозиций. Кроме того, нужно сделать еще две съемки: чтобы получить изображение фокуса рентгеновской трубки для определения угла сходимости α и облучаемого участка на образце для определения его площади.

Порядок выполнения работы: 1. Определить оптический размер фокуса рентгеновской трубки.

2. Установить щель камеры обратной съемки на «фокусирующем» расстоянии r от кассеты, пользуясь соотношением $r = R \operatorname{tg}^2 (180 - 2\theta)$, где R — расстояние от кассеты до образца.

3. Определить площадь облучаемого участка образца.
4. Произвести одновременную съемку на две пленки образца, для которого известно, что линии на рентгенограмме получаются сплошными. Проявлять эти две пленки *обязательно одновременно в одинаковых условиях*. Фотометрированием определить по ним значение T_1/T_2 .
5. Произвести обратную съемку исследуемого образца одновременно на две пленки. Экспозицию подобрать так, чтобы почернение наиболее сильного рефлекса не превышало ~ 1 .
6. С помощью лупы или на измерительном микроскопе МИР-12 подсчитать число рефлексов на одной четверти каждого из колец $K_{\alpha 1}$ и $K_{\alpha 2}$ обеих рентгенограмм. Если K_{α} -дублет не разрешен, общее число полученных рефлексов умножить на $2/3$, исходя из соотношения интенсивностей спектральных линий $K_{\alpha 1}$ и $K_{\alpha 2}$.
7. Оценить глубину отражающего слоя t по выражению (2).
8. Пользуясь соотношениями (1) и (2), вычислить средний объем v_0 и средний линейный размер L кристаллика (из условия равносности):

$$L = \sqrt[3]{v_0}.$$

9. Сравнить размеры кристалликов, определенные методом Жданова и методом двух экспозиций.

Вопросы для самопроверки: 1. Как меняется число рефлексов на дебаевском кольце при изменении размера кристаллов?

2. Каковы факторы, от которых зависит вероятность отражения монохроматических рентгеновских лучей данным кристалликом в поликристаллическом объекте?

3. В чем заключается недостаток метода Жданова при съемке массивных поликристаллов по сравнению с методом двух экспозиций?

4. Как изменяется вид соотношений (1) и (5) для многофазного образца?

Список литературы: [50], с. 303—305; [74], с. 295—297; [78], с. 294—296.

15. РЕНТГЕНОТЕНЗОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАКРОНАПРЯЖЕНИЙ

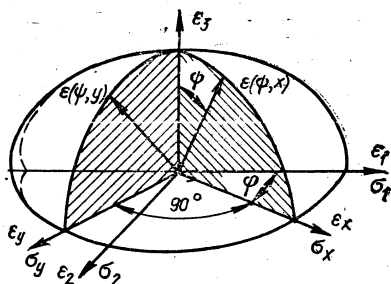
Краткие общие и теоретические сведения. В данной работе изучается метод рентгеновской тензометрии для определения макронапряжений в поликристаллических объектах. Этот метод позволяет измерить относительную деформацию в различных направлениях.

При наличии макронапряжений каждый элемент образца в общем случае подвержен воздействию трех главных напряжений σ_1 , σ_2 , σ_3 . Но на поверхности, исследованием которой обычно ограничены рентгенодифракционные методы, чаще всего рассматривают только два главных напряжения — σ_1 и σ_2 , лежащие в плоскости поверхности. Однако вследствие поперечной деформации всегда будет компонент деформации ϵ_3 в направлении нормали к поверхности ($\epsilon_{\perp}$).

Пусть в поверхностном слое объекта имеется плоское напряженное состояние, однородное по глубине отражающего слоя; оба главных направления (оси эллипсоида деформации) расположены в главной плоскости, касательной к участку поверхности, облучаемому при рентгеносъемке (рис. 22). Тогда в упруго изотропном приближении компоненту нормальных напряжений σ_x в любом направлении x , лежащем

Рис. 22. Схема измерения деформаций:

$\varepsilon_1, \varepsilon_2, \varepsilon_3$ — деформации в трех главных направлениях; ψ — полярный угол наклона; φ — азимутальный угол; $\varepsilon(\psi, \chi)$ — деформация в произвольном направлении



в указанной плоскости, можно определить из соотношения

$$\varepsilon(\psi, \chi) = [(1 + \mu)/E] \sin^2 \psi \cdot \sigma_\chi - (\mu/E) (\sigma_1 + \sigma_2), \quad (1)$$

где $\varepsilon(\psi, \chi)$ — относительная деформация в направлении, лежащем в плоскости, которая проходит через направление χ и нормаль к главной плоскости, и образуя угол ψ с этой нормалью; направление χ составляет угол φ с одним из главных направлений; E и μ — модуль Юнга и коэффициент Пуассона.

При обратной съемке с фоторегистацией на пленку, когда первичный пучок перпендикулярен к поверхности, отражающие плоскости кристалликов почти параллельны поверхности и деформация измеряется практически в направлении нормали к поверхности. Если d_0 — межплоскостное расстояние, соответствующее ненапряженному состоянию, величина деформации по направлению нормали к поверхности образца

$$\varepsilon_\perp = \varepsilon_{\varphi, \psi=0} = (d_\perp - d_0)/d_0. \quad (2)$$

Используя выражения (1) и (2), получим

$$\varepsilon_\perp = -(\mu/E) (\sigma_1 + \sigma_2). \quad (3)$$

Таким образом, по данным двух съемок, с помощью которых измеряют d_0 и $d_\perp$, можно определить сумму главных напряжений:

$$\sigma_1 + \sigma_2 = -(E/\mu) [(d_\perp - d_0)/d_0]. \quad (4)$$

При рентгенодифрактометрической съемке для реализации способа суммы главных напряжений первичный пучок направляют по отношению к поверхности образца под углом $\beta = \theta_{hkl}$ (рис. 23, а). При этом измеряют значения $d_\perp$ строго в направлении нормали к поверхности образца.

Раздельно определить главные напряжения σ_1 и σ_2 можно способом наклонной съемки (рис. 23, б). Из выражения (1) путем несложных преобразований получим

$$\sigma_\chi = [E/(1 + \mu)] [(d_\psi - d_\perp)/d] (1/\sin^2 \psi), \quad (5)$$

где d_ψ и $d_\perp$ — межплоскостное расстояние выбранного семейства плоскостей, измеренное вдоль направления, составляющего угол ψ с нормалью к главной плоскости (или, что то же самое, к поверхности образца) и вдоль нормали к главной плоскости. Благодаря тому что предел упругой деформации кристаллических веществ достаточно мал, значения d_ψ и $d_\perp$ мало отличаются от d_0 и поэтому d — любое из этих

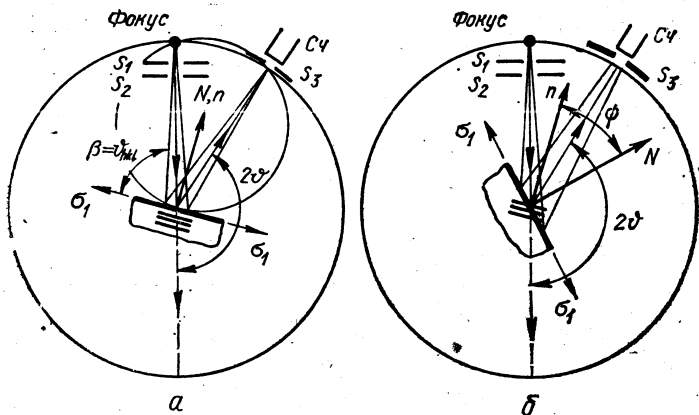


Рис. 23. Схема съемки на дифрактометре:

а — перпендикулярной; б — наклонной; σ_1 — нормальное напряжение; N — нормаль к поверхности образца; n — нормаль к отражающим плоскостям; S_1, S_2, S_3 — щели; S_4 — счетчик

значений. Следовательно, напряжения можно вычислять и при неизвестных параметрах решетки и d_0 . Если направления действия σ_1 и σ_2 известны, то, приняв одно из них за направление x , определяют главное напряжение σ_1 или σ_2 (рис. 23, б). Тогда соотношение (5) принимает вид

$$\sigma_1 = [E/(1 + \mu)] [(d_\psi - d_\perp)/d] (1/\sin^2 \psi). \quad (6)$$

Соотношения (5) и (6) можно реализовать двумя способами: двух съемок и многократных наклонных съемок ($\sin^2 \psi$ -способом).

Способ двух съемок. Достаточно осуществить две рентгенодифрактометрические съемки так, чтобы нормаль к отражающим плоскостям была направлена один раз перпендикулярно к исследуемому участку поверхности объекта, а другой — вдоль направления ψ, x . При этом измеряют удвоенные углы дифракции $2\theta_\perp$ и $2\theta_\psi$ (в градусах), а по ним вычисляют $d_\perp$ и d_ψ и подставляют их в выражение (5) или (6). Можно не вычислять $d_\perp, d_\psi$, а воспользоваться соотношением $\Delta d/d = -\operatorname{ctg} \theta \cdot \Delta \theta$. Тогда получим

$$\sigma_x = \frac{1}{114,6} \frac{E}{(1 + \mu)} \frac{\operatorname{ctg} \theta}{\sin^2 \psi} (2\theta_\perp - 2\theta_\psi). \quad (7)$$

$\sin^2 \psi$ -способ. Соотношение (5) можно представить в виде

$$(d_\psi - d_\perp)/d = [(1 + \mu)/E] \sigma_x \sin^2 \psi. \quad (8)$$

Проводят несколько наклонных съемок под разными углами ψ при неизменном угле φ и строят $\sin^2 \psi$ -график (рис. 24). Он представляет собой прямую линию, если выполняются сделанные допущения: главные направления эллипсоида деформации совпадают с осями координат объекта; в пределах отражающего слоя не проявляются градиенты напря-

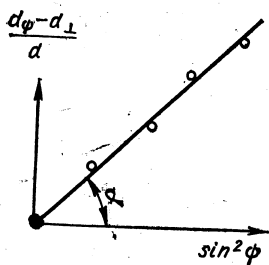


Рис. 24. $\sin^2 \psi$ -график

жений и состава). По углу α наклона графика, зная E и μ , определяют σ_x :

$$\sigma_x = [E/(1 + \mu)] \operatorname{tg} \alpha, \quad (9)$$

Можно не вычислять d_ψ и $d_\perp$ и пользоваться измеренными значениями угла дифракции (в градусах). В этом случае строят график зависимости $2\theta_\psi = f(\sin^2 \psi)$ и тогда

$$\sigma_x = (1/114,6) [E/(1 + \mu)] \operatorname{tg} \alpha \operatorname{ctg} \psi$$

Разумеется, что $\sin^2 \psi$ -способ более точен и информативен, но и более трудоемок.

Цель работы: 1. Рентгенодифрактометрически измерить межплоскостное расстояние выбранного семейства плоскостей (hkl) в ненапряженном (d_0) и напряженном состоянии в направлении нормали к поверхности исследуемого образца ($d_\perp$) и под углом к ней (d_ψ).

2. Вычислить сумму главных напряжений $\sigma_1 + \sigma_2$ и одно из главных напряжений (σ_1).

3. Оценить погрешность определения суммы главных напряжений и одного из главных напряжений.

Содержание работы. Объектом измерений служит образец, в котором можно ожидать наличия остаточных макронапряжений, например, подвергнутый поверхностной пластической деформации (обкатке роликом, обработке резанием). Удобным образцом является также металлическая пленка, нанесенная конденсацией в вакууме на массивную подложку. В этом случае в качестве ненапряженного образца используется пленка того же металла, отделенная от подложки. Съемку дифрактограмм в напряженном и ненапряженном состояниях образца проводят на рентгеновских дифрактометрах типа ДРОН.

Погрешность определения макронапряжений, как это следует из формул (4) и (6), зависит от погрешности определения межплоскостных расстояний, которая изменяется с изменением угла θ в соответствии с уравнением $\Delta d/d = -\operatorname{ctg} \theta \Delta \theta$. Поэтому для точного определения межплоскостных расстояний выбирают отражения с углами $75^\circ \leq \theta \leq 82^\circ$.

Схемы перпендикулярной и наклонной съемок представлены на рис. 23. Перпендикулярную съемку (рис. 23, а) осуществляют с фокусировкой дифракционных максимумов по Брэггу — Брентано, т. е. по схеме $\theta - 2\theta$. Образец устанавливают по отношению к первичному пучку под углом $\beta = \theta_{hkl}$. При этом отражают плоскости, нормаль к которым совпадает с нормалью N к облучаемому участку поверхности образца. Перпендикулярной съемке соответствует угол $\psi = 0$, т. е. плоскость, в которой действуют напряжения, и направление измерения деформации взаимно перпендикулярны.

Наклонную съемку (рис. 23, б) осуществляют, поворачивая образец на заданный угол ψ (например, на 45°) относительно его положения при съемке по схеме $\theta - 2\theta$. Для этого расцепляют на гониометре механизмы вращения образца и счетчика, поворачивают образец, вновь сцепляют их и снимают кривую распределения интенсивности. При такой съемке фокусировка по Брэггу — Брентано нарушается. След-

ствие этого появляется небольшое размытие дифракционного профиля и его смещение относительно положения точной фокусировки (рис. 23, б). Приспособлений для фокусировки при наклонной съемке на указанных дифрактометрах нет. Поэтому при наклонной съемке учесть смещение дифракционного максимума, обусловленное дефокусировкой, можно, снимая эталонный образец, свободный от макронапряжений. Если, однако, щели, формирующие первичный пучок, достаточно узки и ширина облучаемого участка невелика (например, не более 2 мм), то смещением за счет дефокусировки можно пренебречь.

Порядок выполнения работы: 1. По точкам, подсчитывая число импульсов за выбранное время, провести съемку отражения с большим углом θ при $\psi = 0$ и $\psi = 20, 30, 40^\circ$ в напряженном состоянии и при $\psi = 0$ в ненапряженном состоянии. Используя способ двух съемок, наклонную съемку провести при $\psi = 40 \div 50^\circ$.

2. Для указанных съемок построить кривые распределения отраженной интенсивности (в импульсах в секунду) от угла 2θ .

3. Выделить компоненту $K_{\alpha 1}$ из K_{α} -дублета графическим способом Речингера и найти ее положение способом медиан (см. роботу 10).

4. Пересчитать значения $\theta_{\text{изм}}$ в межплоскостные расстояния с помощью таблиц межплоскостных расстояний [12], используя длину волны $\lambda_{K_{\alpha 1}}$.

5. Вычислить сумму главных напряжений и одно из главных напряжений по формулам (5) и (6), а также по $\sin^2 \psi$ -графику.

6. Оценить абсолютную и относительную погрешности результата определения макронапряжений в предположении, что все систематические ошибки, возможные при определении положения дифракционного максимума, устранены, а случайная ошибка этого определения меньше приборной.

Вопросы для самопроверки: 1. Почему методом суммы двух главных напряжений нельзя воспользоваться, если эти напряжения разных знаков, например, при деформации по схеме кручения или чистого изгиба?

2. Каковы достоинства способа наклонных съемок по сравнению со способом суммы двух главных напряжений?

3. Какой интервал углов дифракции наиболее оптимален при рентгенотензометрии?

4. Как отличить изотропные изменения периодов решетки в твердых растворах от влияния макронапряжений?

Список литературы: [4], с. 165—167; [12]; [15], с. 126—130; [61], с. 284—298; [74], с. 367—377; [78], с. 308—324.

16. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МИКРОНАПРЯЖЕНИЙ И РАЗМЕРА КОГЕРЕНТНО РАССЕИВАЮЩИХ ОБЛАСТЕЙ ПО РАСШИРЕНИЮ ЛИНИЙ НА ДИФРАКТОГРАММЕ МЕТОДОМ АППРОКСИМАЦИИ

Краткие общие и теоретические сведения. К важным характеристикам субструктуры кристаллических тел относятся величина микродеформации ε (микронапряжений) и размер L областей когерентного рассеяния (о. к. р.) рентгеновских лучей. При рентгенодифракционном исследовании эти характеристики влияют на профиль кривых распре-

деления интенсивности в дифракционном максимуме и расширяют его — вызывают эффект физического (истинного) расширения. Геометрические условия рентгеноъемки (размеры фокуса рентгеновской трубки и диафрагм, расходимость первичного пучка, слияние K_{α} -дублета) создают инструментальный эффект, накладывающийся на физический эффект. В связи с этим при определении ϵ и L по анализу профиля и ширины дифракционных максимумов необходимо решить две задачи:

- 1) выделить из экспериментально наблюдаемого расширения и профиля ту часть, которая обусловлена физическим эффектом;
- 2) отдельно определить ϵ и L по данным об истинном расширении и профиле.

Решение второй задачи опирается на то, что дисперсность о. к. р. и микродеформация по-разному влияют на расширение узлов обратной решетки или на угловую зависимость дифракционного расширения в масштабе рентгенограммы.

В некотором приближении решить обе задачи можно интегральным методом — по ширине дифракционных линий при аппроксимации дифракционных профилей аналитическими функциями (методом аппроксимации). Более строгое решение осуществляют, применяя гармонический анализ дифракционных профилей (см. работу 17).

В данной работе следует ознакомиться с методом аппроксимации по двум отражениям с кратными индексами в одном излучении для определения среднего размера о. к. р. и величины микронапряжений (микродеформации) при отсутствии влияния других физических факторов (дефектов упаковки, неоднородности твердого раствора). В основе метода лежит такое положение: каждый участок кривой истинного дифракционного расширения, обусловленного физическим состоянием, под влиянием геометрических условий съемки размывается по одинаковому закону; при этом создается результирующая кривая распределения интенсивности. Это положение выражается интегральным соотношением (сверткой):

$$h(x) = \int_{-\infty}^{\infty} f(y) g(x-y) dy, \quad (1)$$

где $h(x)$ — функция распределения интенсивности рассеянных лучей в пределах дифракционного максимума для исследуемого образца; $g(x)$ — функция распределения интенсивности для эталонного (стандартного) образца; $f(x)$ — функция истинного дифракционного расширения, обусловленного физическим состоянием образца. Здесь $x = 2\theta$ — двойной угол дифракции.

Кривую распределения интенсивности рассеянных лучей, т. е. дифракционный профиль, можно охарактеризовать интегральной шириной — частным от деления площади, ограниченной этой кривой и фоном, на максимальную ординату. Если через B , b и β обозначить интегральную ширину кривых $h(x)$, $g(x)$ и $f(x)$ соответственно, то легко найти из (1) связь между B , b , β и видом функций $g(x)$ и $f(x)$:

$$B = b\beta / \int_{-\infty}^{\infty} f(x) g(x) dx. \quad (2)$$

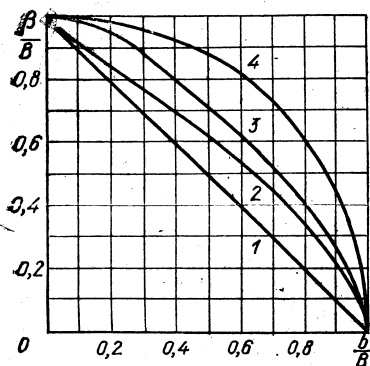


Рис. 25. Кривые зависимости β/B от b/B для функций:

$$\begin{aligned}
 1 - g(x) &= \frac{1}{1 + \alpha x^2}; & f(x) &= \frac{1}{1 + \gamma x^2}; \\
 2 - g(x) &= \frac{1}{1 + \alpha x^2}; & f(x) &= \\
 &= \frac{1}{(1 + \gamma x^2)^2}; & 3 - g(x) &= \frac{1}{(1 + \alpha x^2)^2}; \\
 f(x) &= \frac{1}{(1 + \gamma x^2)^2}; & 4 - g(x) &= \\
 &= e^{-\alpha x^2}; & f(x) &= e^{-\gamma x^2}
 \end{aligned}$$

Можно заранее построить графики зависимости β/B от b/B для разных видов функций $g(x)$ и $f(x)$ (рис. 25). Аппроксимация кривых $g(x)$ и $f(x)$ функциями Гаусса дает участок окружности, функциями Коши — прямую. При других видах функций зависимость укладывается между этими кривыми. Пользуясь такими графиками, легко найти величину β , но при этом функцию $f(x)$ выбирают произвольно.

Обычно, экспериментально определяя B и b , используют дублетные линии K_{α} -излучения. На дифрактограмме (или рентгенограмме) стандартного образца на больших углах отражения K_{α} -дублет расщеплен, поэтому выделение линии $K_{\alpha 1}$ и определение ее ширины b трудностей не вызывает. На малых же углах отражения это не наблюдается, а на рентгенограммах исследуемых образцов K_{α} -дублет, как правило, оказывается нерасщепленным во всем интервале углов. В этих случаях в расширение линии некоторый вклад вносит слияние K_{α} -дублета. Исключают этот вклад графическим разделением по Речингеру (см. работу 10).

Если B — ширина линии, исправленная на влияние K_{α} -дублета, то справедливы соотношения (3) и (4). Пользуясь этими соотношениями, определяют β для каждого из анализируемых отражений.

Полагаем, что в исследуемом образце дифракционное расширение β вызвано только двумя факторами — дисперсностью о. к. р. и микродеформацией. Возникает задача разделить β на две компоненты: m — размытие, вызванное малым размером о. к. р., и n — микродеформацией. Все рассуждения относительно связи между B , b и β справедливы и применительно к интегральным ширинам β , m и n . Но если при определении β были известны (из эксперимента) две величины — B и b , то в данном случае определена лишь величина β , а m и n не из-

Выбирая вид аналитических функций для $g(x)$ и $f(x)$, исходят из того, что это обычно колоколообразные симметричные функции типа $e^{-\alpha x^2}$ (функция Гаусса), $1/(1 + \alpha x^2)$ (функция Коши) или $1/(1 + \alpha x^2)^2$ (квадратичная Коши), которые различаются в основном на «хвостах» линий. Функция Гаусса наиболее быстро спадает при увеличении координаты x .

Если принять, что оба профиля $g(x)$ и $f(x)$ описываются аналитической функцией Гаусса, то из (2) следует, что

$$B^2 = b^2 + \beta^2. \quad (3)$$

В случае, когда для описания $g(x)$ и $f(x)$ подходит функция Коши, соотношение между B , b и β имеет вид

$$B = b + \beta. \quad (4)$$

вестны. Нахождение m и n основано на том, что они по-разному зависят от угла θ . Действительно, по определению

$$m = \lambda/L \cos \theta; \quad (5)$$

$$n = 4\epsilon \operatorname{tg} \theta, \quad (6)$$

где L — средний линейный размер областей когерентного рассеяния в направлении нормали к отражающим плоскостям; ϵ — среднее модуля относительной микродеформации, т. е. $\epsilon = \langle |\Delta d/d| \rangle$.

Необходимое число уравнений для определения m и n можно получить при определении истинного дифракционного расширения β по двум линиям рентгенограммы (или дифрактограммы), снятой в одном излучении. Действительно, используя ширины β_1 и β_2 , полученные для двух линий с разными углами θ_1 и θ_2 , можно определить L и ϵ , если заранее выбрать вид аппроксимирующих функций для описания кривых распределения интенсивности за счет малого размера о. к. р. и микродеформации. Пусть, например, обе функции есть функции Коши. Тогда

$$\beta = m + n. \quad (7)$$

С учетом (5) и (6)

$$\beta \cos \theta / \lambda = 1/L + 4\epsilon \sin \theta / \lambda. \quad (8)$$

Затем строят график зависимости $\beta \cos \theta / \lambda$ от $4 \sin \theta / \lambda$, называемый графиком Холла. Соотношение (8) представляет собой уравнение прямой, отсекающей на оси ординат отрезок, равный $1/L$; тангенс угла наклона этой прямой равен ϵ .

Если для установления связи между β , m и n выбрать аппроксимирующие функции Гаусса, то

$$\beta^2 = m^2 + n^2, \quad (9)$$

или

$$\beta^2 \cos^2 \theta / \lambda^2 = 1/L^2 + 16\epsilon^2 \sin^2 \theta / \lambda^2. \quad (10)$$

В этом случае получаем прямую линию, наклон которой определяется значением ϵ^2 , а отрезок, отсекаемый на оси ординат, равен $1/L^2$.

Выбор в качестве аппроксимирующих других видов функций приводит к значениям L и ϵ , лежащим между значениями, определенными при аппроксимации по Коши и по Гауссу.

Цель работы: 1. Усвоить теоретические основы определения среднего линейного размера о. к. р. и микродеформации способом аппроксимации по двум линиям, соответствующим отражениям разных порядков.

2. Получить дифрактограммы двух порядков отражения для эталонного и исследуемого образцов.

3. Усвоить практические приемы обработки дифрактограмм.

4. Определить L и ϵ , построив графики $\beta \cos \theta / \lambda - 4 \sin \theta / \lambda$ и $\beta^2 \cos^2 \theta / \lambda^2 - 16 \sin^2 \theta / \lambda^2$ по двум (или более) порядкам отражения.

5. Указать источники возможных ошибок при определении L и ϵ .

Содержание работы. Дифрактограммы стандартного и исследуемого образцов снимают на дифрактометре по точкам, подсчитывая число импульсов за выбранное время. Каждое из отражений снимают в не-

изменных геометрических условиях. Исследуют плоский образец, подвергнутый пластической деформации или приготовленный прессованием из металлических опилок. Эталонный образец имеет достаточно крупные ($\sim 10^{-4}$ см) и ненапряженные области когерентного рассеяния. При съемке такого образца без вращения линии на рентгенограмме нужно стараться получить сплошными, без отдельных рефлексов, а их ширину — по возможности меньшей. Эталонный образец можно приготовить из того же материала, что и исследуемый, но подвергнуть его соответствующему отжигу.

Для съемки выбирают отражения с кратными индексами, наиболее далеко отстоящие друг от друга. На миллиметровке строят в выбранном масштабе кривые распределения интенсивности отраженных лучей (в импульсах в секунду) по углу 2θ .

Составляющую $K_{\alpha 1}$ выделяют из K_{α} -дублета как на малых, так и на больших углах θ графически по Речингеру. Интегральную ширину дифракционного профиля $K_{\alpha 1}$ находят как частное от деления площади, ограниченной кривой и линией фона, на максимальную ординату. Площадь под каждой $K_{\alpha 1}$ -кривой измеряют несколько раз (не менее трех) и определяют ее среднее арифметическое. Предварительно оценивают относительную погрешность определения площади, значение которой известно (например, квадрат 10×10 см). Число значащих цифр площади, а следовательно и ширины, должно соответствовать полученной относительной погрешности прибора.

Истинное дифракционное расширение β определяют с помощью графика (рис. 25). Если геометрические условия съемки выбраны правильно, нет ошибок в вычислениях и расширение, как указывалось ранее, обусловлено только двумя факторами L и ε , то должно соблюдаться условие

$$\cos \theta_1 / \cos \theta_2 < \beta_2 / \beta_1 < \operatorname{tg} \theta_2 / \operatorname{tg} \theta_1, \quad (11)$$

что соответствует совместному действию обеих причин, вызывающих размытие линий: малого размера о. к. р. и микродеформации.

Порядок выполнения работы: 1. Снять дифрактограммы двух порядков отражения (по указанию руководителя) для исследуемого (деформированного) и эталонного (отожженного) образцов.

2. Выделить из K_{α} -дублета составляющую $K_{\alpha 1}$ для линий исследуемого и эталонного образцов, определить их интегральную ширину и истинное дифракционное расширение β_1 и β_2 , считая, что кривые $f(x)$ и $g(x)$ описываются функциями Гаусса.

3. Убедиться в том, что отношение β_2 / β_1 удовлетворяет условию

$$\cos \theta_1 / \cos \theta_2 \leq \beta_2 / \beta_1 \leq \operatorname{tg} \theta_2 / \operatorname{tg} \theta_1.$$

4. Результаты измерений и вычислений записать в табл. 12.

5. Решить графически уравнения (8) и (10), построив график Холла соответственно в координатах $\beta \cos \theta / \lambda - 4 \sin \theta / \lambda$ и $\beta^2 \cos^2 \theta / \lambda^2 - 16 \sin^2 \theta / \lambda^2$.

6. По отрезку, отсекаемому на оси ординат графика Холла, определить L , а по углу наклона — ε .

7. Приблизительно оценить величину микронапряжений, восполь-

(hkl)	θ°	B рад	b рад	β рад	$\frac{\beta \cos \theta}{\lambda}$	$\frac{4 \sin \theta}{\lambda}$	$\left(\frac{\beta \cos \theta}{\lambda}\right)^2$	$\left(\frac{4 \sin \theta}{\lambda}\right)^2$

используя формулу (E — модуль Юнга)

$$\sigma_{II} = E\varepsilon.$$

8. Сопоставить результаты работы, полученные путем аппроксимации по Коши и по Гауссу. Назвать источники погрешностей.

Вопросы для самопроверки: 1. На чем основан способ аппроксимации определения величины микродеформации и размера о. к. р.?

2. Почему для способа аппроксимации выбирают отражения с кратными индексами?

3. Какие требования предъявляют к выбору эталонного образца?

4. В каких координатах строят графики Холла?

Список литературы: [4], с. 167—169; [9], с. 195—213; [14], с. 410—411; [15], с. 145—155; [26], с. 123—133; [50], с. 307—309; [61], с. 313—318; [78], с. 324—329.

17. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МИКРОНАПРЯЖЕНИЙ

И РАЗМЕРА БЛОКОВ МЕТОДОМ ГАРМОНИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

Краткие общие и теоретические сведения. В данной работе нужно определить микродеформацию и размеры областей когерентного рассеяния (о. к. р.) методом гармонического Фурье-анализа дифракционных профилей. Как и в работе 16, в основе этого метода лежит интегральное уравнение (свертка функций)

$$h(x) = \int_{-\infty}^{\infty} f(y) g(x-y) dy, \quad (1)$$

где $h(x)$, $g(x)$ и $f(x)$ — функции распределения интенсивности рассеянных лучей для исследуемого образца, для эталонного образца и для истинного дифракционного расширения соответственно.

Нахождение функции $f(x)$ сводится к решению уравнения (1). Решают его численным методом, так как $h(x)$ и $g(x)$ заданы в виде дифрактометрических кривых. Для этого интеграл в (1) заменяют суммой и тогда

$$h(x) = \sum_{-\infty}^{\infty} f(y) g(x-y) \delta y. \quad (2)$$

Все три функции — $h(x)$, $g(x)$ и $f(x)$ — разлагаются в ряд Фурье в интервале от $-\alpha/2$ до $\alpha/2$, выбранном так, чтобы за его пределами

функции $h(x)$ и $g(x)$ обращались в нуль:

$$h(x) = \sum_{t=-\infty}^{\infty} H(t) e^{-2\pi i(x/\alpha)t}; \quad (3a)$$

$$g(x) = \sum_{t=-\infty}^{\infty} G(t) e^{-2\pi i(x/\alpha)t}; \quad (3b)$$

$$f(x) = \sum_{t=-\infty}^{\infty} F(t) e^{-2\pi i(x/\alpha)t}, \quad (3b)$$

где t — индекс суммирования (целое число); $H(t)$, $G(t)$, $F(t)$ — в общем случае комплексные коэффициенты разложения, которые можно вычислить по уравнениям

$$H(t) = (1/\alpha) \int_{-\alpha/2}^{\alpha/2} h(x) e^{2\pi i(x/\alpha)t} dx \quad (4a)$$

$$G(t) = (1/\alpha) \int_{-\alpha/2}^{\alpha/2} g(x) e^{2\pi i(x/\alpha)t} dx \quad (4b)$$

$$F(t) = (1/\alpha) \int_{-\alpha/2}^{\alpha/2} f(x) e^{2\pi i(x/\alpha)t} dx \quad (4b)$$

Интегралы (4) можно заменить суммами и вычислять их либо с помощью так называемых таблиц «штрипсов», либо с помощью ЭВМ (см. прил. 1).

Уравнение (2) удовлетворяется при условии, что

$$F(t) = (1/\alpha) [H(t)/G(t)]. \quad (5)$$

Если отделить вещественную и мнимую часть коэффициентов, то

$$A(t) = \alpha F_D(t) = (H_D G_D + H_M G_M) / (G_D^2 + G_M^2); \quad (6)$$

$$B(t) = \alpha F_M(t) = (H_M G_D - H_D G_M) / (G_D^2 + G_M^2). \quad (7)$$

Здесь индекс D соответствует вещественной (действительной), а M — мнимой части коэффициентов Фурье. Если истинное дифракционное расширение симметрично, то коэффициенты $F(t)$ действительны, а $F_M(t)$ в пределах погрешности измерений близки к нулю и

$$A(t) = \alpha F(t) = H(t)/G(t). \quad (8)$$

Уравнения (4a) и (4b) представляют в виде сумм:

$$H(t) = \frac{1}{\alpha} \sum_{x=-\alpha/2}^{\alpha/2} h(x) \cos 2\pi \frac{x}{\alpha} t + i \frac{1}{\alpha} \sum_{x=-\alpha/2}^{\alpha/2} h(x) \sin 2\pi \frac{x}{\alpha} t; \quad (9)$$

$$G(t) = \frac{1}{\alpha} \sum_{x=-\alpha/2}^{\alpha/2} g(x) \cos 2\pi \frac{x}{\alpha} t + i \frac{1}{\alpha} \sum_{x=-\alpha/2}^{\alpha/2} g(x) \sin 2\pi \frac{x}{\alpha} t. \quad (10)$$

Коэффициенты $A(t)$, найденные по уравнению (6), относятся к произвольно выбранному (экспериментальному) интервалу разложения $-\alpha/2 < x < \alpha/2$ в пространстве углов 2θ . Чтобы из этой зависимости получить количественные характеристики дисперсности и микронапря-

жений, нужно перейти от экспериментального интервала α к теоретическому α' , отсчитываемому в масштабе обратного пространства. Это промежуток от $l^* - 1/2$ до $l^* + 1/2$, где l^* — номер узла обратной решетки в системе индирования ($00l^*$), являющийся порядком отражения. Система получается в результате перехода к ромбической в прямом пространстве кристалла. При этом рассматриваемые отражающие плоскости являются координатными, а третья ось a_3 перпендикулярна к ним. По величине a_3 равно межплоскостному расстоянию плоскостей 1-го порядка отражения. Тогда $l^* = a_3/d_{hkl}$ и первому порядку отражения соответствует $l^* = 1$, второму $l^* = 2$ и т. д.

Разложению в теоретическом интервале соответствуют коэффициенты разложения $A(n)$ и $B(n)$ и индекс суммирования n , являющийся текущим номером атомной плоскости в «колонне» отражающих плоскостей данного семейства (hkl). Величина коэффициентов не изменяется в силу условия нормирования:

$$A(n) \big|_{n=0} = A(t) \big|_{t=0} = 1. \quad (10a)$$

Экспериментальный интервал разложения всегда меньше теоретического, и при изменении интервала разложения изменяется индекс суммирования в соответствии с соотношением

$$n = (\alpha'/\alpha) t. \quad (11)$$

Представив теоретический интервал разложения в пространстве 2θ как $\alpha' = 2 \operatorname{tg} \theta_0/l^*$, где θ_0 — угол Вульфа — Брэгга, получим

$$n = (2 \operatorname{tg} \theta_0/l^* \alpha) t. \quad (12)$$

Здесь α — угловое расстояние на дифрактограмме, соответствующее экспериментальному интервалу разложения, рад. Выбирая интервалы разложения, удобно выполнить следующее:

- 1) интервалы разложения эталонной и исследуемой кривых для каждого порядка отражения взять одинаковыми;
- 2) работая с линиями разных порядков отражения, начальный экспериментальный интервал разложения α_n выбирать для большего порядка отражения исследуемого образца, а для остальных линий рассчитывать его по формуле

$$\alpha_i = \alpha_n \cos \theta_n / \cos \theta_i. \quad (13)$$

В общем случае, когда истинное дифракционное расширение обусловлено двумя эффектами — микронапряжениями (микродеформацией) и дисперсностью блоков — имеет место соотношение

$$A(n) = A^L(n) \cdot A^e(n), \quad (14)$$

где индекс L относится к дисперсности, а e — к микродеформации.

Если $A(n)$ найдены для ряда дифракционных линий, соответствующих нескольким порядкам отражения от одного семейства плоскостей, то $A^L(n)$ и $A^e(n)$ можно вычислить раздельно, благодаря тому что под влиянием дисперсности размытие узла обратной решетки одинаково для всех узлов, а под влиянием микродеформации пропорционально номеру узла.

Предполагая распределение значений микродеформации по нормальному закону, имеем

$$A^s(n) = e^{-2\pi^2 l^{*2} n^2 \bar{\epsilon}_n^2}, \quad (15)$$

где $\sqrt{\bar{\epsilon}_n^2}$ — среднеквадратическая деформация в направлении $\{00l^*\}$; $\sqrt{n^2 \bar{\epsilon}_n^2}$ — среднеквадратическое смещение пачки из n плоскостей под действием микродеформации, выраженное в долях a_3 . Тогда

$$\ln A(n) = \ln A^L(n) - 2\pi^2 l^{*2} n^2 \bar{\epsilon}_n^2 \quad (16)$$

и зависимость $\ln A(n)$ от l^{*2} должна быть прямолинейной.

Разделяют эффекты следующим образом. Строят график зависимости $\ln A(n)$ в функции $h^2 + k^2 + l^2$ для всех рассматриваемых отражений и для нескольких выбранных значений n . При сравнительно небольших n (т. е. n , соответствующих малым значениям l) и $h^2 + k^2 + l^2$ точки обычно удовлетворительно укладываются на прямые. Пересечение прямой с осью ординат определяет значение $\ln A^L(n)$ для данного n . По полученным значениям $A^L(n)$ определяют средний линейный размер о. к. р., пользуясь тем, что

$$[dA^L(n)/dn]_{n \rightarrow 0} = -1/\bar{N}_3, \quad (17)$$

где $\bar{N}_3$ — среднее число плоскостей (hkl) в о. к. р. Средний линейный размер о. к. р. в направлении нормали к отражающим плоскостям оценивают по соотношению

$$\bar{L} = \bar{N}_3 a_3. \quad (18)$$

Для этого строят зависимость $A^L(n)$. Прямая, проведенная через точки с малыми n (кроме $n = 0$), отсечет на оси n отрезок, численно равный $\bar{N}_3$.

Микродеформацию можно определить по углу β наклона прямых на графике $\ln A(n) = f(l^{*2})$ из следующего соотношения:

$$\operatorname{tg} \beta_n = 2\pi^2 n^2 \bar{\epsilon}_n^2, \quad (19)$$

или

$$\sqrt{\bar{\epsilon}_n^2} = (1/\pi n) \sqrt{\operatorname{tg} \beta_n / 2}. \quad (20)$$

Для наглядности можно найти величину микронапряжений σ_{hkl}^{II} :

$$\sigma_{hkl}^{\text{II}} = E_{hkl} \sqrt{\bar{\epsilon}_n^2}, \quad (21)$$

где E_{hkl} — модуль Юнга в направлении нормали к отражающим плоскостям.

Цель работы: 1. Усвоить теоретические основы определения среднего линейного размера о. к. р. и величины микродеформации путем гармонического анализа дифракционных профилей, соответствующих отражениям разных порядков.

2. Получить дифрактограммы двух порядков отражения для эталонного и исследуемого образцов.

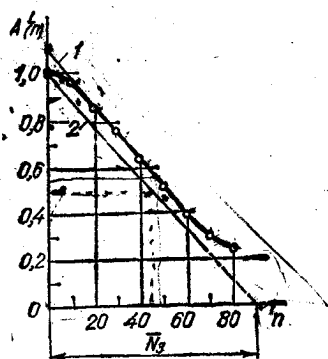


Рис. 26. Исправление эффекта «загиба» на кривой зависимости $A_L(n)$

Таблица 13

x	g(x)		h(x)	
	(111)	(222)	(111)	(222)
—23				
—22				
—21				
⋮				
—1				
0				
1				
⋮				
24				

3. Ознакомиться с элементами программирования при расчете коэффициентов Фурье-разложения и вычислить их на ЭВМ.

4. Определить L и $\sqrt{\varepsilon_n^2}$, анализируя дифракционные профили двух порядков отражения.

Содержание работы. Дифрактограммы эталонного и исследуемого образцов снимают на дифрактометре по точкам, подсчитывая число импульсов за выбранное время. Исследуемый и эталонный образцы, а также условия их съемки описаны в лабораторной работе 16. По линиям исследуемого образца выбирают интервал разложения. Отмечают положение максимальной ординаты и приписывают ему значение $x = 0$. Затем вправо и влево от $x = 0$ откладывают отрезки, равные $\alpha/2$, и весь интервал α разбивают на некоторое число равных частей, например на 48 (при этом пренебрегают смещением максимума размытой K_α -линии по сравнению с максимумом компоненты $K_{\alpha 1}$ эталонного образца). Точки деления интервала разложения отсчитывают от $x = 0$ в правую сторону до +24, а в левую — до —23. В результате получают набор ординат $h(x)$ и $g(x)$. На дифрактограммах эталонного образца нескольким крайним значениям x будут соответствовать нулевые значения ординат. При этом обязательно нужно соблюсти условие, чтобы серия анализируемых дифрактограмм была построена при одинаковом масштабе и направлении отсчета угла Вульфа — Брэгга. Коэффициенты Фурье-разложения вычисляются с помощью цифровой ЭВМ по программе (см. прил. 1), составленной на языке АЛГОЛ-60. Программа составлена для расчета коэффициентов $A(t)$ и $B(t)$: Преобразование коэффициентов $A(t)$ в коэффициенты $A(n)$, т. е. переход от номеров t к номерам n , а также разделение $A(n)$ на части $A^L(n)$ и $A^e(n)$ производятся с помощью электронного калькулятора. Если на графике зависимости $A^L(n)$ при малых n проявляется эффект «загиба», то учитывают его следующим образом (рис. 26). Отрезок, который отсекает на оси ординат прямая 1, проведенная через значения $A^L(n)$, соответствующие малым n , перенормируют на 1. Во столько же раз изменяют

Таблица 14

t	0	1	2	3	...	12
$A_1(t)$						
$A_2(t)$						

Таблица 15

n	20	40	60	80	100	120	140	160	180	200	220
$A_1(n)$											
$A_2(n)$											
$\ln A_1(n)$											
$\ln A_2(n)$											

ординаты и всех остальных точек, через которые прошла прямая 1. В результате получают прямую 2, пересечение которой с осью абсцисс дает значение $\bar{N}_3$, исправленное на эффект «загиба».

Порядок выполнения работы: 1. Снять дифрактограммы двух порядков отражения для деформированного и отожженного образцов.

2. Выбрать интервал разложения для обоих порядков отражения и разбить его на 48 частей с шагом $\Delta x = \Delta(2\theta) = \alpha/48$.

3. Полученные ординаты $h(x)$ и $g(x)$ записать в табл. 13.

4. Ознакомиться с программой для расчета коэффициентов Фурье-разложения, составленной на языке АЛГОЛ-60.

5. Отперфорировать исходные данные (массивы измеренных ординат), составить полный пакет перфокарт (текст программы и исходную числовую информацию) и ввести в машину для расчета.

6. Результаты счета на ЭВМ занести в табл. 14.

7. По данным табл. 14 построить графики зависимости $A(t)$.

8. Пересчитать значения t на значения n .

9. Составить табл. 15 значений $A(n)$ при $n = 20, 40, 60 \dots$

10. Разделить $A(n)$ на части $A^L(n)$ и $A^e(n)$, построив график зависимости $\ln A(n) = f(t^{*2})$. Записать значения $\ln A(n)$ при $t^{*} = 0$ в табл. 15.

11. Определить средний линейный размер о. к. р. из графика $A^L(n)$.

12. Определить величину микродеформации по формуле

$$\sqrt{\varepsilon_n^2} = (1/\pi n) \sqrt{[\ln A_2(n) - \ln A_1(n)]/(2 \cdot 3)},$$

взяв значения $\ln A(n)$ при разных n из табл. 15. Построить график зависимости $\sqrt{\varepsilon_n^2}(n)$.

Вопросы для самопроверки: 1. Как выбирают интервал разложения и разбивают его на нужное число частей?

2. Сколько массивов чисел необходимо ввести в программу для вычисления коэффициента Фурье $A(t)$ и $B(t)$?

3. Как переходят от экспериментального интервала разложения к теоретическому?

4. В каких координатах строят графики для определения среднеквадратической деформации и размера о. к. р.?

5. Каковы достоинства способа гармонического анализа по сравнению со способом аппроксимации?

Список литературы: [4], с. 167—171; [9], с. 160—195; [15], с. 156—161; [26], с. 133—143; [50], с. 310—313; [61], с. 318—323; [77], с. 310—313.

18. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ИНДЕКСОВ ОСИ АКСИАЛЬНОЙ ТЕКСТУРЫ

Краткие общие и теоретические сведения. В данной работе изучается рентгенографический метод исследования аксиальной (неограниченной) текстуры. При такой текстуре в поликристаллическом материале имеет место преимущественная кристаллографическая ориентировка кристаллитов относительно некоторых физических важных направлений-осей ориентировки. Кристаллографическое направление, преимущественно устанавливающееся вдоль оси ориентировки, называют осью текстуры. При наличии аксиальной текстуры имеется одна ось ориентировки. Относительно нее в азимутальном направлении кристаллиты ориентированы произвольно.

На рентгенограмме текстурированного образца вместо равномерно почерченных дифракционных колец образуются текстурные максимумы. Если первичный рентгеновский пучок направлен перпендикулярно к оси ориентировки (например, к оси проволоки), текстурные максимумы располагаются симметрично относительно осей xx' и yy' (рис. 27). Протяженность текстурных максимумов в азимутальном направлении на дифракционном кольце зависит от степени совершенства текстуры. Мерой этого совершенства служит угловой «разброс» вокруг оси проволоки (рассеяние текстуры). Описать аксиальную текстуру волочения — означает указать индексы оси текстуры и угол ее рассеяния.

Введем такие обозначения (рис. 27): ρ — угол между осью ориентировки и нормалью к отражающим плоскостям; δ — угол между вертикальным диаметром на рентгенограмме и текстурным максимумом; ϑ — угол дифракции;

$$\cos \rho = \cos \vartheta \cos \delta. \quad (1)$$

С другой стороны, угол между осью текстуры с индексами $[uvw]$ и нормалью к отражающим плоскостям с индексами $[hkl]$ (в кубической системе нормаль к плоскостям hkl являются и кристаллографическими направлениями $[hkl]$) можно определить из соотношения

$$\cos \rho = \frac{uh + vk + wl}{\sqrt{u^2 + v^2 + w^2} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}. \quad (2)$$

Можно заранее подсчитать углы δ для случая текстуры в поликристаллических образцах с г. ц. к.-решеткой при разных индексах $[uvw]$ оси текстуры и сопоставить расчетные значения с экспериментальными. При этом нужно учесть, что осями текстуры в металлах с кубической решеткой обычно являются направления с малыми индексами: $[100]$, $[110]$, $[111]$, $[211]$. Это один из способов определения индексов оси текстуры.

Другой способ заключается в следующем. Из рентгенограммы определяют углы ϑ и δ и вычисляют произведения $\cos \vartheta \cos \delta$ для текстурных максимумов, расположенных на одном из колец. Затем в левую часть

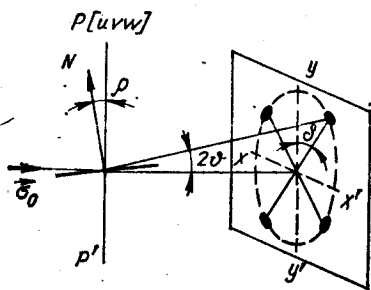


Рис. 27. Схема перпендикулярной съемки текстурированного образца:

$\vec{\sigma}_0$ — первичный рентгеновский пучок;
 PP' — ось ориентировки (проволоки);
 N — нормаль к отражающей плоскости

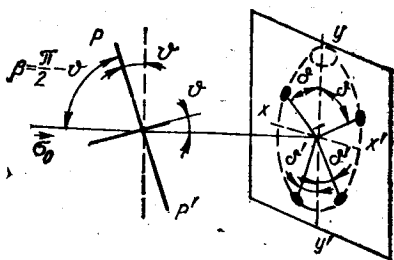


Рис. 28. Схема наклонной съемки текстурированного образца

соотношения (2) подставляют значения $\cos \rho$, полученные из рентгенограммы, а в правую часть — индексы h, k, l тех плоскостей, от которых могли возникнуть отражения. Получают несколько уравнений относительно u, v, w . Решая эти уравнения, находят $u : v : w$, а тем самым и $[uvw]$.

Третий способ — это способ диатропных плоскостей Поляни, в котором образец устанавливают под углом β к падающему пучку (рис. 28). Положение дебаевских колец остается при этом неизменным, но верхние и нижние текстурные максимумы по-разному смещаются относительно вертикали в соответствии с формулами

$$\cos \delta = (\cos \rho - \cos \beta \sin \vartheta) / \sin \beta \cos \vartheta; \quad (3)$$

$$\cos \delta' = [\cos \rho - \cos (180 - \beta) \sin \vartheta] / \sin (180 - \beta) \cos \vartheta. \quad (4)$$

Чтобы непосредственно определить индексы оси текстуры с помощью метода наклонного падения, снимают серию рентгенограмм при нескольких значениях угла β , а именно: $\beta_i = \pi/2 - \vartheta_i$. Если для какой-либо рентгенограммы этой серии рентгеновский луч падает на плоскости, перпендикулярные к оси текстуры, под брэгговским углом ϑ , т. е. $\beta = \pi/2 - \vartheta$, то в дополнение к имеющимся текстурным максимумам на одном конце вертикального диаметра дебаевского кольца с данным углом ϑ возникает сильный текстурный максимум (рис. 28). Индексы дебаевского кольца, на котором появляется такое отражение, совпадают (с точностью до постоянного множителя) с индексами оси текстуры.

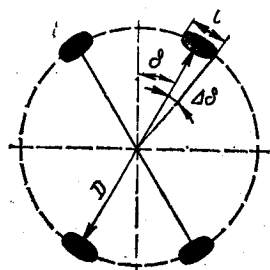


Рис. 29. Перпендикулярный снимок (к определению угла $\Delta\delta$):

D — диаметр кольца; l — длина текстурного максимума

Угол рассеяния текстуры $\Delta\delta$ определяют из перпендикулярного снимка (рис. 29) по формуле

$$\Delta\rho = (\cos \vartheta \sin \delta / \sin \rho) \Delta\delta, \quad (5)$$

где $\Delta\delta$ — половина угловой ширины текстурного максимума на рентгенограмме. Значение

$\{hkl\}$	(hkl)	θ	$\cos \theta$	$\cos \rho = \frac{uh + vk + wl}{\sqrt{u^2 + v^2 + w^2} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}$	$\frac{\cos \delta = \cos \rho}{\cos \theta}$	δ

$\Delta \delta$ можно определить как l/D , где l — длина текстурного пятна, а D — диаметр дебаевского кольца.

Цель работы: 1. Получить рентгенограмму холоднотянутой алюминиевой проволоки при перпендикулярном относительно оси проволоки падении рентгеновского луча.

2. Определить индексы оси текстуры и угол рассеяния текстуры.

3. Получить рентгенограмму алюминиевой проволоки при наклонном падении рентгеновского луча и убедиться в том, что индексы оси текстуры определены правильно.

Содержание работы. Съемку образца из тонкой алюминиевой проволоки проводят на плоскую пленку в излучении медного анода при расстоянии «пленка — образец» 40 мм. Снимают две рентгенограммы: перпендикулярную и наклонную ($\beta = \pi/2 - \theta$).

Для индизирования дебаевских колец нужно воспользоваться одним из известных способов: например, рассчитать брэгговский угол для каждого кольца по формуле

$$\operatorname{tg} 2\theta = D/2L, \quad (6)$$

где D — диаметр дебаевского кольца; L — расстояние «образец — пленка». Зная квадратичную форму, по углу θ можно определить индексы отражения. Если съемку проводить в нефльтрованном излучении Си-анода, то на рентгенограмме получаются отражения от K_{α} - и K_{β} -излучений.

Чтобы индексы оси текстуры определить надежнее, нужно использовать по крайней мере два дебаевских кольца, например, для г. ц. к.-металла это могут быть (111) и (200). Углы δ рассчитывают по формуле (1).

Порядок выполнения работы: 1. Снять рентгенограмму (на просвет) тонкого образца из холоднотянутой алюминиевой проволоки в излучении медного анода.

2. Проиндизировать дебаевские кольца на рентгенограмме, пользуясь соотношением (6) и квадратичной формой для кубических кристаллов. Для расчета индексов оси текстуры выбрать кольца $\{111\}_{K_{\alpha}}$ и $\{200\}_{K_{\alpha}}$.

3. По соотношениям (1) и (2) рассчитать углы для текстурных максимумов на дебаевских кольцах $\{111\}$ и $\{200\}$ при наличии аксиальной текстуры с осью $[100]$ и $[111]$. Данные расчета занести в табл. 16.

4. Измерить на рентгенограмме углы δ по дебаевским кольцам $\{111\}$ и $\{200\}$ и определить индексы оси текстуры.

5. По соотношению (5) рассчитать угол рассеяния текстуры.

6. Зная индексы оси текстуры (см. п. 4), получить наклонный снимок под углом $\beta = \pi/2 - \vartheta_{(hkl)}$. Убедиться в том, что на кольце $\{hkl\}$ вдоль вертикального диаметра появляется интенсивный текстурный максимум.

Вопросы для самопроверки: 1. Что такое ось текстуры и ось ориентировки?

2. От чего зависят число и взаимное расположение текстурных максимумов?

3. Как изменяется вид текстурограммы при наклонной съемке?

4. При каком угле падения первичного луча на образец появляются дополнительные текстурные максимумы?

5. Как рентгенографически проявится случай, соответствующий наличию двух осей текстуры?

Список литературы: [4], с. 175—179; [15], с. 169—172; [61], с. 349—352; [78], с. 277—280.

19. РЕНТГЕНОВСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ АКСИАЛЬНОЙ ТЕКСТУРЫ МЕТОДОМ ОБРАТНЫХ ПОЛЮСНЫХ ФИГУР

Краткие общие и теоретические сведения. Наряду с обычными (прямыми) полюсными фигурами при изучении текстуры пользуются еще и обратными. Оба типа полюсных фигур представляют собой гномостереографическую проекцию кристаллитов в облучаемом объеме поликристаллического образца. Так, при аксиальной (неограниченной) текстуре прямая полюсная фигура показывает распределение заданного семейства плоскостей $\{hkl\}$ (точнее, их нормалей) относительно оси ориентировки (например, оси проволоки). При построении обратной полюсной фигуры нормалям к каждому семейству плоскостей $\{hkl\}$ приписывается статистический вес, и она, таким образом, характеризует распределение оси ориентировки относительно различных $\{hkl\}$. Статистический вес представляет собой меру совпадения данной нормали к плоскости $\{hkl\}$ с одним из выбранных направлений в образце. Достоинство обратной полюсной фигуры заключается в том, что в случае аксиальной текстуры достаточно одной полюсной фигуры, построенной для распределения выбранной оси, чтобы судить о преимущественной ориентировке и степени ее совершенства.

Обратную полюсную фигуру будем строить способом Харриса. Способ особенно удобен при исследовании плоских образцов с осью ориентировки по нормали к их поверхности (гальванические покрытия, конденсированные пленки).

Определяют долю кристаллитов (зерен), в которых нормали к плоскостям $\{hkl\}$ параллельны оси ориентировки. Для этого на дифрактометре при съемке по схеме $\vartheta - 2\vartheta$ (по Брэггу — Brentano) измеряют интегральную интенсивность всех отражений, которые удастся зарегистрировать в данном излучении. При этом целесообразно по возможности увеличить число регистрируемых отражений, применяя жесткое излучение.

Интегральную интенсивность вульф-брэгговских отражений при съемке поликристаллов по схеме $\vartheta - 2\vartheta$ в кратком виде можно представить соотношением

$$I_{hkl}^* = (A^*/2\mu) HL(\vartheta) |F_{hkl}|^2, \quad (1)$$

если нет текстуры, и

$$I_{hkl} = (A/2\mu) HL(\theta) |F_{hkl}|^2 P_{hkl} \quad (2)$$

при наличии текстуры. Здесь A^* и A — постоянные для каждого образца, зависящие от условий съемки и структурных характеристик образцов; H — множитель повторяемости; $L(\theta)$ — угловые множители интенсивности; F_{hkl} — структурная амплитуда с учетом атомной и температурной; μ — линейный коэффициент ослабления; P_{hkl} — полюсная плотность (статистический вес); характеризует вероятность, с которой нормаль к поверхности образца совпадает с нормалью к плоскостям (hkl) , т. е. это доля кристаллитов (зерен), у которых плоскости (hkl) параллельны поверхности образца.

На P_{hkl} накладывается условие нормировки при суммировании по всем n зарегистрированным отражениям:

$$(1/n) \sum_{i=1}^n P_{i(hkl)} = 1. \quad (3)$$

Для образца без текстуры $P_{hkl} = \text{const}$ по всем отражениям (hkl) и тогда из выражения (3) получим $P_{hkl} = 1$. Следовательно, P_{hkl} исчисляется в относительных единицах по отношению к вероятности указанной ориентации для нетекстурированного образца. При наличии аксиальной текстуры с преимущественной ориентировкой плоскостей $(h_1 k_1 l_1)$ параллельно поверхности образца значение $P_{h_1 k_1 l_1} > 1$ и окажется наибольшим по сравнению с остальными значениями.

Относительную интенсивность выбранных отражений для нетекстурированного образца можно либо рассчитать по соотношению (1), либо экспериментально измерить рентгеносъемкой образца (например, порошкового) из того же материала.

Разделив соотношение (2) на (1), получим

$$(I/I^*)_{hkl} = (A/A^*) P_{hkl}. \quad (4)$$

Просуммировав это выражение по возможно большему числу отражений, приходим к равенству

$$(1/n) \sum (I/I^*)_{hkl} = (A/A^*) (\sum P_{hkl}/n), \quad (5)$$

откуда

$$(A/A^*) = (1/n) \sum (I/I^*)_{hkl}, \quad (6)$$

и тогда рабочая формула принимает вид

$$P_{hkl} = \frac{(I/I^*)_{hkl}}{(1/n) \sum (I/I^*)_{hkl}}. \quad (7)$$

Оси текстуры следует приписать те индексы hkl , которым соответствует наибольшее значение P_{hkl} . Представление о степени совершенства текстуры можно составить по значению отношения $(P_{hkl})_{\text{max}}/\sum P_{hkl}$.

Цель работы: 1. Ознакомиться с методикой анализа аксиальной текстуры способом построения обратной полюсной фигуры.

2. Определить индексы оси текстуры, рассчитав значения P_{hkl} и сопоставив их по разным плоскостям (hkl) , от которых зарегистрированы отражения.

№ отражения	(hkl)	I_{hkl}	I_{hkl}^*	I/I^*	P_{hkl}

3. Сделать заключение о степени совершенства текстуры.

Содержание работы. Съемку дифрактограмм исследуемого и нетекстурированного образцов проводят на дифрактометре ДРОН-1 или ДРОН-2 с фокусировкой по Брэггу — Брентано. Последовательно при неизменных условиях съемки регистрируют поточечным способом выбранные отражения для каждого из образцов. Необходимо так подобрать излучение, чтобы число регистрируемых отражений было около 10. Поэтому съемку рекомендуется проводить в излучении медного или молибденового анода.

На миллиметровой бумаге строят кривые отраженной интенсивности в функции угла 2θ . Обработывая дифракционные кривые — измеряя их площади и сопоставляя их, следует все привести к одному масштабу по оси абсцисс и ординат. Результаты измерений записать в табл. 17.

Порядок выполнения работы: 1. В неизменных условиях провести дифрактометрирование текстурированного образца в K_α -излучении медного или молибденового анода с фокусировкой по Брэггу — Брентано.

2. Для всех регистрируемых отражений рассчитать интегральную отражательную способность в относительных единицах. Допускается определить ее экспериментально, осуществляя съемку нетекстурированного образца (например, порошкового) из того же материала.

3. По соотношению (7) вычислить значения P_{hkl} для всех зарегистрированных отражений и расположить их по убывающей степени. Наибольшее значение P_{hkl} приписать оси текстуры.

4. Рассчитать угол φ между осью текстуры и нормалью к отражающим плоскостям по всем отражениям $(hkl)_i$ по формуле (для кубической сингонии)

$$\cos \varphi = \frac{hh_i + kk_i + ll_i}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \sqrt{h_i^2 + k_i^2 + l_i^2}} \quad (8)$$

5. Построить график зависимости P_{hkl} от φ или $(hkl)_i$.

6. Сделать заключение о числе осей текстуры и о ее совершенстве.

Вопросы для самопроверки: 1. Что называют прямой и обратной полюсными фигурами?

2. Что такое статистический вес нормали? Каким случаям соответствует $P_{hkl} > 1$, $P_{hkl} < 1$, $P_{hkl} = 1$?

3. Сколько обратных полюсных фигур нужно построить для анализа аксиальной текстуры?

4. Как влияет число регистрируемых отражений на достоверность результатов исследования?

5. При каком расположении оси ориентировки относительно поверхности образца можно использовать съемку по Брэггу — Брентано?

Список литературы: [4], с. 180—181; [15], с. 189—191; [34], с. 51—55; [78], с. 289—293.

20. РЕНТГЕНОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОНЦЕНТРАЦИИ ДЕФОРМАЦИОННЫХ ДЕФЕКТОВ УПАКОВКИ В Г.Ц.К.-МЕТАЛЛАХ

Краткие общие и теоретические сведения. При рентгенографических исследованиях дефекты упаковки (д. у.) могут вызвать смещение и расширение дифракционных максимумов, а также некоторое изменение их интенсивности. Эти эффекты сравнительно слабы, поэтому выявить их можно только при достаточно прецизионной дифрактометрии, хорошей юстировке и высокой стабильности работы регистрирующей аппаратуры.

Из рефлексов, создающих дифракционную линию при рентгено-съемке г. ц. к.-поликристаллов, чувствительны к д. у. (смещаются и размываются) лишь те, для которых $|h + k + l| = 3N \pm 1$ (N — целое число). Смещение одного рефлекса под действием деформационных д. у. описывается выражением

$$\Delta(2\theta)^0 = \frac{90\sqrt{3}}{\pi^2} \frac{\pm|h+k+l|}{h^2+k^2+l^2} \alpha \operatorname{tg} \theta. \quad (1)$$

Здесь знаки $\pm$ приписываются соответственно смещению в сторону больших и меньших θ ; h, k, l — индексы отражения; θ — угол дифракции; α — концентрация д. у.

Суммируя соотношения (1) по всем рефлексам семейства $\{hkl\}$, получаем выражение для среднего смещения дифракционной линии:

$$\Delta(2\theta)^0 = (Gj)_{hkl} \alpha \operatorname{tg} \theta, \quad (2)$$

где $j = P'/P$; P — множитель повторяемости кристаллической формы $\{hkl\}$; P' — число рефлексов, смещающихся под влиянием д. у.;

$$G = (270/\pi^2) (\cos \Phi / \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}); \quad (3)$$

$$\overline{\cos \Phi} = \left(\sum_{P'} \pm |h + k + l| \right) / P' \sqrt{3} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}, \quad (4)$$

где Φ — угол между плоскостями (hkl) и (111) .

Анализ выражения (2) показывает, что величина и направление смещения дифракционных линий зависят от индексов отражения. Кроме того, величина смещения немонотонно изменяется с углом дифракции. Так, линия (200) смещается в сторону меньшего угла отражения, а линия (111) — в сторону большего. Именно эта пара линий удобна для выявления деформационных д. у. в г. ц. к.-кристаллах.

В данной лабораторной работе концентрацию (вероятность) α деформационных д. у. определяют безэталоным методом по изменению углового расстояния между двумя рядом расположенными линиями (111) и (200). Вычисления производят по формуле

$$\alpha = \frac{\lg \frac{\sin^2(\theta + \Delta\theta)_2}{\sin^2(\theta + \Delta\theta)_1} - \lg \frac{(h^2 + k^2 + l^2)_2}{(h^2 + k^2 + l^2)_1}}{(Gj)_2^0 - (Gj)_1^0} 2,3 \cdot 57,3. \quad (5)$$

Здесь индексы 1 и 2 относятся к отражениям (111) и (200) соответственно; $\Delta\theta$ — изменение угла дифракции под влиянием д. у.; $\theta + \Delta\theta$ —

$\{hkl\}$	$\theta + \Delta\theta$	$2 \lg \sin (\theta + \Delta\theta)$	$2 \lg \sin (\theta + \Delta\theta)_2 - 2 \lg \sin (\theta + \Delta\theta)_1$	$\lg (h^2 + k^2 + l^2) - \lg (h^2 + k^2 + l^2)_1$	$\lg (h^2 + k^2 + l^2) - \lg (h^2 + k^2 + l^2)_1$	$\lg \frac{\sin^2 (\theta + \Delta\theta)_2}{\sin^2 (\theta + \Delta\theta)_1} - \lg \frac{(h^2 + k^2 + l^2)_2}{(h^2 + k^2 + l^2)_1}$
$\{111\}$						
$\{200\}$						

измененное (регистрируемое при съемке) значение угла дифракции для исследуемого образца, содержащего д. у.

Цель работы: 1. Ознакомиться с методикой определения концентрации α деформационных д. у. в поликристаллических г. ц.к.-металлах по смещению дифракционных линий.

2. Выявить д. у., возникающие в металлах в результате интенсивной пластической деформации, и определить их концентрацию.

Содержание работы. Объектом исследования служит порошок, полученный опилкой прутка латуни Л68, обладающей низкой энергией образования д. у. Из мелкой фракции порошка, просеянного через мелкое сито (с ячейками 40 мкм), изготавливают плоский образец.

Рентгеносъемку проводят, регистрируя поточно с выбранным шагом [например, с шагом $\Delta(2\theta) = 0,1^\circ$] отраженную интенсивность линий $\{111\}$ и $\{200\}$. Компоненту $K_{\alpha 1}$ выделяют из размытого K_{α} -дублета графически — способом Речингера, а положение ее максимума — способом медиан (см. работу 10). Положение максимума $K_{\alpha 1}$ нужно определить с точностью $\Delta(2\theta) = \pm 1'$.

Порядок выполнения работы: 1. По точкам, подсчитывая число импульсов за выбранное время, снять дифрактограммы линий $\{111\}$ и $\{200\}$. Построить кривую распределения отраженной интенсивности (в импульсах в секунду) от угла 2θ .

2. Выделить компоненту $K_{\alpha 1}$ из размытого K_{α} -дублета графическим способом Речингера и найти ее положение для линий $\{111\}$ и $\{200\}$ способом медиан.

3. Вычислить значения G и $\cos \Phi$ для плоскостей $\{111\}$ и $\{200\}$, воспользовавшись соотношениями (3) и (4).

4. Вычислить $\lg [\sin^2 (\theta + \Delta\theta)_2 / \sin^2 (\theta + \Delta\theta)_1]$ и $\lg [(h^2 + k^2 + l^2)_2 / (h^2 + k^2 + l^2)_1]$, входящих в формулу (5), с помощью электронного калькулятора или шестизначных логарифмов, внося промежуточные данные в табл. 18.

5. По соотношению (5) найти концентрацию деформационных д. у.

Вопросы для самопроверки: 1. Какие отражения чувствительны к д. у. и в чем заключается влияние д. у.?

2. Почему пара линий $\{111\}$ и $\{200\}$ обеспечивает достаточно хорошую надежность выявления и вычисления α д. у.?

3. Каков смысл концентрации д. у. α и каков порядок величины α ?

4. Как отличить смещение дифракционной линии под действием д. у. от смещения, обусловленного другими факторами (макронапряжениями, образованием твердого раствора)?

Список литературы: [15], с. 165—168; [26], с. 144—158; [77], с. 176—178.

21. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ УГЛЕРОДА В ТЕТРАГОНАЛЬНОМ МАРТЕНСИТЕ

Краткие общие и теоретические сведения. Одна из основных структурных составляющих закаленной стали — α -мартенсит. Благодаря упорядоченному внедрению атомов углерода в октаэдрические межузлия о. ц. к.-решетки α -железо претерпевает тетрагональное искажение. Отношение c/a (степень тетрагональности) зависит от содержания углерода и изменяется от 1 до 1,08. В результате такого искажения изменяется вид рентгенограммы мартенсита по сравнению с рентгенограммой, характерной для о. ц. к.-решетки α -фазы. На этом изменении основано обнаружение мартенсита в закаленной стали и определение в нем содержания углерода.

В результате тетрагонального искажения линии типа $(h00)$, $(hh0)$ становятся дублетными, а типа $(hk0)$ и (hkl) — триплетными, линии (hhh) не расщепляются. В этом можно убедиться, анализируя квадратичные формы

$$\sin^2 \vartheta = (\lambda^2/4) (h^2 + k^2 + l^2)/a^2; \quad (1)$$

$$\sin^2 \vartheta = (\lambda^2/4) [(h^2 + k^2)/a^2 + l^2/c^2] \quad (2)$$

для кубической (1) и тетрагональной (2) решеток. Рассмотрим это на двух примерах:

1. Для поликристаллов-кубической системы дифракционной линии с индексами отражения (110) соответствует кристаллическая форма $\{110\}$ с множителем повторяемости 12. Обозначим через ϑ_0 угол дифракции для этого случая. При тетрагональном искажении эта линия претерпевает расщепление на дублет (дублет тетрагональности). Одна линия с углом дифракции $\vartheta_1 < \vartheta_0$ является наложением 8 рефлексов: (101) , (011) , $(\bar{1}01)$, $(0\bar{1}1)$, $(10\bar{1})$, $(01\bar{1})$, $(\bar{1}0\bar{1})$, $(0\bar{1}\bar{1})$. Другая линия с углом дифракции $\vartheta_2 > \vartheta_0$ образована четырьмя рефлексами — (110) , $(\bar{1}\bar{1}0)$, $(1\bar{1}0)$, $(\bar{1}10)$, поэтому она вдвое слабее первой. Расстояние между двумя линиями дублета для заданных (hkl) определяется отношением c/a , которое тем больше, чем выше содержание углерода в решетке α -мартенсита.

2. Дифракционной линии (200) в кубической системе соответствует множитель повторяемости 6 и угол отражения ϑ_0 . При наличии тетрагональности возникает дублет, одна линия которого соответствует наложению четырех рефлексов: (200) , (020) , $(\bar{2}00)$ и $(0\bar{2}0)$. Ее угол дифракции $\vartheta_1 > \vartheta_0$. Вторая линия с углом дифракции $\vartheta_2 < \vartheta_0$ является наложением двух рефлексов — (002) и $(00\bar{2})$, поэтому она вдвое слабее первой.

Аналогично можно показать, что (211) расщепляется на две линии, смещающиеся влево от нормального положения ϑ_0 ; (310) расщепляется на три линии; (222) совсем не расщепляется.

Цель работы. 1. Получить рентгенограмму стали, закаленной на мартенсит.

2. Идентифицировать структуру для распознавания линий мартенсита.

3. Провести дифрактометрическую съемку линии $\{200\}$ в излучении железного анода.

Таблица 19

P %	0,4	0,8	1,2	1,6
c нм				
a нм				
d_{002} нм				
d_{200} нм				
ϑ_{002}°				
ϑ_{200}°				
$\Delta\vartheta = \vartheta_{200} - \vartheta_{002}$				

4. Определить периоды решетки a и c , степень тетрагональности мартенсита и содержание в нем углерода.

Содержание работы. Исследуют образец высокоуглеродистой стали, например У7, закаленной на мартенсит. При неполной закалке в образце может наблюдаться и остаточный аустенит. Поэтому сначала нужно идентифицировать структуру. Для этого проводят съемку в дебаевской камере по методу плоского образца. Чтобы можно было установить начало отсчета, рентгеновскую пленку закрывают концами внахлестку на вы-

ходе рентгеновских лучей из камеры (см. работу 11). Полученную рентгенограмму сопоставляют со штрихрентгенограммами для α - и γ -фаз стали.

Для определения периодов a и c , степени тетрагональности мартенсита c/a и содержания в нем углерода для исследуемого образца удобно выбрать линию $\{200\}$. Съемку этой линии проводят на дифрактометре ДРОН-1 или ДРОН-2 по схеме $\vartheta - 2\vartheta$ в излучении железного анода. Строят кривую распределения интенсивности отраженных лучей в зависимости от угла 2ϑ и по ней определяют расстояние между дублетом тетрагональности $\Delta\vartheta = \vartheta_{200} - \vartheta_{002}$.

Пользуясь градуировочным графиком, построенным для нескольких выбранных значений содержания углерода, определяют содержание углерода в исследуемом образце. При полной закалке на мартенсит концентрация углерода в мартенсита соответствует содержанию углерода в стали.

Порядок выполнения работы: 1. Провести рентгеносъемку образца из стали У7, закаленной на мартенсит, в дебаевской камере в излучении железного анода.

2. Идентифицировать структуру.

3. Проиндицировать линии мартенсита, пользуясь правилами разрешенных отражений для объемноцентрированной решетки, и убедиться в том, что из-за тетрагональности мартенсита линии расщепляются.

4. Провести съемку линии $\{200\}$ на дифрактометре в излучении железного анода и измерить расстояние между дублетными линиями (200) и (002) в угловых минутах.

5. Вычислить периоды решетки мартенсита a и c (в нанометрах) для разного содержания углерода: 0,4; 0,8; 1,2; 1,6% по формулам

$$c = 0,2866 + 0,0118P;$$

$$a = 0,2886 - 0,0015P,$$

где P — весовой процент углерода в мартенсита.

6. Пользуясь тем, что $d_{200} = a/2$ и $d_{002} = c/2$, определить межплоскостные расстояния d_{200} и d_{002} для различных значений содержания

углерода, а по ним рассчитать углы отражения для линий (200) и (002). Полученные значения внести в табл. 19.

7. По полученным данным построить графики зависимости расстояния между линиями (002) и (200) от содержания углерода, а также зависимости a , c и c/a от содержания углерода.

8. По графику $\Delta\theta = f(P\%)$ определить содержание углерода в мартенсите, а по графикам $a = f(P\%)$, $c = f(P\%)$, $c/a = f(P\%)$ — значения a , c и c/a .

Вопросы для самопроверки: 1. Каково рентгенографическое проявление тетрагональности мартенсита?

2. На чем основано определение содержания углерода в мартенсите закалки?

3. Как расщепляется линия (200) α -железа при переходе к рентгенограмме мартенсита?

Список литературы: [15], с. 121—125; [16], с. 16—21; [78], с. 394—398.

22. ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА МАЛОУГЛОВОГО РАССЕЯНИЯ РЕНТГЕНОВСКИХ ЛУЧЕЙ ДЛЯ ИЗУЧЕНИЯ ЛОКАЛЬНЫХ НЕОДНОРОДНОСТЕЙ ЭЛЕКТРОННОЙ ПЛОТНОСТИ

Краткие общие и теоретические сведения. Малоугловое рассеяние рентгеновских лучей (МУР) обусловлено наличием в облучаемой среде локальных неоднородностей электронной плотности. МУР аналогично рассеянию света на диспергированных частицах, размер которых превышает длину волны излучения. К явлению МУР применима оптическая теорема взаимности (принцип Бабине), согласно которой две дополняющие друг друга системы экранов создают одну и ту же дифракционную картину. Это означает, что избыток электронов и их недостаток действуют эквивалентно. Уровень интенсивности МУР определяется концентрацией рассеивающих областей, а также разностью между электронными плотностями этих областей и окружающей среды. Угловое же распределение МУР обусловлено размерами и формой рассеивающих областей (рис. 30).

Для приближенной интерпретации рассеяния неоднородностями электронной плотности удобно применять формулу Гинье — наиболее корректную формулу для совокупности сферических или равноосных монодисперсных рассеивающих неоднородностей:

$$I(\vec{h}) = I(0) \exp[-h^2 R^2(\vec{l})], \quad (1)$$

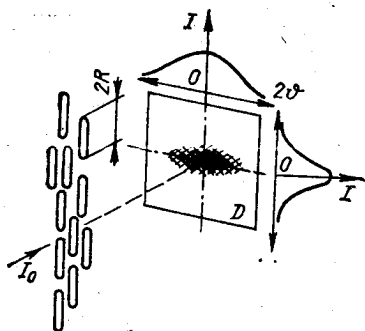
где

$$I(0) = I_e N n^2 = I_0 \frac{e^4}{m^2 c^4} \frac{N n^2}{L_0^2} = 7,9 \cdot 10^{-26} \frac{I_0}{L_0^2} N n^2. \quad (2)$$

Здесь I_e — интенсивность рассеяния одним электроном (поляризационный фактор не учитывается ввиду малости углов рассеяния); I_0 — интенсивность падающего на образец рентгеновского излучения с длиной волны λ ; $\vec{h}$ — дифракционный вектор; $\vec{h} = 4\pi \sin \theta / \lambda = 4\pi \theta / \lambda$; 2θ — угол рассеяния; L_0 — расстояние «образец — детектор», см; $2R(\vec{l})$ — среднеквадратический размер неоднородности в

Рис. 30. Схема малоуглового рассеяния рентгеновских лучей анизотропными частицами:

I_0 — первичный пучок; D — плоскость регистрации; I — интенсивность рассеяния; 2θ — угол рассеяния; $2R$ — длина частицы



направлении $\vec{l}$ измерения интенсивности МУР; N — количество неоднородностей в облучаемом объеме V_0 ; n — число электронов в единичной неоднородности:

$$n = v(\rho_1 - \rho_2); \quad (3)$$

v — объем единичной неоднородности; ρ_1 и ρ_2 — электронные плотности вещества неоднородности и матрицы соответственно. Ошибка в определении величины $2R(\vec{l})$ в случае сферических частиц не превышает 5% при условии $|h| < (1,5 \div 2)/2\pi R(l)$.

Практическое использование экспоненциального приближения Гинье сводится к построению индикатрисы МУР в координатах h^2 — $-\ln I$. Прологарифмировав выражение (1), получим уравнение прямой линии:

$$\ln I = \ln I(\vec{h}) = \ln I(0) - h^2 R^2(\vec{l}). \quad (4)$$

Практически, однако, кривая рассеяния, построенная в указанных координатах, чаще всего не представляет собой строгой прямой линии, а имеет изгиб в «хвостовой» части. Но все же уравнение (1) содержит в себе общее утверждение: истинная кривая рассеяния все более приближается к форме, выражаемой данным уравнением, по мере уменьшения угла рассеяния, так что в пределе угол α наклона прямой с точностью до знака связан со среднеквадратическим размером неоднородностей однозначно:

$$\operatorname{tg} \alpha = R^2(\vec{l}). \quad (5)$$

Таким образом, чтобы определить размер рассеивающих неоднородностей, измерять абсолютную интенсивность МУР, т. е. отношение интенсивности рассеяния образцом к прошедшему через него потоку энергии первичного пучка, не нужно. Но такое измерение необходимо для расчета количества N неоднородностей в облучаемом объеме:

$$N = I(0) L_0^2 / (7,9 \cdot 10^{-26} n^2 I_0), \quad (6)$$

где $I(0)$ — отрезок, отсекаемый прямой (4) на оси ординат.

Тогда общий объем V неоднородностей

$$V = vN, \quad (7)$$

а их объемная концентрация

$$C = (V/V_0) 100\%. \quad (8)$$

С некоторыми допущениями приближение Гинье (1) применяют и к полидисперсным системам рассеивающих неоднородностей, выделяя в этих системах несколько условных размерных фракций. Обработывать построенную в координатах $h^2 - \ln I$ индикатрису МУР начинают, проводя касательную к ее хвостовой части. Определив по наклону этой касательной наименьший размер неоднородностей, из исходной индикатрисы МУР вычитают интенсивность (не логарифм интенсивности!) рассеяния фракцией наиболее мелких неоднородностей. К полученной в результате вычитания кривой применяют аналогичную процедуру и т. д. По отрезкам, отсекаемым соответствующими касательными на оси ординат, определяют долю неоднородностей, относящихся к каждой из размерных фракций.

Разумеется, даже при одинаковой форме неоднородностей деление их на фракции до некоторой степени условно. Поэтому строить функцию распределения неоднородностей по размерам на основании последовательного проведения указанным способом большого количества касательных к экспериментальной кривой некорректно, так как сумма экспонент не есть экспонента. Практически даже в самом благоприятном случае специфика метода касательных позволяет дать более или менее достоверную количественную оценку среднего размера и объемной концентрации лишь для неоднородностей, значительно различающихся между собой по размерам.

Суммарную объемную концентрацию $\bar{C}$ неоднородностей рассчитывают как

$$\bar{C} = \sum_i C_i = \left(\sum_i V_i/V_0 \right) 100\% = \left(\sum_i N_i v_i/V_0 \right) 100\%, \quad (9)$$

где N_i и v_i — количество неоднородностей, принадлежащих i -й фракции, и объем такой единичной неоднородности.

Средневзвешенный по объему $2R^V(\vec{l})$ и средневзвешенный по количеству $2R^N(\vec{l})$ размеры неоднородностей определяют так:

$$2R^V(\vec{l}) = 2R^V = \sum_i [2R(\vec{l})]_i V_i / \sum_i V_i \quad (10)$$

$$2R^N(\vec{l}) = 2R^N = \sum_i [2R(\vec{l})]_i N_i / \sum_i N_i \quad (11)$$

Расчет этих двух характеристик нужен, если образец содержит неоднородности, значительно различающиеся между собой размерами.

Обычно, применяя способ касательных, анализируют также интегральные параметры (инвариант, интегральную интенсивность) и асимптотику индикатрис МУР. Асимптотику определяют по тангенсу угла наклона прямой, проведенной во внешней части индикатрисы в координатах $\lg h - \lg I$.

Пользуясь инвариантом

$$Q = \frac{1}{2\pi} \int_0^\infty h^2 I(h) dh, \quad (12)$$

пропорциональным общему объему неоднородностей, можно определить следующие характерные параметры:

а) характерный объем неоднородности —

$$v_n = I(0)/Q; \quad (13)$$

б) площадь f_n , близкую по величине к средней площади тени неоднородности на плоскость, перпендикулярную к падающему рентгеновскому пучку,—

$$f_n = \left(\frac{1}{\pi}\right) \int_0^\infty I(h) dh/Q; \quad (14)$$

в) характерный диаметр неоднородности —

$$l_n = \left(\frac{1}{2\pi}\right) \int_0^\infty h I(h) dh/Q. \quad (15)$$

В случае рассеяния рыхлой системой сферических неоднородностей радиуса R_0

$$v_n = (4/3) \pi R_0^3; \quad f_n = (4/5) \pi R_0^2; \quad l_n = (3/2) R_0. \quad (16)$$

Значение инварианта позволяет рассчитать средний квадрат разности электронных плотностей $(\Delta\rho)^2$, а следовательно, и относительные объемы неоднородностей $\omega_1 = V_1/V_0$ и матрицы $\omega_2 = V_2/V$, так как

$$(\Delta\rho)^2 = (\rho_1 - \rho_2)^2 \omega_1 \omega_2, \quad (17)$$

где $\omega_1 + \omega_2 = 1$; $V_1 + V_2 = V_0$. Для λ — Cu — K_α

$$Q = 8,34 \cdot 10^{-3} t L_0 (\Delta\rho)^2 P_0, \quad (18)$$

где P_0 — интегральная интенсивность рентгеновского пучка, прошедшего через образец толщиной t см.

Цель работы: 1. Ознакомиться с экспериментальной установкой для изучения малоуглового рассеяния рентгеновских лучей.

2. Снять индикатрису МУР для изотропно и анизотропно рассеивающих образцов при помощи линейного позиционно-чувствительного или сцинтилляционного детектора.

3. Измерить интенсивность первичного пучка.

4. Определить асимптотику индикатрис МУР и обработать их способом касательных и при помощи инварианта.

Содержание работы. Съемку индикатрис МУР проводят на специальной малоугловой рентгеновской установке типа КРМ или ДАРМ (АМУР). Исследуют конденсированные в вакууме свободные пленки металла, сплава или полупроводника оптимальной толщины $t \approx 1/\mu$ (μ — линейный коэффициент ослабления применяемого излучения), определяя характеристики их субмикроструктуры.

Рис. 31. Схема малоугловых наклонных съемок:

I_0 — первичный пучок; ψ — полярный угол; ϕ — азимутальный угол; N — нормаль к плоскости образца; M — направление ориентировки удлиненных рассеивающих частиц

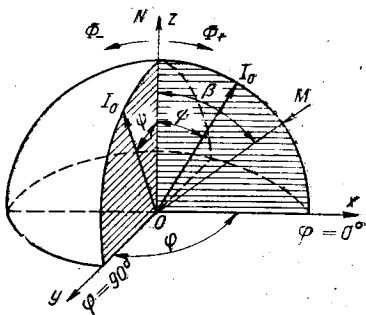


Схема коллимации рентгеновского пучка может быть щелевой и рамочной (по Кратки). Для достаточно сильно рассеивающих образцов в случае применения позиционно-чувствительного пропорционального детектора предусмотрена также точечная коллимация первичного пучка, которая обеспечивает возможность обрабатывать индикатрисы МУР, не исключая коллимационные искажения. В случае слабо рассеивающих объектов для повышения светосилы установки применяют щелевую или рамочную коллимацию первичного пучка. Это значительно усложняет последующую обработку индикатрис МУР с применением ЭВМ, поскольку расчетные формулы получены в предположении точечной коллимации. Здесь же появляется необходимость вводить коллимационные поправки на высоту, а иногда и на ширину рентгеновского пучка.

Позиционно-чувствительный детектор позволяет быстро регистрировать индикатрисы МУР и оценивать влияние статистических ошибок. Он представляет собой проточный (или отпаянный) пропорциональный детектор (рабочая смесь — ксенон + 8,6% CH_4), регистрация квантов в котором основана на резистивно-емкостном кодировании позиционной информации и на соответствующем декодировании так называемых двух позиционных сигналов, снимаемых с обеих сторон резистивной нити анода. Детектор работает в сочетании с многоканальным амплитудным анализатором (например, с АИ-1024).

Для изучения анизотропного рассеяния применяют способ наклонных малоугловых съемок (рис. 31). Снимая индикатрисы МУР при различной азимутальной и полярной ориентации образца относительно первичного рентгеновского пучка, устанавливают наличие (или отсутствие) в исследуемом образце ориентированного расположения неоднородностей.

Интенсивность первичного пучка можно измерять позиционно-чувствительным детектором непосредственно, если применять достаточно малые щели с последующим пересчетом на площадь реальной коллиматорной щели либо стандартный стабильный к внешним воздействиям образец (эталон) с известной рассеивающей способностью, т. е. образец, имеющий паспортную константу.

Порядок выполнения работы: 1. Ознакомившись с устройством малоугловой рентгеновской установки, включить ее и проверить юстировку щелевых устройств.

2. Установить образец в рамку-держатель перпендикулярно к падающему рентгеновскому пучку, выбрать оптимальный режим работы рентгеновской трубки и при помощи позиционно-чувствительного или сцинтилляционного детектора зарегистрировать индикатрису, построив ее на миллиметровой бумаге.

3. Изменяя азимутальную и полярную ориентацию образца относительно рентгеновского пучка (рис. 31), зарегистрировать несколько наиболее характерных индикатрис МУР и определить направление ориентировки рассеивающих неоднородностей.

4. Построить индикатрисы МУР в координатах $\lg h - \lg I$, определить их асимптотику и форму рассеивающих неоднородностей.

5. Построить индикатрисы МУР в координатах Гинье $h^2 - \ln I$ и, применив способ касательных, определить значения $2R(\vec{l})$, N и $\bar{C}$, пользуясь формулами (1)–(9).

6. Построить кривую инварианта Q [формула (12)] и, применяя экстраполяцию индикатрисы МУР к $h \rightarrow 0$ по Гинье, определить значение Q .

7. Найти характерные параметры v_n , f_n , l_n , пользуясь формулами (13–16).

8. Рассчитать $(\Delta\rho)^2$ по формуле (18) и определить объемную долю ω_1 рассеивающих неоднородностей.

9. Сравнить между собой расчетные характеристики неоднородностей для различных способов обработки индикатрис.

Вопросы для самопроверки: 1. К каким неоднородностям чувствителен метод малоуглового рассеяния рентгеновских лучей?

2. Для чего осуществляют наклонные малоугловые съемки?

3. В каких случаях возникает анизотропия рассеяния?

4. Каковы условия применимости приближения Гинье?

Список литературы: [14], с. 530–553; [26], с. 110–122; [50], с. 313–318; [74], с. 345–352; [77], с. 25–44.

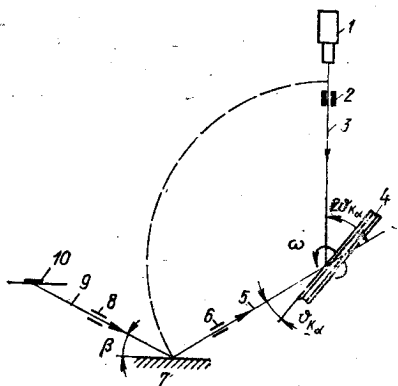
23. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОСТАВА ДВУХКОМПОНЕНТНОГО СПЛАВА МЕТОДОМ ФЛЮОРЕСЦЕНТНОГО РЕНТГЕНСПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА

Краткие общие и теоретические сведения. Одна из основных задач рентгеноспектрального анализа — определение концентрации элементов в многокомпонентных сплавах. Это определение основано на том, что интенсивность спектральных линий рентгеновского характеристического излучения или величина скачка поглощения для каждого элемента зависит от его содержания в образце. Концентрацию элементов можно найти как по спектрам поглощения (абсорбционный анализ), так и по первичным (эмиссионным), а также вторичным (флюоресцентным) спектрам испускания. Эмиссионные спектры обычно возбуждаются ускоренным электронным пучком, а вторичные — первичным рентгеновским или гамма-излучением.

В данной работе анализ проводят по спектрам флюоресцентного излучения, возбужденного в образце первичным рентгеновским

Рис. 32. Принципиальная схема съемки при флюоресцентном рентгеноспектральном анализе:

1 — счетчик; 2 — приемная щель счетчика; 3 — характеристическое излучение; 4 — монокристалл-анализатор; 5 — вторичное рентгеновское излучение; 6 — щели, формирующие вторичный пучок; 7 — исследуемый образец; 8 — щели, формирующие первичный пучок; 9 — первичное рентгеновское излучение; 10 — фокус трубки



пучком, который генерируется рентгеновской трубкой (рис. 32). Флюоресцентное излучение образца через щель, ограничивающую вторичный пучок по высоте и ширине, попадает на монокристалл-анализатор, установленный в столике гониометра рентгеновского дифрактометра, который используется в качестве спектрометра.

Кристалл-анализатор может вращаться вокруг своей оси (она лежит в плоскости поверхности кристалла) одновременно со счетчиком рентгеновского излучения,двигающимся с в два раза большей угловой скоростью. Такое совместное движение, называемое $\theta - 2\theta$ -сканированием, позволяет разлагать флюоресцентное излучение образца в спектр. Чтобы измерить интенсивность характеристической спектральной линии с длиной волны $\lambda_{K\alpha}$, следует установить счетчик под углом $2\theta_{K\alpha}$ ко вторичному флюоресцентному пучку. При этом отражающая плоскость кристалла-анализатора с межплоскостным расстоянием d расположится под углом $\theta_{K\alpha}$ этому же пучку и отраженное кристаллом излучение в соответствии с уравнением Вульфа — Брэгга попадет в счетчик рентгеновского излучения. Настраиваясь на характеристические линии различных элементов, ожидаемых в образцах, измеряют их интенсивность. Если есть эталоны, концентрацию элементов определяют методом внешних стандартов, сопоставляя интенсивности линий образца с интенсивностями линий эталонов, для которых известна концентрация компонентов. Из-за сильного поглощения флюоресцентного излучения в невакуумированных системах концентрация элемента может быть определена, если его атомный номер $z \geq 22$ (Ti).

Цель работы: 1. Усвоить принцип рентгеновского флюоресцентного спектрального анализа.

2. Провести анализ двухкомпонентного сплава (в качестве примера далее описан анализ сплава Co — Cr).

Содержание работы. Требуется определить концентрацию хрома C_{Cr} в образцах сплава Co — Cr. Как эталоны используют образцы сплава Co — Cr с концентрацией $C_{Cr} = 5; 10; 20$ мас. %. Кристаллом-анализатором служит монокристаллическая графитовая пластина с плоскостью (0001), параллельной поверхности. Регистрируется отражение

Контролируемый предмет	C_{Cr} мас. %	$I_{Cr-K\alpha}$	I_{ϕ}	$I_{Co-K\alpha}$	I_{ϕ}
Эталон	5				
»	10				
»	20				
Образец					

Вывод: содержание хрома в образце составляет ... %.

от плоскости (0002) с межплоскостным расстоянием $3,38 \text{ \AA}$. Измеряют интенсивности характеристических линий $Cr - K\alpha$ ($\lambda = 0,2291 \text{ нм}$) и $Co - K\alpha$ ($\lambda = 0,1790 \text{ нм}$).

Порядок выполнения работы: 1. Отъюстировать образцы и кристалл-анализатор, используя в качестве рентгеновского спектрометра дифрактометр ДРОН или УРС.

2. Устанавливая счетчик на углы, соответствующие характеристическим линиям, измерить для эталонов и образца интенсивности $K\alpha$ характеристических линий Cr и Co ($I_{Cr-K\alpha}$, $I_{Co-K\alpha}$), а также фона I_{ϕ} на расстоянии одного градуса в сторону больших θ от этих линий. Полученные данные занести в табл. 20. Интенсивности этих линий принять равными разности показаний счетчика в положениях максимума линий и фона.

Поскольку интенсивности измеряют сцинтилляционным счетчиком с амплитудной дискриминацией, начальные пороги дискриминатора следует устанавливать отдельно для каждой спектральной линии по максимуму ее интенсивности.

3. Построить градуировочный график зависимости $I_{Cr-K\alpha}/I_{Co-K\alpha}$ от концентрации хрома в эталонах и с помощью этого графика определить концентрацию хрома в образце.

Вопросы для самопроверки: 1. Как возбуждается характеристический спектр при эмиссионном и при флуоресцентном спектральном анализе?

2. Может ли поликристаллический образец служить анализатором?

3. Можно ли использовать для анализа спектральные $K\beta$ -линии?

Список литературы: [4], с. 207—208; [61], с. 440—445; [78], с. 433—443.

Раздел 2. ЭЛЕКТРОНОГРАФИЯ

Интенсивное развитие физики тонких пленок и ее широкое практическое приложение существенно повысили роль электронографических методов исследования структуры тонкопленочного объекта, применяемых как в сочетании с методами электронной микроскопии, так и независимо от них. Особенности электронографических методов исследования следующие: малая длина волны «быстрых» электронов (по крайней мере, на порядок меньшая, чем в случае рентгеновских методов), возможность управлять пучком магнитными и электрическими поля-

ми, а также сильное взаимодействие электронов с веществом. Последнее можно охарактеризовать отношением абсолютных значений атомных амплитуд рассеяния, которое в случае рентгеновских лучей и электронов в среднем составляет $1 : 10^3$, и соотношением интенсивностей (соответственно $1 : 10^6$). Все это приводит к появлению особенностей в экспериментальном осуществлении метода дифракции электронов и интерпретации дифракционной картины, существенно отличающих электронографию от рентгенографии.

В предлагаемых лабораторных работах приведены основные методики обработки электронограмм от поликристаллических (текстурированных и нетекстурированных), монокристаллических и аморфных объектов. Эти работы не охватывают всего многообразия возможных приемов расшифровки дифракционной картины. Тем не менее они обеспечивают необходимую основу для решения задач по изучению фазового состава, субструктуры и некоторых физических свойств исследуемых объектов.

24. ИНДИЦИРОВАНИЕ ЭЛЕКТРОНОГРАММ ОТ МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ПЛЕНОК

Краткие общие и теоретические сведения. Характерной чертой электронограмм монокристаллической пленки (рис. 33) является одновременное присутствие (в виде изолированных рефлексов) нескольких порядков отражений от системы плоскостей, относящихся к одной зоне, ось которой параллельна пучку. Индцирование таких точечных электронограмм наиболее просто выполнить с помощью обратной решетки.

Обратная решетка монокристалла представляет собой правильную периодическую трехмерную систему узлов. В пространстве этой решетки строится дифракционная сфера. Однако в случае дифракции быстрых электронов (в отличие от рассеяния рентгеновских лучей) кривизна сферы радиуса $1/\lambda$ из-за малости λ ничтожно мала и сфера может быть заменена плоскостью (рис. 34). Тогда точечную электронограмму можно рассматривать как увеличенную проекцию плоскости, перпендикулярной к падающему пучку. Масштаб этой проекции легко определить из рис. 34:

$$\left| \frac{\vec{r}^*}{1/\lambda} \right| = \frac{r}{L}; \quad |\vec{r}^*| = \frac{r}{L\lambda}, \text{ и, так как } |\vec{r}^*| = \frac{1}{d}, \quad r = \frac{L\lambda}{d}. \quad (1)$$

Здесь $\vec{r}^*$ — вектор обратной решетки; r — радиус-вектор рефлекса на электронограмме; $L\lambda$ — постоянная электронографа.

Цель работы: индцировать точечные электронограммы от монокристаллических пленок с известной и неизвестной кристаллической структурой.

Содержание работы. Если кристаллическая структура исследуемого образца известна, могут возникнуть две различные, но взаимосвязанные задачи: 1) данную электронограмму проиндцировать для определения ориентировки кристалла; 2) для кристалла данной ориентировки относительно электронного пучка построить и проиндци-

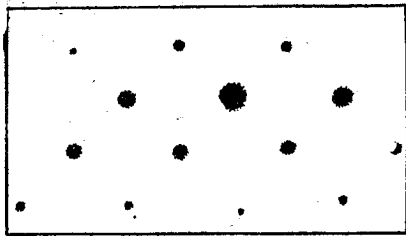


Рис. 33. Точечная электронограмма

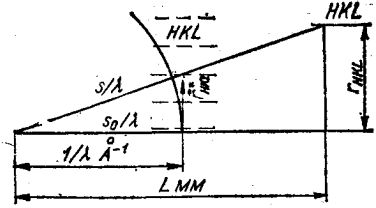


Рис. 34. Схема получения точечной электронограммы

ровать дифракционную картину. В любом случае для этого используют следующее геометрическое соотношение, которое выражает условие принадлежности узла плоскости обратной решетки (uvw), содержащей нулевой узел:

$$hu + kv + lw = 0. \quad (2)$$

Это соотношение применимо для всех типов решеток.

Индицирование электронограмм от известного вещества. Рассмотрим случай, когда известно вещество, от которого получена электронограмма, но не известна его ориентировка. Индицировать все пятна электронограммы можно двумя способами: 1) по двум рефлексам и углу между их радиусами-векторами или 2) по трем рефлексам, которые вместе с центром образуют параллелограммы. Для этого нужно измерить расстояния r (или $2r$) от центра электронограммы до выбранных рефлексов и перевести эти расстояния в межплоскостные, зная постоянную прибора. Затем, используя таблицу межплоскостных расстояний для данного вещества, сверить величины d , полученные из измерений, с действительными и установить формы плоскостей $\{hkl\}$, которым принадлежат рассматриваемые рефлексы.

Далее нужно приписать конкретные индексы (hkl) рефлексам с точностью до знака. Для этого в случае первого способа индицирования подбирают такое сочетание индексов рефлексов, чтобы угол φ между соответствующими направлениями в обратной решетке, вычисленный по формуле косинуса угла, совпал с углом между радиусами-векторами рефлексов на электронограмме. Для кубических кристаллов

$$\cos \varphi = \frac{h_1 h_2 + k_1 k_2 + l_1 l_2}{\sqrt{h_1^2 + k_1^2 + l_1^2} \sqrt{h_2^2 + k_2^2 + l_2^2}}. \quad (3)$$

При индицировании вторым способом нужно методом проб и ошибок подобрать ряд взаимосогласующихся индексов так, чтобы

$$[h_1 k_1 l_1] + [h_2 k_2 l_2] = [h_3 k_3 l_3],$$

т. е.

$$h_1 + h_2 = h_3; \quad k_1 + k_2 = k_3; \quad l_1 + l_2 = l_3. \quad (4)$$

Все остальные узлы электронограмм можно затем проиндицировать простым векторным сложением.

Знание индексов двух направлений в плоскости обратной решетки определяет ориентировку кристалла. Для этого достаточно определить

индексы $[uvw]$ нормали к поверхности пленки (следовательно, и индексы плоскости, лежащей в плоскости пленки), используя векторное произведение

$$[[h_1 k_1 l_1] \times [h_2 k_2 l_2]] = \begin{vmatrix} \vec{i} & \vec{j} & \vec{k} \\ h_1 & k_1 & l_1 \\ h_2 & k_2 & l_2 \end{vmatrix},$$

откуда

$$\begin{aligned} u &= k_1 l_2 - k_2 l_1; \\ v &= l_1 h_2 - l_2 h_1; \\ w &= h_1 k_2 - h_2 k_1. \end{aligned} \quad (5)$$

Построение плоскости (uvw) обратной решетки. Для всех узлов hkl , лежащих в плоскости (uvw) обратной решетки, выполняется соотношение (2). Поэтому сначала нужно выбрать два узла $h_1 k_1 l_1$ и $h_2 k_2 l_2$ с целыми индексами, удовлетворяющими этому соотношению и правилу погасания. Причем узел $h_1 + h_2, k_1 + k_2, l_1 + l_2$ также лежит в плоскости (uvw) .

Затем, рассчитав векторы обратной решетки, равные $1/d_{hkl}$, и углы между ними, можно построить параллелограмм, повторение которого на всех направлениях даст двумерную схему плоскости (uvw) . При этом необходимо, во-первых, устранить все узлы, появление которых запрещено структурным фактором, и, во-вторых, проверить, все ли разрешенные на плоскости (uvw) узлы изображены на схеме.

Для ортогональных кристаллов два первоначальных узла с малыми индексами нужно выбирать так, чтобы ось $[h_1 k_1 l_1]$ была перпендикулярна к оси $[h_2 k_2 l_2]$. Тогда индексы второго рефлекса $h_2 k_2 l_2$ определяются из соотношения (2) и условия перпендикулярности

$$h_1 h_2 + k_1 k_2 + l_1 l_2 = 0. \quad (6)$$

Если индицируются образцы с неизвестной структурой, то для установления трехмерной системы осей в обратной решетке одной электронограммы недостаточно. Для полного решения этой задачи нужны две электронограммы с известным углом между отображенными на них сечениями обратной решетки либо три электронограммы, не обладающие общей для всех трех узловых прямой. Необходимые электронограммы с различными осями зон можно получить, меняя наклон образца по отношению к первичному пучку.

Индицируют все имеющиеся рефлексы, расшифровывая одну электронограмму и сопоставляя ее с остальными. Сопоставление облегчается следующим простым правилом: любые два сечения обратной решетки имеют какую-либо общую узловую прямую, т. е. на любых из двух точечных электронограмм данного кристалла есть некоторые одинаковые рефлексы, расположенные на прямой. Тогда если выбраны оси $[h00]$ и $[0k0]$ на первой электронограмме и она проиндицирована, то известны и индексы одной из осей на второй электронограмме и можно выбрать на ней третью ось. Если есть угол пересечения двух плоскостей, то тем самым уже зафиксирована трехмерная система координат.

В случае неизвестного угла пересечения достаточно иметь третью электронограмму, не проходящую через общую ось первых двух, чтобы полностью выбрать трехмерную систему координат. Пересечение третьей электронограммы с первой определяет ось на ней, а со второй — другую, т. е. индцирование будет проведено полностью на основе осей, выбранных на первых двух снимках.

Чтобы индцировать первую электронограмму, нужно выбрать на ней, как и для известного кристалла, три рефлекса, которые вместе с центром образуют вершины параллелограмма, вычислить для них соответствующие межплоскостные расстояния d , а также отношения квадратов d_n^2/d_{n+1}^2 пар рефлексов. На основании наблюдаемой симметрии электронограммы делают предположение относительно структуры исследуемого кристалла и индексов кристаллографической зоны. Для этого пользуются имеющимися стандартными электронограммами для различных систем. Сделанное предположение подтверждают, сравнивая вычисленные из экспериментальной электронограммы отношения $(d_n^2/d_{n+1}^2)_э$ с соответствующими отношениями $(d_n^2/d_{n+1}^2)_т$, определенными на стандартной электронограмме, — табличными. Остальные электронограммы расшифровывают, сопоставляя их с первой. После того как электронограммы проиндцированы и из них выявлены все три оси обратной элементарной ячейки, можно определить период решетки исследуемого кристалла. В случае кубической решетки период a вычисляют по формуле

$$a^2 = d^2 (h^2 + k^2 + l^2). \quad (7)$$

Порядок выполнения работы: 1. Определить масштаб электронограмм от исследуемых веществ (величину $2L\lambda$), используя электронограмму от эталона.

2. Проиндцировать электронограмму пленки с известной кристаллической структурой, чтобы определить ее ориентировку:

а) измерить расстояние между симметричными рефлексами для двух ближайших к центру пятен — $2r_1$, $2r_2$;

б) измерить углы φ между радиусами-векторами выбранных рефлексов;

в) вычислить межплоскостные расстояния d для двух рефлексов и сравнить их с табличными. Из сравнения определить индексы двух семейств плоскостей $\{h_1k_1l_1\}$, $\{h_2k_2l_2\}$;

г) приписать соответствующие индексы каждому пятну полученных семейств плоскостей, пользуясь соотношением (3);

д) результаты измерений электронограммы и расчета свести в табл. 21;

е) определить ориентацию пленки, найдя индексы нормали к плоскости, лежащей параллельно подложке [формула (5)].

3. Для кристалла с известной структурой и заданной ориентировкой относительно электронного пучка построить и проиндцировать дифракционную картину (построить по указанию преподавателя плоскость обратной решетки).

4. Проиндцировать две электронограммы с известным углом между ними от пленки с известной кристаллической структурой:

Таблица 21

№ пятна	$2r$	$d_3 = \frac{2L\lambda}{2r}$	d_T	hkl	$\cos \varphi_3$	$\cos \varphi_T$

Таблица 22

№ электро- нограммы	№ пятна	$2r$	$d_3 = \frac{2L\lambda}{2r}$	d_3^2	$\left(\frac{d_n^2}{d_{n+1}^2}\right)_3$	$\left(\frac{d_n^2}{d_{n+1}^2}\right)_T$	$\cos \varphi_3$	$\cos \varphi_T$	hkl	a

а) измерить расстояние между симметричными рефлексами для трех ближайших к центру пятен — $2r_1, 2r_2, 2r_3$;

б) измерить углы φ между радиусами-векторами этих пятен;

в) вычислить соответствующие межплоскостные расстояния и отношения d_n^2/d_{n+1}^2 пар рефлексов;

г) сделать предположение относительно структуры исследуемого кристалла и индексов кристаллографической зоны, сравнив наблюдаемую электронограмму со стандартными;

д) подтвердить сделанное предположение сопоставлением вычисленных из экспериментальной электронограммы величин $(d_n^2/d_{n+1}^2)_3$ с соответствующими $(d_n^2/d_{n+1}^2)_T$, определенными из стандартной электронограммы, а также сравнением углов φ между радиусами-векторами рефлексов экспериментальной и стандартной электронограмм соответственно;

е) проиндексировать второй снимок, сравнив его со стандартными и найдя на нем узловую прямую, общую с первой расшифрованной электронограммой;

ж) проверить правильность индексирования двух снимков сравнением экспериментального и расчетного углов между ними;

з) вычислить периоды решетки кристалла.

5. Результаты измерений электронограммы и расчета свести в табл. 22.

Вопросы для самопроверки: 1. Что представляет собой обратная решетка моно- и поликристалла?

2. Какова связь между электронограммой и обратной решеткой кристалла?

3. Как определяется ось зоны из геометрии точечных электронограмм?

4. Какие известны факторы, соответствующие формированию точечных электронограмм?

Список литературы: [52], с. 20—24; с. 86—100; [8], с. 31—54; [15], с. 243—249; [84], с. 121—125; с. 502—509; [92], с. 59—74.

25. ПРЕЦИЗИОННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЕРИОДА РЕШЕТКИ ПО ЭЛЕКТРОНОГРАММАМ ПОЛИКРИСТАЛЛА

Краткие общие и теоретические сведения. Измерение периода решетки с точностью $\Delta a/a = 10^{-3} \div 10^{-4}$ значительно расширяет возможности электронографического метода в исследовании структуры и позволяет изучить некоторые физические свойства и процессы, происходящие в тонких пленках металлов и сплавов.

Исходным уравнением для прецизионного определения периода решетки является уравнение Вульфа — Брэгга, которое для случая быстрых электронов записывается в виде

$$2L\lambda = 2dr(1 - \Delta), \quad (1)$$

где λ — длина волны электронов; L — расстояние «образец — фотопластинка»; d — межплоскостное расстояние; $2r$ — диаметр дифракционного кольца; Δ — малая поправка, зависящая от r/L . Следовательно, для определения d нужно знать постоянную электронографа $2L\lambda$ и $2r$. При абсолютных измерениях периода решетки непосредственно измеряют L и λ (через ускоряющее напряжение). Однако непосредственно измерить указанные величины очень трудно. Практически гораздо легче определить $2L\lambda$ по d_s и $2r_s$ эталонного вещества.

Вещество, используемое в качестве эталона для прецизионных измерений периода решетки в электронографии, должно удовлетворять прежде всего следующим требованиям: а) период решетки эталона в тонкой пленке не должен отличаться от своего значения для вещества в массиве; б) период решетки эталона не должен зависеть от условий препарирования.

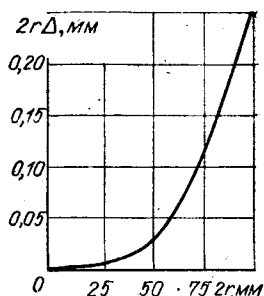
Цель работы: освоить методику прецизионного измерения периода решетки по электронограммам поликристалла при съемке на просвет.

Содержание работы. В качестве эталонов широко используют тонкие конденсированные пленки Al, NaCl, KCl, LiF, MgO, ZnO. Однако тщательные исследования показали, что эти вещества не отвечают требованиям, предъявляемым к эталонам для особо прецизионных электронографических измерений. Наиболее пригодными для этой цели оказались пленки TiCl толщиной 30—50 нм. Абсолютные электронографические измерения периода решетки a_{TiCl} дают значение, которое не отличается от рентгеновских данных. Соединение TiCl₃ испаряется при относительно низких температурах ($\sim 200^\circ\text{C}$) без каких-либо признаков взаимодействия с материалом испарителя. Пленки TiCl₃ отжигаются при комнатной температуре; размер кристаллов в таких пленках составляет ~ 50 нм. Благодаря этому все линии на электронограмме от TiCl₃ достаточно узки, что позволяет измерять диаметры дифракционных колец с высокой точностью.

Прецизионные измерения периода решетки налагают определенные требования на условия съемки образца и эталона: должно выполняться равенство $L_o = L_s$ [см. (1)]. Практически этого достигают тем, что на образец в вакууме конденсируют эталон и от такого двойного слоя снимают электронограмму, на которой одновременно присутствуют дифракционные кольца и образца и эталона. Если же образец имеет

Таблица 23

hkl	d нм	$2r$ м	$2r(1 - \Delta)$ м	$2L\lambda$ м · нм
100				
110				
111				
200				
210				
211				

Рис. 35. Зависимость $2r\Delta$ от $2r$ для $L = 0,6$ м [8]

сравнительно большую толщину, так что двойной слой «образец — эталон» нельзя «просветить» электронным пучком, то можно рекомендовать следующий прием: эталон плотно прижать к образцу и провести съемку с неперекрывающихся участков образца и эталона. В этом случае одна часть электронного пучка даст дифракционную картину от образца, другая — от эталона.

Из уравнения (1) следует, что относительная погрешность в определении межплоскостных расстояний или параметра решетки равна относительной погрешности в определении диаметров дифракционных колец. Таким образом, излагаемый метод сводится, по существу, к точному измерению диаметров дифракционных колец на электронограмме. Для этого обычно используют измерительные микроскопы ИЗА-2 или УИМ-21, которые имеют высокую точность — 10^{-6} м при базе до 0,2 м.

Порядок выполнения работы: 1. Препарировать эталон. Для этого на тонкую угольную пленку ~ 10 нм сконденсировать TiCl толщиной 30—50 нм.

2. На электронографе ЭВР-1 снять электронограммы от образца и эталона.

3. Ознакомиться с работой на универсальном измерительном микроскопе УИМ-21 и измерить на нем диаметры дифракционных колец эталона и образца. Один диаметр кольца эталона и образца измерить по 10—15 раз.

4. Найти постоянную электронографа $2L\lambda$. Из рис. 35 в измеренные значения $2r$ внести поправку Δ и заполнить табл. 23.

5. По данным табл. 23 построить зависимость $2L\lambda$ от $2r$ (в отсутствии зарядов образца и эталона величина $2L\lambda$ не должна зависеть от $2r$).

Таблица 24

№ измерения	Эталон			Образец		
	$2r_i$	$e_i = \bar{2r} - 2r_i$	e_i^2	$2r_i$	$e_i = \bar{2r} - 2r_i$	e_i^2

Таблица 25

$2r$	$2r(1 - \Delta)$	d	hkl	a

6. Вычислить среднюю квадратическую ошибку одного измерения диаметров дифракционных колец эталона и образца:

$$\sigma = \sqrt{\sum \varepsilon_i / (n - 1)},$$

где ε_i — отклонение диаметра кольца от его среднего значения. Для этого заполнить табл. 24.

7. Определить межплоскостные расстояния исследуемого вещества и параметр решетки. Данные занести в табл. 25.

8. Найти относительную погрешность в измерении исследуемого вещества. Поскольку

$$\Delta d/d = |\Delta r/r| \approx |\sigma/2r|,$$

то

$$|\Delta d/d|_0 \approx |\sigma/2r|_0 + |\sigma/2r|_0.$$

Вопросы для самопроверки: 1. Почему построенную электронограмму называют также масштабом электронограммы?

2. Каковы причины, которые могут привести к систематическим ошибкам в определении параметра решетки (съёмка на просвет)?

3. При съёмке на просвет зазор между образцом и эталоном составляет 0,5 мм, расстояние «образец — пластинка» — 0,5 м. Насколько отличаются масштабы электронограмм образца и эталона?

Список литературы: [8], с. 28—31, 81; [96], с. 23—27; [98], с. 1363—1378; [69], с. 754—757.

26. РАСЧЕТ НА ЭВМ КРИВЫХ РАДИАЛЬНОГО РАСПРЕДЕЛЕНИЯ АТОМОВ

Краткие общие и теоретические сведения. *Расчет функции радиального атомного распределения.* В настоящее время основной метод определения функции атомного распределения — это метод интегрального анализа интенсивности рассеяния рентгеновских лучей, электронов и нейтронов. Этот метод универсален, его применяют как к аморфным, так и к высокодисперсным поликристаллическим изотропным телам. Знание функции радиального распределения дает возможность определить положение координационных сфер и количества атомов в них.

В основе интегрального анализа лежит известная формула

$$4\pi R^2 \rho(R) = 4\pi R^2 \rho_0 + \frac{2R}{\pi} \int_{s_{\min}}^{s_{\max}} s \left(\frac{I_{\text{э.к}}(s) k}{\Phi^2(s)} - 1 \right) \sin s R ds, \quad (1)$$

где $I_{\text{э.к}}(s)$ — интенсивности когерентного рассеяния, полученные экспериментально в интервале $s_{\min} - s_{\max}$; $s = 4\pi \sin \theta / \lambda$; $\Phi^2(s)$ — расчетная функция атомного рассеяния; k — коэффициент нормировки; $\rho(R)$ — плотность атомов на расстоянии R от атома, выбранного за начало координат; ρ_0 — средняя атомная плотность, определяемая по формуле

$$\rho_0 = d / A m_{\text{H}}. \quad (2)$$

Здесь m_{H} — масса атома водорода; A и d — соответственно атомная масса и плотность исследуемого вещества. Формулы (1) и (2) применимы для объектов, состоящих из атомов одного вида.

Таким образом, зная распределение интенсивности когерентного рассеяния электронов, с помощью формулы (1) вычисляют функцию $4\pi R^2\rho(R)$, по которой можно судить о ближнем порядке исследуемого вещества. Положения максимумов на кривых радиального распределения, соответствующие наиболее вероятным расстояниям между атомами, дадут значения радиусов координационных сфер R_s , тогда как площадь под соответствующим максимумом, равная $4\pi R^2\rho(R) \Delta R = \Delta V\rho(R)$, — число атомов в шаровом слое толщиной ΔR на расстоянии R_s от произвольно выбранного атома, т. е. координационное число n_s .

Учет фона неупругого рассеяния. Информацию об атомном строении вещества содержит только когерентно рассеянное излучение. Излучение, потерявшее эту информацию, образует непрерывный фон, который в рентгенографии учесть легко. В электронографических исследованиях такой учет весьма усложняется. До настоящего времени было сделано много подобных попыток, однако известные расчетные и эмпирические формулы не могут учесть всех факторов, влияющих на неупругое рассеяние и потому неточны. Сейчас получить экспериментальную кривую интенсивности, свободную от фона неупруго рассеянных электронов, можно с помощью электронного фильтра в сочетании с автоматической регистрацией дифракционной картины.

Нормировка кривой интенсивности. Когерентную составляющую экспериментальной кривой интенсивности $I_{\text{э.к}}(s)$ приводят к абсолютным единицам $\Phi^2(s)$ обычно двумя методами: 1) сравнением $I_{\text{э.к}}(s)$ с кривой независимого рассеяния $\Phi^2(s)$ на больших углах; 2) сравнением $I_{\text{э.к}}(s)$ с $\Phi^2(s)$ во всем интервале значений s , в котором получена экспериментальная кривая $I_{\text{э.к}}(s)$.

Первый метод основан на предположении, что полученная $I_{\text{э.к}}(s)$ на больших углах, когда дифракционные эффекты не обнаруживаются, совпадает с кривой независимого рассеяния. Тогда постоянную нормировки k можно подсчитать делением значений $\Phi^2(s)$ на $I_{\text{э.к}}(s)$ в области больших s .

Второй метод позволяет использовать всю кривую $I_{\text{э.к}}(s)$ в целом. Для этого сравнивают площади под кривыми $I_{\text{э.к}}(s) s^2$ и $\Phi^2(s) s^2$. Коэффициент нормировки находят из условия

$$k = \frac{\int_{s_{\min}}^{s_{\max}} \Phi^2(s) s^2 ds}{\int_{s_{\min}}^{s_{\max}} I_{\text{э.к}}(s) s^2 ds}. \quad (3)$$

Физический смысл такого сравнения состоит в том, что интерференция, имеющая место при некотором взаимном расположении атомов, не может изменить суммарной интенсивности независимого рассеяния этими атомами, а дает лишь перераспределение интенсивности.

Цель работы: определить ближний порядок аморфных пленок (углерод, бор и др.) с помощью кривых радиального распределения (КРР) атомов.

Содержание работы. Кривую интенсивности $I_{\text{э.к}}(s)$ рассеяния электронов, необходимую для расчета КРР, записывают на электронографе ЭР-100 или ЭМР-100 с фильтром для отсева неупругих электронов и

автоматической регистрацией дифракционной картины. Чтобы определить угловой масштаб вдоль оси абсцисс полученной кривой $I_{э.к}(s)$, используют эталон (поликристаллическую пленку Al и др.). Из дифрактограмм эталона по нескольким линиям вычисляют постоянную прибора $L\lambda_{ср}$. Затем определяют соотношение между s и r по формуле

$$s = 4\pi \sin \theta / \lambda = 2\pi r / (L\lambda)_{ср}. \quad (4)$$

Масштаб $I_{э.к}(s)$ вдоль оси ординат, т. е. нормировку экспериментальной кривой рассеяния электронов, а также расчет КРР осуществляют с помощью электронной вычислительной машины М-222 по программе, составленной на языке АЛГОЛ-60.

Описание алгоритма. Для расчета функции радиального распределения используют формулу (1). Согласно алфавиту АЛГОЛА введем следующие обозначения:

$$4\pi R^2 \rho(R) = U; \quad \rho_0 = \rho; \quad \pi = \rho_i.$$

Массивы расчетных значений функции атомного рассеяния $\Phi^2(s)$ (международные таблицы) и экспериментальной кривой интенсивности $I_{э.к}(s)$ обозначим через Φ_i и Y_i соответственно. Аргумент s удобно выразить в виде

$$s = s_{\min} + ids. \quad (5)$$

Здесь i меняется от 0 до N , где N — число значений Φ_i и Y_i . Нижний предел интегрирования обозначим через sM , тогда $s_{\max}$ найдется из выражения (5):

$$s_{\max} = sM + Nds.$$

С учетом введенных обозначений формула (1) для расчета КРР принимает вид

$$U = 4\rho_i R^2 p + \frac{2\bar{R}}{\rho_i} \int_{sM}^{sM+Nds} s \left(\frac{Y_i k}{\Phi_i} - 1 \right) \sin sR ds. \quad (6)$$

Коэффициент нормировки k вычисляется из соотношения (2), переписанного в виде

$$k = \frac{\int_{sM}^{sM+Nds} \Phi_i s^2 ds}{\int_{sM}^{sM+Nds} Y_i s^2 ds}. \quad (7)$$

Характеристика программы. Вся программа представляет собой блок (или несколько блоков), который начинается со служебного слова begin (начало операций). Затем идет описание имен, ввод переменных и последовательность операторов. Заканчивается программа словом end (конец операции).

В нашем случае программой описаны следующие идентификаторы:

1) переменные — sM , ds , ρ , R , ρ_i , dR , RM , k , U , T , G , Z ;

2) массивы — Y_i , Φ_i ;

3) процедуры функций — $F1(i)$, $F2(i)$, $F3(i)$, описывающие подынтегральные выражения в уравнении (6), числители и знаменатели уравнения (7) соответственно; $INT(F)$, описывающая интегрирование

помощью приближенной формулы Симпсона —

$$\int_{sM}^{sM+Nds} F(i) ds = \frac{[F(i-1) + 4F(i) + F(i+1)] 2ds}{6}, \quad (8)$$

где i меняется от 1 до $N-1$ с шагом 2.

После описания идентификаторов и ввода переменных (простых sM , ds , dR , p и массивов Y_i , Φ_i) следует расчет коэффициента нормировки k согласно выражению (7). Затем с учетом полученного k осуществляется счет $M = kY_i$ — нормированной кривой рассеяния, $L = i(s) = kY_i/\Phi_i - 1$ — интерференционной функции, а также функций G и T для значений R , изменяющихся от 0 до $R_{\max}$ через заданный шаг dR :

$$G = (2/p_i) \int_{sM}^{sM+Nds} s(Y_i k/\Phi_i - 1) \sin sR ds;$$

$$T = (2R/p_i) \int_{sM}^{sM+Nds} s(Y_i k/\Phi_i - 1) \sin sR ds,$$

$Z = 4p_i R^2 p$ — функции средней атомной плотности и U по формуле (6).

Исходные данные (числа) для конкретной задачи записываются в десятичной системе по форме

маркер	знак	знак	порядок	мантисса.
	числа	порядка		

Число 0,3, например, в такой записи будет иметь вид ++103. Каждая простая переменная наблюдается на отдельной перфокарте следующим образом:

Число → число — маркер
разделитель.

Число массивов набивается по 10—12 на каждой перфокарте, и разделитель (специальная перфокарта) ставится только в конце всего массива. Отперфорированная алгольная программа и исходные данные могут быть проверены «распечатыванием» их на машине, а в отдельных случаях с помощью специальных читалок.

Перфокарты с исходной информацией подкладываются в алгольную программу в строго определенной последовательности согласно оператору ввода (N , Y , Φ , sM , ds , dR , RM , p) вместе со специальными разделителями, и общий массив перфокарт можно считать подготовленным к решению (см. прил. 2) конкретной задачи.

Порядок выполнения работы: 1. На электронографе ЭР-100 или ЭМР-100 с фильтром для отсева неупругих электронов и автоматической регистрацией записать кривую интенсивности $I_{э.к}(s)$ от пленки вещества по указанию руководителя.

2. Определить угловой масштаб вдоль оси абсцисс кривой интенсивности, используя соотношение (4).

3. Значения $I_{э.к}(s)$, $\Phi^2(s)$ записать в табл. 26 с шагом $\Delta s = 0,5 \text{ нм}^{-1}$ (или 1 нм^{-1}).

Таблица 26

s	$I_{\text{э.к}}(s)$	$\Phi^2(s)$

Таблица 27

R	$Z = 4\pi R^2 \rho_0$	$U = 4\pi R^2 \rho(R)$

4. Отперфорировать исходные данные для конкретной задачи.
5. Составить полный пакет перфокарт (программа и исходная информация) и ввести в машину для выполнения расчетов.
6. Результаты счета, выданные на печать, внести в табл. 27.
7. Согласно данным табл. 27 на миллиметровой бумаге построить график $4\pi R^2 \rho_0$ и $4\pi R^2 \rho(R)$. По положению максимумов на кривой $4\pi R^2 \rho(R)$ определить координационные расстояния R_s и, замерив площади под соответственными максимумами, определить координационные числа n_s .

Вопросы для самопроверки: 1. В чем различие дифракционной картины от аморфных и от кристаллических веществ, обусловленное особенностями их структуры?

2. Каковы основные параметры структуры аморфных веществ, способы их определения?

3. Как определяется масштаб дифрактограммы?

4. В чем состоит приведение экспериментальной кривой рассеяния к единицам независимого атомного рассеяния?

Список литературы: [65], с. 11—15; с. 33—37; с. 101—112; [73], с. 12—17; с. 30—39; с. 81—96; [75], с. 11—14; с. 18—21; с. 27—32; с. 37—41; [6], с. 534—536; [21], с. 7—24; [7], с. 640—643.

27. ИНДИЦИРОВАНИЕ ЭЛЕКТРОНОГРАММ ОТ ПЛЕНОК С ПЛАСТИНЧАТОЙ ТЕКСТУРОЙ

Краткие общие и теоретические сведения. Иногда пленки, конденсированные в вакууме, состоят из кристаллов, расположенных одной гранью параллельно подложке и совершенно беспорядочно по азимуту. При совпадении электронного пучка с осью текстуры электронограммы таких пленок имеют вид немногих равномерно зачерненных колец (подобно электронограммам от неориентированного поликристалла). При съемках в условиях косоугольного по отношению к пучку расположения пленки вид электронограмм резко меняется: сплошные кольца заменяются парами дуг, кроме того, появляются рефлексы от плоскостей, относящихся к другим зонам.

Образование электронограмм от текстурированных пленок, определение оси текстуры и индцирование снимка лучше всего рассматривать, пользуясь обратной решеткой. Обратная решетка, соответствующая такой пленке, представляется как бесконечное множество соосных окружностей. Система окружностей, соответствующая отражениям от плоскостей (hkl) с одинаковыми h и k , но с разными l (—2; —1; 0; 1; 2), располагается на поверхности цилиндра, осью которого является ось текстуры (рис. 36, a — ось $[001]$). Окружности, соответствующие отражениям с другими h и k , лежат на поверхностях цилиндров, коаксиальных с первым.

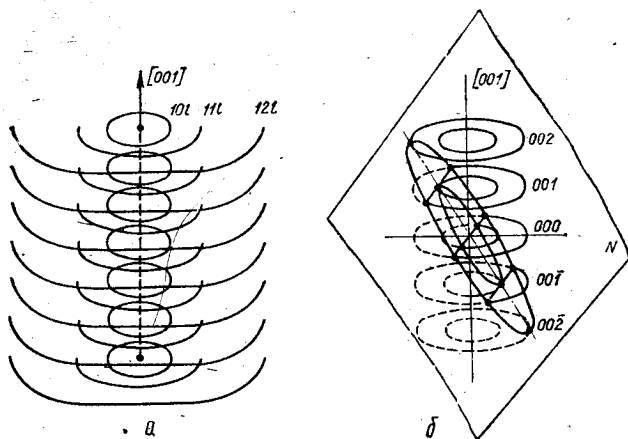


Рис. 36. Обратная решетка текстурированного препарата:
а — прямая съемка; б — косой снимок

В случае дифракции электронов дифракционную сферу в первом приближении можно рассматривать как плоскость. Такая плоскость в пространстве описанной решетки для случая прямой съемки перпендикулярна к оси $[001]$ текстуры (или к электронному пучку). На электронограмме получится система колец. Поворот образца под углом к первичному пучку эквивалентен повороту дифракционной плоскости N (рис. 36, б) в косое положение по отношению к оси $[001]$. Тогда на косом снимке возникают два семейства линий: слоевых с одинаковыми значениями l и эллипсов с одинаковыми значениями h и k . Слойные линии появляются в результате пересечения плоскостью N системы окружностей, лежащих в плоскостях, перпендикулярных к оси текстуры, эллипсы — в результате пересечения плоскостью N системы окружностей, лежащих на одной цилиндрической поверхности.

Индицируя электронограммы пленок, находят рефлексы, принадлежащие нулевой слоевой линии, т. е. рефлексы $hk0$, образующие прямой снимок.

Цель работы: исследовать пластинчатую текстуру пленок Bi , сконденсированных в вакууме.

Содержание работы. Решетка металлического Bi ромбоэдрическая. В ее осях элементарная ячейка Bi имеет период $a = 0,4736$ нм и угол между любыми двумя из трех осей $\alpha = 57^\circ 14'$. Однако ромбоэдрические решетки удобно описывать в гексагональных осях. При этом элементарная решетка Bi имеет периоды $a_H = 0,4507$ нм и $c_H = 1,1 \times 828$ нм в соответствии с известной формулой для перехода от ромбоэдрической ячейки к гексагональной:

$$a_R = \sqrt{a_H^2/3 + c_H^2/3}; \quad (1)$$

$$2 \sin(\alpha/2) = \frac{1}{\sqrt{1/3 + (1/3)(c_H^2/a_H^2)}}. \quad (2)$$

hkl	d_{hkl}	hkl	d_{hkl}	hkl	d_{hkl}
1041	3,730	1126	1,483	2240	1,134
1012	3,272	2132	1,478	2130	1,116
1014	2,364	2132	1,440	3026	1,090
1120	2,268	2134	1,327	2243	1,089
1015	2,027	3030	1,310	3143	1,071
2021	1,983	2027	1,280	2138	1,048
2022	1,364	2135	1,258	2246	0,983
1123	1,945	3033	1,243	3039	0,928
2024	1,687	2028	1,182	4150	0,857
2025	1,511	1129	1,138	2249	0,829
—	—	—	—	3360	0,756

В дальнейшем будем пользоваться гексагональными осями. В табл. 28 даны межплоскостные расстояния для важнейших отражений V_i , вычисленные по квадратичной формуле для гексагональной решетки:

$$1/d_{hkl}^2 = (4/3) [(h^2 + k^2 + hk)/a_H^2] + (l^2/c_H^2). \quad (3)$$

Следует отметить, что на прямом и косом снимках появятся отражения согласно закону погасания для ромбоэдрической решетки.

Порядок выполнения работы: 1. Определить масштаб электронограмм от исследуемого вещества, т. е. величину $2L\lambda$, используя электронограмму эталона.

2. Просчитать прямой снимок:

а) измерив электронограмму, найти $d_{\text{э}hkl}$ по формуле

$$2rd = 2L\lambda; \quad (4)$$

б) сравнивая $d_{\text{э}hkl}$ с $d_{\text{т}hkl}$, проиндицировать прямой снимок.

Результаты измерений и расчетов свести в табл. 29. На снимке должны обнаруживаться отражения $hki0$ ($l = \text{const}$), что свидетельствует о пластинчатой текстуре кристаллитов. Присутствие на прямом снимке отражений с другими значениями l (1; 2) свидетельствует о неточности текстуры;

в) пользуясь приведенной далее формулой (5), определить индексы (u, v, w) оси текстуры как оси зоны плоскостей ($hk0$), отражения от которых получены на прямом снимке:

$$uh + vk + wl = 0. \quad (5)$$

3. Просчитать косой снимок:

а) измерив электронограмму, получить значения $2r$ — расстояния между двумя симметричными дужками относительно первичного пучка;

Таблица 29

№ кольца	$2r$	$d_{\text{э}hkl}$	$\frac{2L\lambda}{2r}$	$d_{\text{т}hkl}$	hkl

Таблица 30

№ слое- вой линии	№ реф- лекса	$2r$	$d_{\text{э}hkl}$	$d_{\text{т}hkl}$	hkl

- б) вычислить $d_{\text{э}hkl}$, пользуясь соотношением (4);
 в) сравнивая $d_{\text{э}hkl}$ с $d_{\text{т}hkl}$, проиндцировать снимок.

При этом следует иметь в виду, что на каждом эллипсе располагаются отражения, у которых h и k одинаковы: $h^2 + k^2 = \text{const}$; на каждой слоевой линии располагаются отражения с некоторым постоянным значением индекса l : на нулевой слоевой линии $l = 0$, далее $l = \pm 1; 2$. Результаты индцирования занести в табл. 30.

4. Выделить на электронограмме эллипсы $(10\bar{1}l)$ и $(11\bar{2}l)$.

5. Определить период c вдоль оси текстуры по формуле

$$c = nL\lambda/\sqrt{r_n^2 - a^2}, \quad (6)$$

где r — длина радиуса-вектора рефлекса, принадлежащего n -й слоевой линии; $L\lambda$ — постоянная прибора; a — величина малой полуоси эллипса. Значения r_n и a найти из электронограммы, полученной при косой съемке.

Вопросы для самопроверки: 1. Какую информацию можно получить, расшифровав прямой и косой снимки от текстурированного образца?

2. Как получить из обратной решетки кристалла обратную решетку текстурированного поликристалла?

3. Чем различаются дифракционные картины, полученные при прямой съемке от текстурированных и нетекстурированных поликристаллических образцов?

Список литературы: [52], с. 100—105; [8], с. 54—82; [15], с. 254—257; [84], с. 128—130.

28. МЕТОД КИНЕМАТИЧЕСКОЙ СЪЕМКИ

Краткие общие и теоретические сведения. Из-за сильного взаимодействия электронных волн с веществом экспозиция электронограмм обычно не превышает секунд. Это положено в основу так называемого метода кинематической съемки. При этом методе дифракционная картина регистрируется на движущуюся фотопластинку или пленку через узкую, вырезающую малую долю дебаевских колец щель (рис. 37). Статическая электронограмма от поликристаллического образца содержит систему концентрических колец. При кинематической же на электронограмме получаем семейство параллельных линий. Основное достоинство метода состоит в том, что по дифракционной картине можно непрерывно следить за состоянием исследуемого объекта. Основы метода, критический анализ некоторых его возможностей, экспериментальная реализация и применение к изучению превращений в системах типа «твердое тело — твердое тело» или «твердое тело — газ» изложены в ряде работ. В последнее время метод кинематической съемки был применен к изучению физических свойств тонкопленочных объектов.

Цель работы: освоить метод кинематической съемки, по условиям регистрации статической электронограммы выбрать параметры кинематической съемки.

Содержание работы. Основные параметры, определяющие оптимальные условия съемки кинематической электронограммы, — это ширина щели Δl , скорость перемещения фотопластинки v , плотность электронного пучка j_k , площадь облучаемого участка S_k .

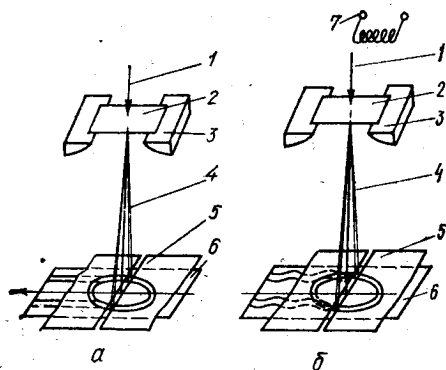


Рис. 37. Схема кинематической съемки электронограммы:

а — обычная регистрация; *б* — с модуляцией электронного пучка; 1 — электронный пучок; 2 — пленка; 3 — приставка; 4 — дифракционный конус; 5 — экран со щелью; 6 — фотопластинка; 7 — катушка для модуляции электронного пучка

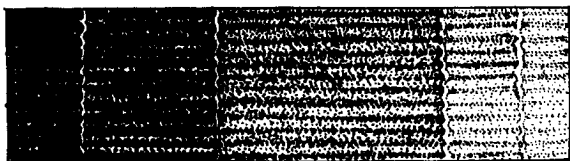
Поскольку при кинематической съемке дифракционная картина регистрируется непрерывно, то любая точка на дифракционной линии усредняет состояние пленки по времени $\tau_k = \Delta l/v$. Эту величину естественно определить как разрешение кинематической электронограммы по времени. Действительно, состояния пленки, разделенные этим временным интервалом, уже можно зарегистрировать на электронограмме как независимые. Разрешение по времени, наряду с разрешением по межплоскостным расстояниям, является важнейшей характеристикой кинематической электронограммы.

Хотя выбор параметров кинематической съемки определяется требованиями конкретно решаемой задачи, тем не менее следует отметить ограничения, налагаемые на ширину щели и плотность тока электронного пучка. При кинематической съемке дифракционная линия формируется дугой дифракционного кольца, что приводит к некоторому искажению формы линии. Поэтому ширина щели устанавливается экспериментально и ограничивается величиной, при которой начинают заметно изменяться ширина и профиль линии. Очевидно, что конечность размеров щели сильнее сказывается для дифракционных колец с малыми диаметрами, у которых больше кривизна. Величина Δl обычно не превышает 1 мм. Следует также учитывать ограничения и на верхний предел плотности тока электронного пучка $j < 1 \text{ А} \cdot \text{м}^{-2}$; чтобы избежать заметного нагрева исследуемого объекта.

Выбирая параметры кинематической съемки, естественно в качестве исходной предпосылки взять условия съемки статической электронограммы: τ_c , j_c , s_c . Действительно, если снять статическую и кинематическую электронограммы при одних и тех же τ , j , s , то качество электронограмм будет одинаковым. Убедимся в этом, рассмотрев два примера. Пусть τ_k составляет величину порядка τ_c . Если при данных j_c и s_c время экспозиции равно τ_c , то скорость движения фотопластинки при заданной ширине щели равна $\Delta l/\tau_c$. Для этого случая величина v обычно лежит в пределах $0,1\text{—}1 \text{ мм} \cdot \text{с}^{-1}$.

При исследовании процессов, протекающих за $0,1 \text{ с}$, разрешения по времени необходимы порядка $0,01\text{—}0,001 \text{ с}$. Снять статическую электронограмму за такое время технически трудно. Поэтому целесооб-

Рис. 38. Участок кинематической электронограммы пленки А1 при 5-кратном увеличении (электронный пучок модулирован частотой 50 Гц)



разно выбирать параметры кинематической съемки из соотношения

$$\tau_k = j_c s_c \tau_k^{-1} s_k^{-1}. \quad (1)$$

Из равенства (1) следует, что предельное разрешение по времени можно обеспечить увеличением j_k и s_k . При этом нужно учитывать наложенные ранее ограничения на j_k . Величина s_k также ограничена сверху конструктивными особенностями электронографа и не превышает 1 мм^2 . Обычно в электронографии применяют такие параметры статической съемки: $j_c \approx 0,01 \text{ А} \cdot \text{м}^{-2}$; $\tau_c \approx 1 \div 10 \text{ с}$, $s_c \approx 0,1 \text{ мм}^2$. Тогда из выражения (1) следует, что τ_k будет порядка $0,01\text{—}0,001 \text{ с}$, если $s_k \approx 1 \text{ мм}^2$. Съемка электронограммы с разрешением $0,01\text{—}0,001 \text{ с}$ значительно расширяет круг научных и прикладных задач при электронографическом исследовании тонкопленочных объектов.

В общем случае кинематическая электронограмма представляет собой диаграмму «состояние облучаемого участка пленки — время». Состояние исследуемого участка пленки определяют, анализируя положение, интенсивность и профиль дифракционных линий, а время оценивают по средней величине скорости движения фотопластинки. Электронограммы с разрешением $0,01\text{—}0,001 \text{ с}$ позволяют нанести метки времени модулированием электронного пучка электромагнитным полем. Экспериментально это осуществить довольно просто. Вблизи смотрового окна камеры объектов электронографа располагают питаемую частотой 50 Гц катушку так, чтобы сила Лоренца была направлена параллельно щели. В этом случае дифракционная линия на кинематической электронограмме представляет собой синусоиду (рис. 38). Такой способ регистрации дифракционной картины позволяет иметь надежный масштаб времени и учесть неравномерность движения фотопластинки.

Порядок выполнения работы: 1. От заданного объекта снять статическую электронограмму. Зарегистрировать условия съемки.

2. По условиям регистрации статической электронограммы выбрать параметры кинематической съемки. Получить кинематическую электронограмму.

3. Фотометрированием сравнить интенсивности линий на кинематической и статической электронограммах.

Вопросы для самопроверки: 1. Перечислить достоинства и дать примеры задач, которые целесообразно решать методом кинематической съемки.

2. При нагревании в пленке происходит фазовый переход, который регистрируется кинематической электронограммой. Как определить температуру фазового перехода?

Список литературы: [97], с. 399—407; [51], с. 3—16; [93], с. 142—145; [94], с. 314—315; [56], с. 192—193; [10], с. 2244—2250.

Раздел 3. ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ

Цель лабораторных работ по электронной микроскопии — ознакомить студентов с конструкцией и режимами работы электронного микроскопа, простейшими приемами работы на микроскопе и методами подготовки образцов для исследования, помочь приобрести навыки в обработке и расшифровке электронно-микроскопических снимков.

Созданы лабораторные работы в расчете на использование просвечивающих электронных микроскопов типа УЭМБ-100К или ЭМБ-100Л, достаточно широко применяемых в отечественных лабораториях. К числу оборудования, необходимого для проведения лабораторных работ, относится также вакуумная установка, например вакуумный универсальный пост (ВУП) промышленного производства.

В лаборатории электронной микроскопии необходимо строго соблюдать технику безопасности, так как микроскопы работают при высоком напряжении. Студенты могут работать на электронном микроскопе *только в присутствии руководителя занятия или оператора*, обслуживающего микроскоп. Оптимальный состав студенческой подгруппы — 5...6 человек.

29. ИЗУЧЕНИЕ УСТРОЙСТВА И РЕЖИМОВ РАБОТЫ ПРОСВЕЧИВАЮЩЕГО ЭЛЕКТРОННОГО МИКРОСКОПА

Краткие общие и теоретические сведения. Микроскоп УЭМБ-100 пятилинзовый. В верхней части его колонны расположена осветительная система. В нее входят (рис. 39): катод, эмитирующий электроны за счет термоэлектронной эмиссии, и анод. Между катодом и анодом прикладывается высокое напряжение, ускоряющее электроны. Анод, контактирующий с корпусом колонны, для безопасности работы заземлен. В осветительную систему входят также две конденсорные линзы — короткофокусная и длиннофокусная. Конденсорные линзы фокусируют пучок электронов и направляют его на образец при микроскопическом исследовании. При съемке электронограмм они фокусируют пучок в точку на экране.

Наиболее ответственная деталь электронного микроскопа — объективная линза. Качеством ее работы определяется разрешение микроскопа. Объективная линза дает примерно 200-кратное увеличение. Образец располагается вблизи переднего фокуса объективной линзы. В заднюю фокальную плоскость объективной линзы вводят подвижную апертурную

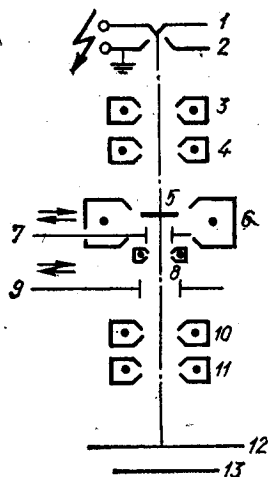


Рис. 39. Принципиальная схема колонны пятилинзового электронного микроскопа:

1 — катод; 2 — анод; 3 — короткофокусная конденсорная линза; 4 — длиннофокусная конденсорная линза; 5 — образец; 6 — объективная линза; 7 — апертурная диафрагма; 8 — стигматор объективной линзы; 9 — диафрагма микродифракции (селекторная); 10 — промежуточная линза; 11 — проекционная линза; 12 — экран; 13 — фотопластика

диафрагму, которая ограничивает количество пучков, формирующих микроскопическое изображение. Для коррекции аберраций объективной линзы используют стигматор. В плоскость промежуточного изображения объективной линзы вводят диафрагму микродифракции (селекторную диафрагму). Ею ограничивается участок объекта, от которого получается микродифракционная картина в режиме микродифракции.

В нижней части колонны размещен проекционный блок, состоящий из двух линз — промежуточной и проекционной. Проекционная линза работает в постоянном режиме — при неизменной величине тока, протекающего по ее обмотке. Ток промежуточной линзы может изменяться — его величиной задается увеличение на экране. Проекционный блок создает увеличение от 10 до 1000, что с учетом увеличения объективной линзы дает увеличение на экране от 2 до 200 тыс. Под экраном расположен магазин с фотопластинками.

Цель работы: 1. Ознакомиться с конструкцией и технической характеристикой микроскопа УЭМВ-100.

2. Изучить дифракционные и микроскопические режимы работы микроскопа.

3. Усвоить элементарные навыки наблюдения и фотографирования микроскопических изображений и электронограмм.

Содержание работы. Выполняют работу на микроскопе УЭМВ-100. Этот универсальный просвечивающий электронный микроскоп имеет следующую техническую характеристику: ускоряющее напряжение (изменяется ступенчато) составляет 50; 75; 100 кВ; нестабильность ускоряющего напряжения — 10^{-5} мин⁻¹; разрешение — 0,8 нм, микроскопическое увеличение — от 5 до 200 тыс.; количество фотопластинок форматом 6 × 9 см² — 12 шт.; рабочий вакуум в колонне — $5 \cdot 10^{-3}$ Па.

Микроскоп позволяет проводить такие работы: а) микроскопическую съемку в прямом пучке (светлое поле); б) микроскопическую съемку в дифрагировавших пучках (темное поле); в) съемку электронограмм при освещении электронным пучком большой площади образца (обычная дифракция); г) съемку электронограмм от малого избранного участка образца, изображение которого наблюдается на экране (микродифракция).

Микроскоп снабжен гониометром, с помощью которого можно наклонять образец относительно электронного пучка. В комплект микроскопа входит также приставка для нагрева образца непосредственно в колонне микроскопа.

Регулируя ток возбуждения промежуточной линзы, можно осуществить два режима работы микроскопа. В первом режиме на экран фокусируется задняя фокальная плоскость объективной линзы и наблюдается дифракционная картина от образца (электронограмма). Во втором режиме на экран фокусируется плоскость промежуточного изображения и тогда наблюдается увеличенное изображение образца. Все изменения режимов работы электромагнитных линз и соответственно регулировку увеличения, фокусировку, переход от микроскопического режима к дифракционному осуществляют, изменяя ток возбуждения

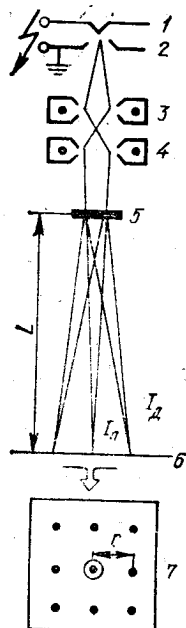


Рис. 40. Схема хода лучей микроскопа в режиме обычного электронографа: 1 — катод; 2 — анод; 3 — первая конденсорная линза; 4 — вторая конденсорная линза; 5 — образец; 6 — экран; 7 — пример дифракционной картины, наблюдаемой на экране

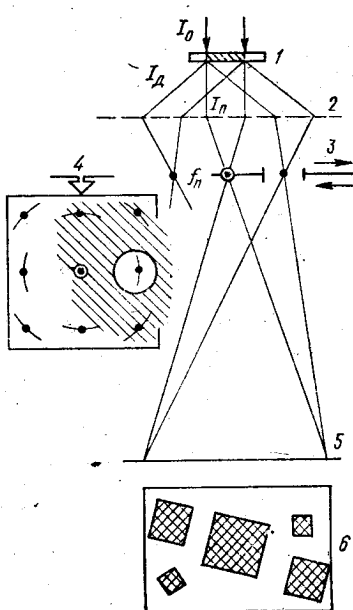


Рис. 41. Схема хода лучей в области объективной линзы: 1 — образец; 2 — средняя плоскость объективной линзы; 3 — апертурная диафрагма, перемещающаяся в задней фокальной плоскости объективной линзы и располагающаяся так, чтобы пропустить дифрагировавший пучок; 4 — дифракционная картина в задней фокальной плоскости (показано расположение апертурной диафрагмы для осуществления темнопольного режима); 5 — плоскость промежуточного изображения; 6 — микроскопическая картина, формирующаяся в плоскости промежуточного изображения

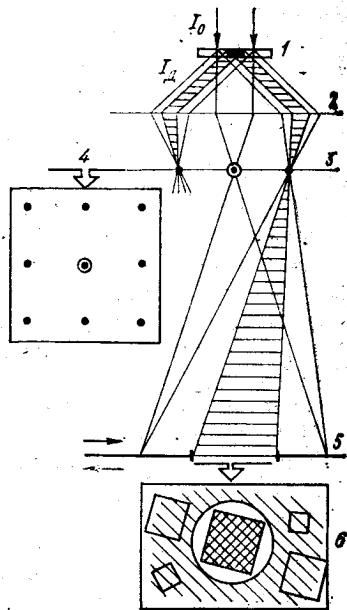


Рис. 42. Схема осуществления режима микродифракции:

1 — образец; 2 — средняя плоскость объективной линзы; 3 — задняя фокальная плоскость; 4 — вид дифракционной картины в задней фокальной плоскости для заштрихованных пучков; 5 — диафрагма микродифракции в плоскости промежуточного изображения (диафрагма пропускает только заштрихованные дифрагировавшие пучки); 6 — микроскопическая картина в плоскости промежуточного изображения и расположение диафрагмы микродифракции

линз. Рукоятки управления линзами расположены на пульте микроскопа.

В режиме электронографа (рис. 40) включается только осветительная система — источник электронов и конденсорные линзы (либо обе, либо только вторая). Остальные линзы выключены.

В микроскопическом режиме включаются все линзы микроскопа. Схема хода лучей в области объективной линзы приведена на рис. 41. Если апертурная диафрагма пропускает только прямой пучок, изображение получается светлопольным, если она расположена так, что в нее проходит только дифрагировавший пучок, то — темнопольным. Для освоения этих режимов съемки рекомендуется использовать крупный кристаллический или монокристаллический объект, дифракционная картина от которого состоит из отдельных пятен.

Микродифракционный режим (рис. 42) предназначен для получения электронограмм от избранного микроскопического участка образца, изображение которого рассматривают на экране электронного микроскопа. Желательно использовать двухфазный образец.

Порядок выполнения работы: 1. Ознакомиться с конструкцией электронного микроскопа УЭМБ-100, его основными блоками и размещением электронной оптики в колонне микроскопа. Записать в лабораторную тетрадь техническую характеристику микроскопа, зарисовать его принципиальную схему (см. рис. 39) и пояснить назначение различных узлов.

2. Освоить работу микроскопа в режиме электронографа (режим обычной дифракции). Для этого ввести в колонну микроскопа образец в виде тонкой пленки золота, алюминия или другого кристаллического вещества. Сфокусировать линии электронограммы, изменяя ток возбуждения второй конденсорной линзы. Сфотографировать электронограмму. В лабораторной тетради зарисовать схему получения электронограммы (см. рис. 40) и сделать ее эскиз. Проиндицировать линии электронограммы.

3. Освоить работу микроскопа в режиме светлопольной и темнопольной микроскопии. Для этого включить все линзы микроскопа, ввести образец. Изменяя ток промежуточной линзы, сфокусировать на экран заднюю фокальную плоскость объективной линзы с изображением дифракционной картины (включить тумблер «микродифракция»).

Осуществить светлопольный режим. Для этого ввести апертурную диафрагму так, чтобы она пропускала только центральный пучок электронов. Увеличивая постепенно ток промежуточной линзы, проследить за тем, как в расширяющемся пучке появляется микроскопическое изображение. Сфокусировать изображение объективной линзой. Осуществить темнопольный режим, расположив апертурную диафрагму так, чтобы она пропускала один из дифрагировавших пучков. Увеличивая ток промежуточной линзы, проследить за появлением изображения в дифрагировавшем пучке электронов. Сфотографировать светлопольное и темнопольное изображения одного и того же участка образца.

Зарисовать ход лучей в области объективной линзы (см. рис. 41). Записать, как осуществляются темнопольный и светлопольный режимы, т. е. в каких положениях может располагаться апертурная диафрагма. Сделать эскизы светлопольного и темнопольного снимков и описать их особенности.

4. Освоить работу микроскопа в режиме микродифракции. Для этого выполнить следующие операции: а) получить на экране микроскопическое изображение; б) ввести в плоскость промежуточного изображения диафрагму микродифракции; в) разместить диафрагму микродифракции так, чтобы она охватывала избранный участок образца; г) вывести апертурную диафрагму; д) промежуточной линзой сфокусировать на экран фокальную плоскость объективной линзы и получить дифракционную картину.

Наблюдаемая на экране электронограмма будет сформирована дифрагировавшими пучками только от части образца, изображение которой попадает в селекторную диафрагму (см. рис. 42).

Перемещая селекторную диафрагму или образец, следует просмотреть микродифракционные картины от различных фаз образца. Оценить площадь участка, от которого получается микродифракция.

В лабораторной тетради зарисовать схему микродифракции (см. рис. 42), записать порядок операций, необходимых для ее осуществления, дать эскизы микродифракционных картин.

Вопросы для самопроверки: 1. Из каких основных электронно-оптических узлов состоит колонна микроскопа?

2. На каком принципе основана фокусировка электронов электромагнитной линзой?

3. Какие линзы включаются в том случае, когда микроскоп работает в режиме электронографа?

4. Что наблюдается на экране электронного микроскопа, если на него проецируется задняя фокальная плоскость объективной линзы? плоскость промежуточного изображения?

5. Как осуществляется микроскопия в светлом и темном поле? Как в этих случаях располагается апертурная диафрагма?

6. Каковы ход лучей в области объективной линзы и принцип микродифракции? В какую плоскость вводят диафрагму микродифракции?

Литература: [84], с. 11—33.

30. КАЛИБРОВКА ЭЛЕКТРОННОГО МИКРОСКОПА

Краткие общие и теоретические сведения. Чтобы иметь возможность качественно и достаточно быстро обрабатывать электронно-микроскопические снимки и электронограммы, нужно откалибровать электронный микроскоп. Калибровка включает в себя такие операции: определение дифракционных постоянных прибора в режиме общей дифракции и микродифракции и построение графиков увеличений микроскопа и углов поворота изображения относительно микродифракционной картины при разных увеличениях.

Увеличение прибора и угол поворота изображения определяются ускоряющим напряжением и оптической силой всех электромагнитных линз микроскопа. Оптическая сила линз, в свою очередь, зависит от тока, протекающего в их обмотках. Практически увеличение (а следовательно, и угол поворота изображения) задается изменением тока I_n промежуточной линзы при неизменных режимах работы остальных линз и при постоянном ускоряющем напряжении. Поэтому графики увеличений и углов поворота строят как функции I_n .

Необходимо помнить, что использование этих графиков обеспечивает точность измерений $\pm 5\%$, а в некоторых случаях и хуже, в связи с тем что при смене исследуемых объектов несколько изменяется их положение по высоте в объективной линзе. В результате токи фокусировки $I_{об}$ объективной линзы оказываются отличными от образца к образцу и это сказывается на увеличении. Поэтому при построении графиков нужно также следить за током $I_{об}$.

Цель работы: 1. Построить график увеличений микроскопа.

2. Построить график углов поворота микроскопического изображения относительно микродифракционной картины.

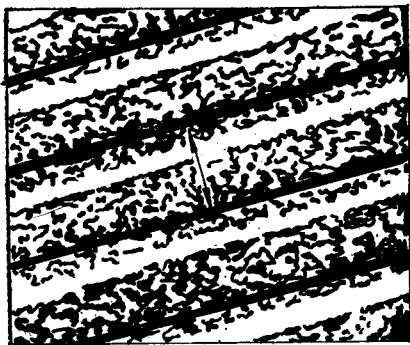
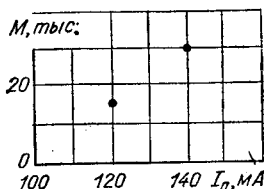


Рис. 43. Эскиз снимка реплики дифракционной решетки; $I_n = 120$ мА

Рис. 44. График увеличений для микроскопа УЭМВ-100 при ускоряющем напряжении 75 кВ



3. Вычислить дифракционные постоянные прибора для расчета электронограмм, получаемых в режиме микродифракции.

Содержание работы. Построение графиков увеличений и углов поворота, вычисление дифракционной постоянной проводят для микроскопа УЭМВ-100. Калибровочные процедуры выполняют для одного из ускоряющих напряжений, при которых может работать микроскоп (50; 75; 100 кВ).

Калибровка увеличения по снимкам дифракционной решетки. Для калибровки сравнительно малых увеличений (до 20 000) используют реплики дифракционной решетки, имеющей 1200 штрихов на 1 мм. На микроскопе делают серию снимков реплики при переменной величине тока I_n промежуточной линзы. Ток меняют ступенчато, через 5—10 мА. Например, задают величины $I_n = 105; 110; 115; 120; 125$ мА. Эскиз снимка на микроскопе УЭМВ-100 при $I_n = 120$ мА и ускоряющем напряжении 75 кВ дан на рис. 43.

На негативах или фотоотпечатках снимков измеряют расстояние l между однотипными периодически повторяющимися деталями изображения (например, между темными тонкими линиями — рис. 43). Для повышения точности рекомендуется измерять расстояние между 5—10 штрихами и затем делить его на количество измеренных периодов решетки.

Увеличение M для каждого тока I_n промежуточной линзы определяют по формуле $M(I_n) = lN$, где N — количество штрихов на 1 мм дифракционной решетки, а l — расстояние между штрихами, мм. Результаты измерений записывают в табл. 31 и наносят в виде точек на график (рис. 44). В табл. 31 и на графике рис. 44 приведен для примера результат измерений по снимку, представленному на рис. 43.

Таблица 31

I_n мА				120
l мм				12,1
M тыс.				14,5

Таблица 32

I_n мА	120	140		
L мм	21	45		
M тыс.	14,5	31,0		

Калибровка увеличения по снимкам, на которых есть изображения отдельных кристаллов. Для калибровки увеличений, превышающих 30 000, дифракционная решетка становится непригодной, так как ее соседние штрихи выходят за пределы кадра. Увеличения в диапазоне 25—100 тыс. калибруют с помощью изображений отдельных кристаллов. В данной работе используется островковая эпитаксиальная пленка PbTe. Решетка PbTe кубическая, типа каменной соли, поэтому эпитаксиальные кристаллы на снимке имеют форму квадратов.

Как и в случае дифракционной решетки, делают серию снимков при разных токах I_n промежуточной линзы. Один из снимков кристаллов PbTe нужно выполнить при таком токе I_n , для которого по репликам дифракционной решетки уже найдено увеличение, например при $I_n = 120$ мА, которому в нашем случае отвечает увеличение 14 500.

Эскизы снимков даны на рис. 45. На снимках выбирают отчетливые изображения двух кристаллов и измеряют расстояния L между ними (рис. 45). Зная увеличение для тока $I_n = 120$ мА, можно найти истинное расстояние $L_{\text{ист}}$ между кристаллами, если разделить измеренное расстояние L_{120} на увеличение. На остальных снимках увеличение находят по формуле $M(I_n) = L/L_{\text{ист}}$. Результаты измерений заносят в табл. 32 и отмечают точки на рис. 44 (в табл. 32 и на рис. 44 показаны результаты обработки рис. 45, б, в).

Калибровка увеличения по снимкам с изображениями плоскостей кристаллической решетки. Точную калибровку больших увеличений (200—500 тыс.) проводят по снимкам плоскостей кристаллической решетки. Используют образцы в виде тонких кристаллов таких веществ, для которых есть данные о величине межплоскостных расстояний. Желательно использовать эпитаксиальные пленки веществ с крупнопериодными решетками, например сульфида сурьмы Sb_2S_3 . Параметры орторомбической решетки Sb_2S_3 следующие: $a = 1,12$ нм; $b = 1,131$ нм; $c = 0,384$ нм. На рис. 46 показан снимок плоскостей (010) кристалла Sb_2S_3 и приведена соответствующая дифракционная картина, на которой кружочком выделены рефлексy, пропускаемые апертурной диафрагмой.

Измерения проводят на фотоотпечатках, полученных при определенном фотоувеличении M_ϕ электронно-микроскопического негатива. Для рис. 46 $M_\phi = 10$. Измеряют расстояние D между изображениями плоскостей на снимке (для повышения точности желательно измерять 10 D). Увеличение микроскопа M вычисляют по формуле $M = D/(M_\phi d)$, где d — межплоскостное расстояние в кристалле. Для снимка, представленного на рис. 46, $d = 1,13$ нм.

Калибровка угла поворота микроскопического изображения относительно микродифракционной картины. Поворот электронно-микроскопического изображения на экране электронного микроскопа происходит при изменении тока промежуточной линзы по той причине, что электроны двигаются в электромагнитном поле линзы по спирали. Параметры этой спирали зависят от силы тока в обмотке линзы. Микродифракционная картина получается на экране электронного микроскопа при некотором фиксированном токе промежуточной линзы I_n^* . Для микроскопа УЭМБ-100 при 75 кВ ток $I_n^* \approx 100$ мА. Микроскопическое

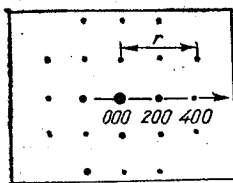


Рис. 45. Эскизы микродифракции (а) и микроскопических изображений (б, в) кристаллов PbTe ; взаимное расположение всех снимков такое, как на экране микроскопа: 1, 2 — одни и те же кристаллы; $I_{\text{п}} = 100$ (а); 120 (б) и 140 (в) мА

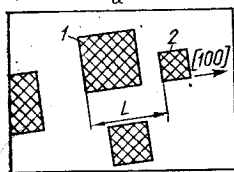
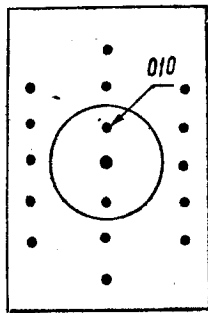
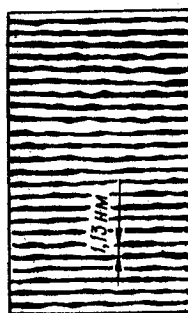
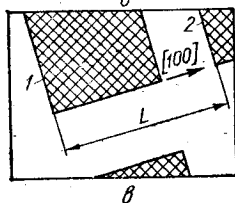


Рис. 46. Снимок плоскостей (010) кристалла Sb_2S_3 (а) и эскиз дифракционной картины (б)



изображение появляется на экране при больших чем $I_{\text{п}}^*$ значениях тока промежуточной линзы. Поэтому изображение оказывается повернутым относительно микродифракционной картины. Чем больше $I_{\text{п}}$, тем больше угол поворота.

В данной работе для определения угла φ поворота изображения относительно микродифракционной картины (см. рис. 45) используется островковая эпитаксиальная пленка PbTe . Взаимная ориентировка микроэлектронограммы и снимков на рис. 45 такая, как на экране электронного микроскопа. Все кристаллы PbTe ориентированы плоскостью (001) параллельно плоскости снимка и огранены плоскостями (100) и (010). Поэтому на каждом снимке легко провести одно из направлений типа [100], что и показано соответствующими стрелками. Положение направления [100] на микродифракционной картине проводят с учетом того, что ближайшие к центральному рефлексам имеют индексы типа (200). Угол φ поворота микроскопического изображения относительно микродифракционной картины находится как угол между направлением [100] электронограммы и направлением [100] на микроскопическом снимке. Для рис. 45, б, в поворот изображения происходит против часовой стрелки на 7° и 14° соответственно.

По результатам измерений строят график φ в зависимости от $I_{\text{п}}$.
Определение дифракционной постоянной микроскопа, работающего в режиме микродифракции. Когда микроскоп работает в режиме обычного электронографа (см. рис. 40), расстояние r между следами дифракта, охватывающего (hkl) и прямого (000) пучков определяется расстоянием L от образца до фотопластинки: $r = L \tan 2\theta \approx L 2\theta$, где θ — брэгговский угол для плоскостей (hkl).

В режиме микродифракции дифрагировавшие на образце электроны попадают в поле действия объективной, промежуточной и проек-

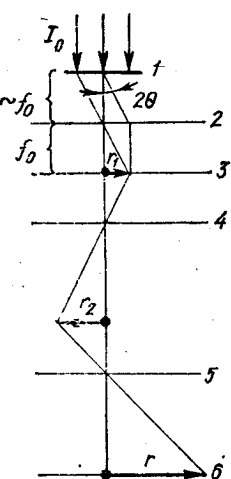


Рис. 47. Схема траектории дифрагирующих пучков при микродифракции: 1 — образец; 2 — средняя плоскость объективной линзы; 3 — задняя фокальная плоскость объективной линзы; 4, 5 — средние плоскости промежуточной и проекционной линз соответственно; 6 — экран

Таблица 33

hkl		400		
d нм		0,161		
r мм		20,0		
$2L_{эф}\lambda$		3,22		
среднее $2L_{эф}\lambda$				

ционной линз (рис. 47). Поскольку брэгговские углы θ при дифракции электронов малы (на рис. 47 они для наглядности значительно увеличены), можно записать: $r_1 \approx f_0 2\theta$, где f_0 — фокусное расстояние объективной линзы; $r_2 = r_1 M_2$, где M_2 — увеличение промежуточной линзы; $r = r_2 M_3$, где M_3 — увеличение проекционной линзы. Тогда $r = f_0 M_2 M_3 2\theta$. Это же выражение можно записать в виде, аналогичном для обычной дифракции: $r = L_{эф} 2\theta$. Тогда $L_{эф} = f_0 M_2 M_3$. В случае дифракции электронов углы θ отражений первого порядка находят из упрощенного уравнения Вульфа — Брэгга $\lambda = 2d\theta$. С учетом этого для обычной дифракции получаем $r = 2L\lambda/d$, а для микродифракции $r = 2L_{эф}\lambda/d$. Величины $2L\lambda$ и $2L_{эф}\lambda$ называют дифракционными постоянными прибора.

Существенно, что дифракционная постоянная $2L\lambda$ для данного микроскопа зависит только от ускоряющего напряжения, а дифракционная постоянная микродифракции $2L_{эф}\lambda$, кроме того, зависит от режимов работы трех линз — объективной, промежуточной и проекционной.

Процедура нахождения дифракционной постоянной $2L_{эф}\lambda$ для микродифракции такая же, как и для обычной дифракции — снимают микродифракционные картины эталонного вещества. Отличие состоит в том, что при неизменном ускоряющем напряжении снимают несколько электронограмм, отвечающих различным значениям тока промежуточной и объективной линз, т. е. различным увеличениям. Ток проекционной линзы при этом остается неизменным. Результаты обработки микродифракционных электронограмм заносят в табл. 33. Измеряют r_{hkl} , межплоскостные расстояния d_{hkl} находят в кристаллографических справочниках.

Удобными объектами для нахождения $2L_{эф}\lambda$ являются мелкозернистые пленки алюминия или золота, дающие на электронограммах тонкие дифракционные кольца. В качестве примера в табл. 33 внесены результаты обработки микродифракционной картины PbTe, показанной на рис. 45.

Порядок выполнения работы: 1. Откалибровать увеличение микроскопа УЭМБ-100 при ускоряющем напряжении 75 кВ по снимкам дифракционной решетки. Записать расчетную формулу, внести результаты измерений в табл. 31 и нанести точки на график рис. 44.

2. Продолжить построение графика увеличений по снимкам кристаллов PbTe (см. рис. 45). Записать расчетную формулу, заполнить табл. 32, нанести точки на график рис. 44.

3. Вычислить увеличение по снимку с изображением плоскостей кристаллической решетки (см. рис. 46).

Описать проведение расчета.

4. Провести калибровку угла поворота микроскопического изображения относительно микродифракционной картины по серии снимков типа показанных на рис. 45. Построить график φ (I_n).

5. Заснять серию микродифракционных электронограмм эталонного вещества, регистрируя при этом значения токов объективной $I_{об}$ и промежуточной I_n линз. Вычислить соответствующие значения $2L_{эф}\lambda$, проводя необходимые измерения на электронограммах. Результаты измерений занести в табл. 33. Зарисовать рис. 47, записать формулы, по которым вычисляется $2L_{эф}\lambda$.

Вопросы для самопроверки: 1. Какие методики применяют, чтобы определить электронно-микроскопическое увеличение?

2. Почему при изменении увеличения микроскопа изображение поворачивается?

3. Как определить угол поворота изображения относительно микродифракционной картины? Зачем нужно знать этот угол?

4. Чем отличается режим микродифракции от режима обычной дифракции?

5. От чего зависит величина дифракционной постоянной $2L_{эф}\lambda$ при микродифракции?

6. Можно ли, зная $2L\lambda$ при 75 кВ для обычной дифракции, вычислить (без съемки новых электронограмм) $2L\lambda$ для 100 кВ? Можно ли сделать то же самое для $2L_{эф}\lambda$ при микродифракции?

7. В каком режиме точность измерения периодов кристаллической решетки выше — в режиме обычной дифракции или микродифракции?

Литература: [80], с. 19—49.

31. МЕТОД РЕПЛИК

Краткие общие и теоретические сведения. Репликой называют тонкий лаковый или углеродный слепок с поверхности образца. Реплика должна быть прозрачной для электронного пучка и хорошо копировать особенности поверхностного рельефа. С помощью реплик решают практически те же задачи, что и при исследовании образцов на оптическом микроскопе, но с гораздо лучшим разрешением (2—10 нм) и большей глубиной резкости (около 1 мкм).

Цель работы: 1. Освоить технику изготовления лаковых и углеродных реплик.

2. Ознакомиться с методикой косого оттенения реплик для повышения контрастности.

3. Усвоить методику изготовления реплик с извлечением (экстракционных).

Содержание работы. В этой работе предусматривается изготовить реплики шлифов сталей с перлитной, трооститной, мартенситной и

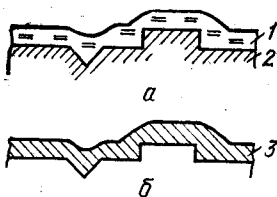


Рис. 48. Схема копирования (а) поверхностного рельефа шлифа лаковой репликой (б):

1 — пленка жидкого лака; 2 — шлиф; 3 — реплика, отделенная от шлифа

другими структурами, которые получаются при закалке, отпуске и отжиге углеродистых сталей.

Для получения лаковой реплики нужно выполнить следующее (рис. 48):

1. Приготовить шлиф и протравить его. При этом использовать травители, дающие четкий рельеф поверхности. Для сталей можно взять 4%-ный раствор азотной кислоты в спирте. Время травления 5 с — 1 мин. Качество травления контролировать просмотром на оптическом микроскопе.

2. На промытую спиртом поверхность шлифа нанести каплю лака (1,5%-ный раствор нитроклетчатки в амилацетате) и дать ей растечься по всей поверхности. Излишек лака удалить с помощью фильтровальной бумаги, наклонив образец. Дать лаку высохнуть.

3. Поверх высохшей лаковой пленки нанести каплю 10%-ного раствора желатина в воде и высушить под лампой. Высохнув, желатин оторвет лаковую реплику от поверхности шлифа.

4. Растворить желатин, опустив реплику желатином вниз на поверхность нагретой до 60—70 °С дистиллированной воды. После 3—4-кратной промывки лаковая пленочка полностью отмоется от желатина.

5. Выловить лаковую реплику на предметную сеточку.

Полученная описанным способом лаковая реплика дает при просвечивании в электронном микроскопе слабый контраст, поэтому ее оттеняют: на поверхность реплики конденсируют слой тяжелого металла, чаще всего хрома.

Проводят оттенение в вакуумной установке (рис. 49). Можно использовать вакуумный универсальный пост (ВУП) промышленного производства. Молекулярный пучок испаряемого металла направляется под углом к поверхности реплики, поэтому осаждается металл только на незатененных участках ее рельефа. Поскольку металл рассеивает электроны значительно сильнее, чем лак, контрастность реплики

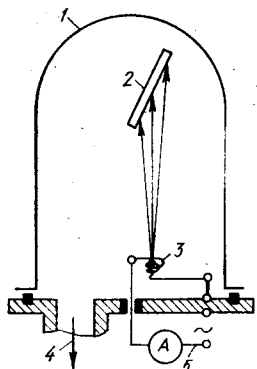


Рис. 49. Схема оттенения реплик в вакуумной установке:

1 — колпак; 2 — столик для закрепления реплик; 3 — испаритель оттеняющего металла; 4 — патрубок к диффузионному насосу; 5 — электрическая схема нагрева испарителя

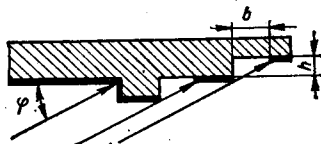


Рис. 50. Схема косого оттенения реплики

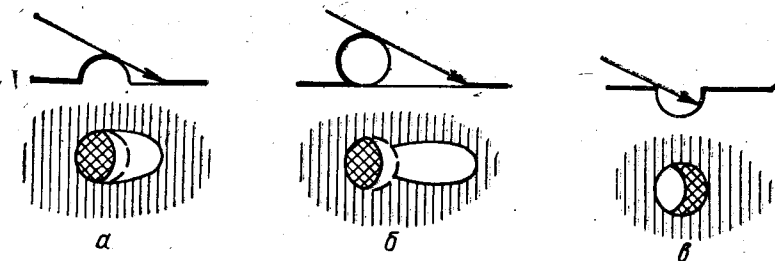


Рис. 51. Схемы оттеннения различных деталей рельефа: полусферического выступа (а), сферической частицы (б), полусферической впадины (в); верхняя часть рисунков — поперечное сечение шлифа, нижняя — вид на электронно-микроскопическом снимке

после оттеннения резко усиливается. Одновременно повышается и разрешение деталей изображения. Зная угол оттеннения φ (рис. 50) и измерив на снимке ширину b «тени», можно рассчитать высоту h рельефа по формуле $h = b \operatorname{tg} \varphi$. На рис. 51 показано, как выглядят некоторые детали рельефа на оттененной реплике.

Для оттеннения реплик нужно выполнить следующие операции:

- 1) поместить в испаритель вакуумной установки крупинку хрома массой около 3 мг;
- 2) реплики, находящиеся на предметных сеточках, закрепить на специальном столике и поместить столик в вакуумную установку на расстоянии 7—8 см от испарителя под углом 30° к оси испарителя;
- 3) создать вакуум в установке и испарить навеску хрома, пропустив через вольфрамовую спираль испарителя ток около 20 А.

Оттененные реплики готовы для просмотра в электронном микроскопе.

Углеродные реплики также изготавливают в вакуумной установке, конденсируя на поверхность шлифа тонкий (прозрачный для электронов) слой углерода. В этом случае в вакуумной установке (см. рис. 49) вместо испарителя металла устанавливают испаритель углерода, состоящий из двух стержней спектрально чистого угля (рис. 52, а). Один из угольных электродов затачивают на острый конус, другой срезают косо, образуя площадку лицевой стороной к образцу.

Для изготовления углеродной реплики нужно выполнить следующие операции:

1. Подготовить шлиф и протравить его для создания рельефа.
2. Поместить шлиф в камеру вакуумной установки на высоте 8—10 см над угольными электродами. Располагать шлиф можно нормально или под углом к потоку испаряемого углерода.
3. Создать вакуум в камере установки.
4. Подать напряжение на электроды и ввести их в контакт друг с другом. В месте соприкосновения электроды в результате прохождения тока (50—60 А) сильно разогреваются и уголь испаряется. На по-

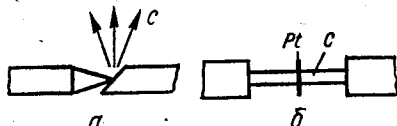


Рис. 52. Схема испарения углерода (а) и углерода совместно с платиновой проволокой (б)

верхности шлифа образуется пленка углерода. Толщина пленки задается временем пропускания тока (5—10 с).

5. Извлечь шлиф из вакуумной камеры и отделить угольную реплику. Это можно осуществить механически (с помощью желатина), а также химическим или электролитическим травлением шлифа. При химическом травлении угольную пленку на шлифе насекают иглой на квадратики $3 \times 3 \text{ мм}^2$. Затем шлиф помещают в чашку с травителем так, чтобы травитель лишь слегка покрывал поверхность образца. Угольная пленка при этом подтравливается и всплывает.

Достоинство углеродных реплик в том, что они прочнее лаковых и лучше копируют рельеф шлифа. Если такой шлиф расположить в вакуумной установке под углом к электродам, то будет происходить «самооттенивание», усиливающее контраст. Однако в общем случае углеродные реплики также оттеняют, как и лаковые.

Разработаны и часто используются такие способы изготовления углеродных реплик, когда совместно с углеродом испаряется платина, например по схеме рис. 52, б. При косом расположении шлифа такая методика позволяет в едином цикле получать углеродные реплики, оттененные тяжелым металлом.

Рассмотрим, наконец, процедуру изготовления реплик с извлечением (иногда их называют экстракционными). Такая реплика состоит из собственно реплики, являющейся отпечатком с поверхности образца, и частиц самого образца, оторванных от его поверхности. Извлекаются обычно мелкодисперсные выделения вторичных фаз, например карбидов в сталях. Достоинство реплик с извлечением в том, что на них можно проводить фазовый анализ выделений, снимая электронограммы в обычном режиме и в режиме микродифракции.

Существует много способов приготовления реплики с извлечением. В данной работе предлагается изготовить ее по двухступенчатой методике. Для этого нужно выполнить следующие операции:

1) подготовить шлиф и протравить его (использовать травитель, который травит матрицу и не воздействует на частицы той фазы, которую нужно экстрагировать).

2) на поверхность горючей рентгеновской пленки, очищенную от эмульсии, нанести каплю ацетона; дождаться размягчения пленки;

3) прижать размягченную пленку к поверхности шлифа и дать ей высохнуть. Высохнув, пленка оторвется от шлифа и оторвет частицы второй фазы. Это реплика «первой ступени»;

4) поместить реплику в вакуумную камеру и нанести на нее углеродную пленку;

5) рентгеновскую пленку растворить в ацетоне, а угольную с закрепленными в ней частицами выловить на предметную сетку. Это будет «двухступенчатая реплика с извлеченными частицами».

Если проводят фазовый анализ, то реплику с извлечением не оттеняют металлом, чтобы не усложнять дифракционную картину.

Порядок выполнения работы: 1. Изготовить и оттенить лаковую реплику шлифа стали. Просмотреть ее в электронном микроскопе. В лабораторной тетради кратко описать методику изготовления и оттенения лаковых реплик, зарисовать рис. 48, 49, 50, заэскизировать

наблюдаемую микроскопическую картину и описать детали структуры.

2. Изготовить, оттенить и просмотреть в микроскопе углеродную реплику. Описать кратко методику изготовления, зарисовать рис. 52, дать эскиз микроскопической картины.

3. Изготовить двухступенчатую реплику с извлечением, просмотреть ее в микроскопе. Описать методику и наблюдаемое изображение.

Каждый из перечисленных пунктов требует больших затрат времени — около четырех часов, поэтому количество выполняемых студентами заданий определяется запасом учебного времени.

Вопросы для самопроверки: 1. Какую информацию об образце можно получить методом реплик?

2. Какие требования предъявляют к материалу реплик и оттеняющего металла?

3. Как по реплике определить высоту деталей рельефа образца?

4. Как изготавливают двухступенчатые реплики?

5. Какую информацию об образце дают реплики с извлечением?

Литература: [54], с. 118—136.

32. МЕТОД ЭЛЕКТРОЛИТИЧЕСКОГО УТОНЕНИЯ ОБРАЗЦОВ

Краткие общие и теоретические сведения. Кристаллические образцы, которые можно исследовать методом просвечивающей электронной микроскопии, должны быть тонкими (толщиной 50—100 нм) и иметь чистую, гладкую поверхность. Для изготовления тонкой фольги применяют два основных метода: 1) химическое, электрохимическое или механическое утонение массивного материала; 2) изготовление тонких пленок конденсацией их в вакууме.

Цель работы: 1. Ознакомиться с установками для электролитического полирования металлов и сплавов.

2. Освоить методику утонения металлической фольги до получения образцов, прозрачных для электронного пучка.

3. Изучить на электронном микроскопе особенности строения утоненных образцов.

Содержание работы. В данной лабораторной работе образцы утоняют электролитическим полированием — стационарным (рис. 53) или струйным (рис. 54). Электрический режим подбирают с помощью вольт-амперной характеристики полировального процесса (рис. 55). Оптимальному режиму утонения соответствует участок б—в на этой характеристике. При напряжениях ниже оптимального (участок а—б) растворятся наиболее химически активные точки на аноде — полируемая поверхность темнеет. В этом режиме выполняют травление образца. При большем напряжении (участок в—г) осуществляется режим полирования, но в этом случае выделяется большое количество пузырьков газа, что приводит к появлению каверн на образце — так называемой питтинг-коррозии. Во время полирования нужно непрерывно следить за состоянием образца. В тот момент когда в нем возникает отверстие, следует быстро вынуть образец и промыть его в метиловом спирте. Хранить образцы нужно тоже в метиловом спирте.

Струйное полирование имеет ряд преимуществ по сравнению со стационарным. Главным из них является непрерывное омывание образца

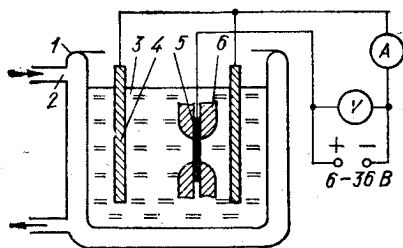


Рис. 53. Схема установки для стационарного электрополирования:

1 — стеклянная ванна с полыми стенками для циркуляции воды, охлаждающей электролит; 2 — патрубок для подачи воды; 3 — электролит; 4 — катоды (пластины из нержавеющей стали); 5 — анод (утоняемая фольга); 6 — защитные пластинки из фторопласта

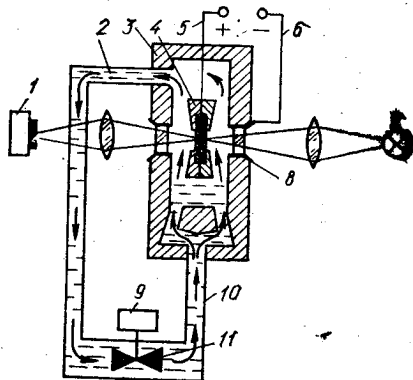


Рис. 54. Функциональная схема прибора для получения тонкой металлической фольги (ПТФ):

1 — фотоэлемент; 2 — патрубок для отвода электролита; 3 — кислотостойкий корпус полировочной ванны; 4 — фторопластовый держатель, внутри которого зажата утоняемая фольга; 5 — провод, контактирующий с образцом; 6 — провод, контактирующий с металлическими гайками; 7 — электролампа; 8 — гайка со стеклянным окном; 9 — мотор насоса; 10 — подводящий патрубок; 11 — насос с крыльчаткой

(анода) свежими порциями электролита. Благодаря этому образец не перегревается, как при стационарном полировании, и режим стабилизируется. Кроме того, струя сбивает с поверхности образца образующиеся продукты окисления, что предотвращает разъедание его и особенно питтинг-коррозию.

Для выполнения лабораторной работы рекомендуется использовать фольгу толщиной не более 0,1 мм из легко полирующихся материалов, например из никеля или нержавеющей стали. Если исходный образец оказывается толстым, его доводят шлифовкой на наждачной бумаге до толщины около 0,1 мм.

Порядок выполнения работы: 1. Приготовить электролит следующего состава: 430 см³ концентрированной ортофосфорной кислоты H₃PO₄; 50 г хромового ангидрида CrO₃.

2. Подготовить фольгу никеля или нержавеющей стали для полирования: очистить ее поверхность спиртом для удаления жировых загрязнений. Поместить фольгу в держатель, предохраняющий края образца от растворения во времени полирования.

3. Отполировать фольгу 5—10 мин на установке стационарного типа в режиме, отвечающем участку б—в вольт-амперной характеристики (рис. 55). Если режим выбран правильно, поверхность образца будет зеркальной. Время от времени образец вынимать из электролита и осматривать. Полирование вести до появления первого едва заметного на просвет отверстия.

4. Утонить фольгу на установке для струйного полирования (см. рис. 54). В этой установке полирование прерывается автоматически

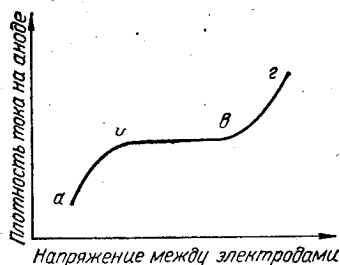


Рис. 55. Вольт-амперная характеристика полировального процесса

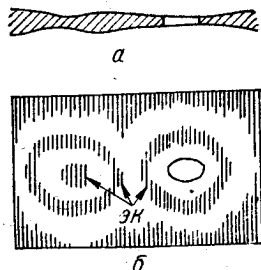


Рис. 56. Электролитически утоненный образец: а — поперечное сечение; б — эскиз электронно-микроскопического снимка

в тот момент, когда в фольге появляется мельчайшее отверстие и свет от электролампы попадает на фотоэлемент.

5. Зарисовать в лабораторной тетради схемы установок для стационарного и струйного полирования (рис. 53, 54). Записать состав электролита. Зарисовать вольт-амперную характеристику (рис. 55).

6. Полученные образцы просмотреть в электронном микроскопе. На электролитически утоненных образцах нет протяженных плоскопараллельных участков. В общем случае их поверхность оказывается волнистой, а толщина образца — переменной (рис. 56, а). Пресвечивать электронами можно только те места образца, которые располагаются вблизи отверстия. Из-за переменной толщины образца на его изображении, как правило, есть толщинные экстинкционные контуры (рис. 56, б — ЭК).

Просмотрев образцы в электронном микроскопе, заэскизировать те изображения, которые видны на экране, и описать особенности их строения (по аналогии с рис. 56).

Вопросы для самопроверки: 1. Каковы требования к утоненным образцам, пригодным для просвечивания в электронном микроскопе? Какими способами можно получить такие образцы?

2. Как осуществляется электрополирование в стационарном и струйном вариантах?

3. Дать анализ вольт-амперной характеристики полирующего раствора.

4. Что такое толщинные экстинкционные контуры? Какую форму они должны иметь: на клиновидном участке образца, на коническом углублении, на фигуре травления в виде четырехгранной пирамиды?

Литература: [54], с. 44—66.

33. КРИСТАЛЛОГРАФИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ЭЛЕКТРОННО-МИКРОСКОПИЧЕСКИХ СНИМКОВ

Краткие и общие теоретические сведения. Методами электронной микроскопии устанавливают, например, кристаллографическую ориентацию образца, ориентационные соотношения внутри объекта, определяют индексы Миллера характерных направлений (дислокаций и их векторов Бюргерса) и плоскостей (дефектов упаковки, междолинитных границ).

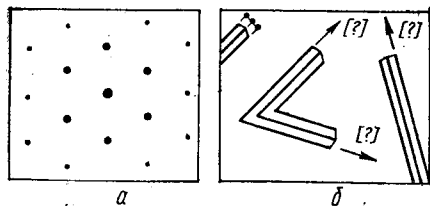


Рис. 57. Эскизы микродифракционной картины (а) и микрофотографического снимка (б) для образца из нержавеющей стали с дефектами упаковки

Для решения перечисленных и им подобных задач получают микроснимки и микроэлектронограммы одного и того же участка образца в различных дифракционных условиях (для этих съемок используют гониометрический столик). Затем электронограммы расшифровывают и установленные по ним направления переносят на соответствующие снимки.

Цель работы: 1. Определить ориентацию исследуемого участка кристаллического образца.

2. Нанести и проиндексировать основные кристаллографические направления на снимке.

3. Совместно проанализировать электронограммы и микрофотографические изображения для их расшифровки.

Содержание работы. Используют готовые комплекты микрофотографических изображений и микродифракционных картин. В ходе работы выполняют 4 задания:

1. *Ориентацию участка кристалла* определяют по микроэлектронограмме и микрофотографическому снимку образца из утоненной фольги нержавеющей стали (рис. 57); кристаллическая решетка ее — г. ц. к. Для этого индексируют электронограмму, пользуясь сечениями обратной решетки (рис. 58). В общем случае таким способом будет найдена ориентировка кристалла относительно направления электронного пучка. В частном случае, когда пучок перпендикулярен к поверхности фольги, находят ориентацию плоскости фольги.

2. Используя снимок образца из нержавеющей стали (см. рис. 57, б), где есть изображения дефектов упаковки, нужно найти индексы кристаллографических направлений (отмечены на рисунке стрелками и вопросительными знаками). Эти направления представляют собой следы пересечения плоскостей дефектов упаковки с поверхностью фольги. Принять, что снимок выполнен на микроскопе УЭМБ-100 при 75 кВ и токе промежуточной линзы $I_n = 140$ мА. Взаимное расположение микрофотографического изображения и микроэлектронограммы такое,

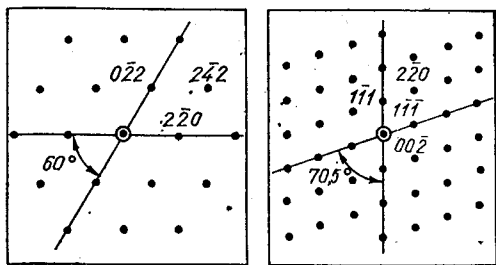


Рис. 58. Сечения обратной решетки г. ц. к.-кристалла плоскостями (111) — (а) и (110) — (б)

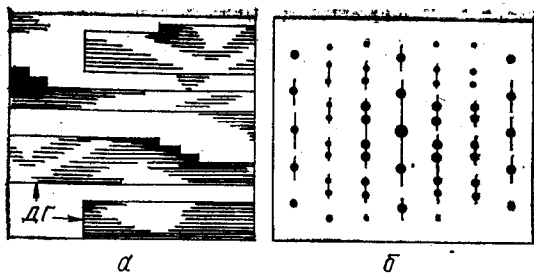


Рис. 59. Эскизы электронно-микроскопического снимка (а) и электронограммы (б) образца с плоскостными двойниковыми прослойками; поворот изображения скомпенсирован; все двойниковые границы (ДГ) перпендикулярны к плоскости снимка

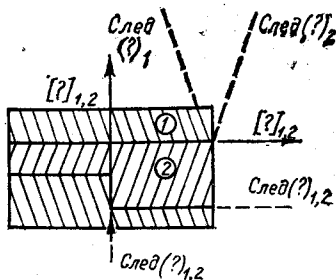


Рис. 60. Схема расположения границ двойниковых прослоек и зеркально симметричных плоскостей внутри них

каким мы его видим на экране микроскопа, т. е. изображение повернуто относительно микроэлектронограммы против часовой стрелки на угол φ , который можно найти по графику углов поворота (см. работу 30).

3. Заданы снимок образца, в котором имеется серия плоскостных двойниковых прослоек, и соответствующая микроэлектронограмма (рис. 59). Структура, представленная на рис. 59, а, типична для кристаллов с г. ц. к.-решеткой и низкой энергией дефекта упаковки (аустенит, медь, серебро, золото). Двойниковые прослойки формируются в процессе отжига или вырастают в эпитаксиальных пленках.

С помощью электронограммы нужно *проецировать направления и следы плоскостей*, отмеченных вопросительными знаками на схеме рис. 60. Снимок и микроэлектронограмма расположены взаимно так, что угол поворота изображения уже скомпенсирован; плоскость снимка — (110).

4. *Расшифровать муаровую картину* от двухслойной эпитаксиальной пленки PbTe/PbS, используя снимок островковой двухслойной эпитаксиальной пленки PbTe/PbS (рис. 61). Пленка ориентирована плоскостью (001) параллельно плоскости снимка. Кристаллы ограничены плоскостями типа (100) и (010).

Порядок выполнения работы: 1. Определить ориентацию участка кристалла, используя микроэлектронограмму и снимок образца (см. рис. 57). Для этого проиндицировать электронограмму с помощью сечений обратной решетки (см. рис. 58). Перенести электронограмму на кальку и отметить индексы нескольких рефлексов.

2. Найти индексы кристаллографических направлений. Перенести на кальку рис. 57, б. Записать, как проводилось индирование.

3. Проецировать направления и следы плоскостей. Для этого построить электронограмму сдвойнированного кристалла: перенести на кальку сечение (110) обратной решетки г. ц. к.-кристалла (см. рис. 58) и отметить на нем кристаллографические направления $[1\bar{1}1]$

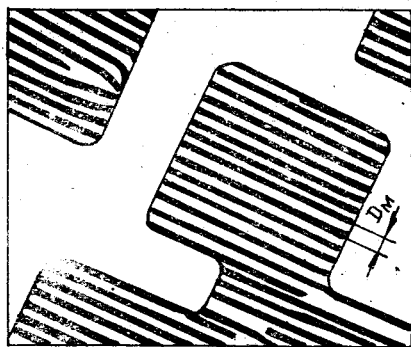


Рис. 61. Эскиз снимка двухслойной эпитаксиальной пленки PbTe/PbS с муаровыми полосами; увеличение — 500 тыс.

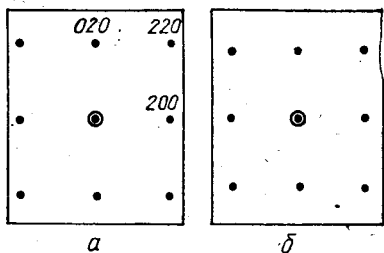


Рис. 62. Сечения $T(001)$ обратных решеток PbTe (а) и PbS (б)

и $[1\bar{1}\bar{1}]$. Это будет схема расположения рефлексов от первой двойниковой ориентации. Затем, вращая кальку на рисунке обратной решетки относительно нулевого рефлекса, добиться такого положения, чтобы рефлекс $(1\bar{1}\bar{1})$ на кальке совпал с рефлексом $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ на рисунке обратной решетки. Это даст расположение рефлексов от второй двойниковой позиции. Переснять рефлексы второй позиции на кальку, используя значки другой по сравнению с первой формы или цвета; проиндцировать несколько рефлексов второй ориентации. Сопоставить полученную «сдвойникованную» обратную решетку с электронограммой на рис. 59, б и убедиться в их идентичности.

Расположить кальку относительно схемы рис. 60 в такой же позиции, как расположена электронограмма рис. 59, б относительно микроскопического снимка. Найти индексы указанных на схеме направлений и следов плоскостей. В лабораторной тетради зарисовать схему рис. 60, приклеить рядом с ней кальку в нужной позиции. Пояснить происхождение «тяжей» на электронограмме (см. рис. 59, б).

4. Расшифровать муаровую картину от двухслойной эпитаксиальной пленки PbTe/PbS. Для этого построить теоретическую электронограмму двухслойной пленки PbTe/PbS с рефлексами двойной дифракции; при этом использовать сечения (001) обратных решеток PbTe и PbS (рис. 62). Порядок построения: переснять на кальку сечение обратной решетки PbTe; перенести кальку на сечение обратной решетки

Таблица 34

hkl	200	220	400	420
d_{PbTe}				
d_{Pb}				
$D_{(hkl)}$				

PbS, совместив центры и соблюдая параллельность направлений; отметить новыми значками или другим цветом рефлексы PbS. Построить рефлексы двойной дифракции, для чего, например, рефлекс (200) PbTe на кальке поместить в центр обратной решетки PbS и в таком положении нанести дополнительные позиции рефлексов PbS.

Расчитать возможные периоды

$D_{(hkl)}$ параллельного муара для двухслойного образца PbTe/PbS по формуле $D_m = d_{PbTe} d_{PbS} / |d_{PbTe} - d_{PbS}|$. Решетки PbTe и PbS — кубические, типа каменной соли, с параметрами $a_{PbTe} = 0,645$ нм; $a_{PbS} = 0,593$ нм. Результаты расчетов занести в табл. 34.

Используя кристаллографические характеристики рис. 61 и увеличение (500 тыс.), определить индексы отражений, которые могли дать анализируемую муаровую картину. Указать на кальке примеры пар рефлексов, интерференция которых создает муаровые полосы. В лабораторной тетради привести эскиз рис. 61 и построенную электронограмму.

Вопросы для самопроверки: 1. Как переносят кристаллографические направления с микроэлектронограммы на микроскопический снимок?

2. Как с помощью микроэлектронограммы найти индексы плоскости залегания дефекта, если эта плоскость перпендикулярна к снимку и изображается на нем прямой линией?

3. За счет чего появляются «тяжи» (размытия рефлексов) на электронограммах и как они ориентированы?

4. Как построить теоретическую электронограмму с рефлексами двойной дифракции?

5. Как связана геометрия муаровой картины с расположением рефлексов двойной дифракции на электронограмме?

Список литературы: [80], с. 153—160; с. 461—471; [84], с. 362—370.

34. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЕКТОРА БЮРГЕРСА И ИЗМЕРЕНИЕ ПЛОТНОСТИ ДИСЛОКАЦИЙ НА ЭЛЕКТРОННО-МИКРОСКОПИЧЕСКИХ СНИМКАХ

Краткие общие и теоретические сведения. Наиболее распространена методика, использующая условие погасания контраста дислокации:

$n = \vec{g} \vec{b} = 0$, где n — порядок изображения дислокации; $\vec{g}$ — дифракционный вектор; $\vec{b}$ — вектор Бюргерса. Это условие справедливо для двухлучевого приближения, когда интенсивными оказываются только два электронных луча — прямой и один дифрагировавший.

Чтобы найти направление вектора Бюргерса, нужно сделать серию снимков одного и того же участка кристалла при различных наклонах кристалла относительно электронного пучка, т. е. при различных отражениях $\vec{g}$.

Достигается это с помощью гониометра. Нужно получить такую серию снимков, чтобы на одних из них дислокация была видна, а на других происходило погасание контраста. Тогда, используя условие $\vec{g} \vec{b} = 0$ и учитывая, что изображение дислокации присутствует

на снимке при $\vec{g} \vec{b} \neq 0$, можно найти индексы направления вектора Бюргерса. Во многих случаях изображение дислокации исчезает не полностью — на снимке наблюдается слабый «остаточный» контраст.

Условие $\vec{g} \vec{b} = 0$ для краевых дислокаций справедливо только в частных случаях. В полном виде оно записывается так: $\vec{g} [\vec{b} \times \vec{u}] = 0$, где $\vec{u}$ — единичный вектор касательной к линии дислокации.

Из условия $\vec{g} \vec{b} = 0$ можно найти только направление вектора Бюргерса (с точностью до 180°-го поворота). Абсолютную величину вектора

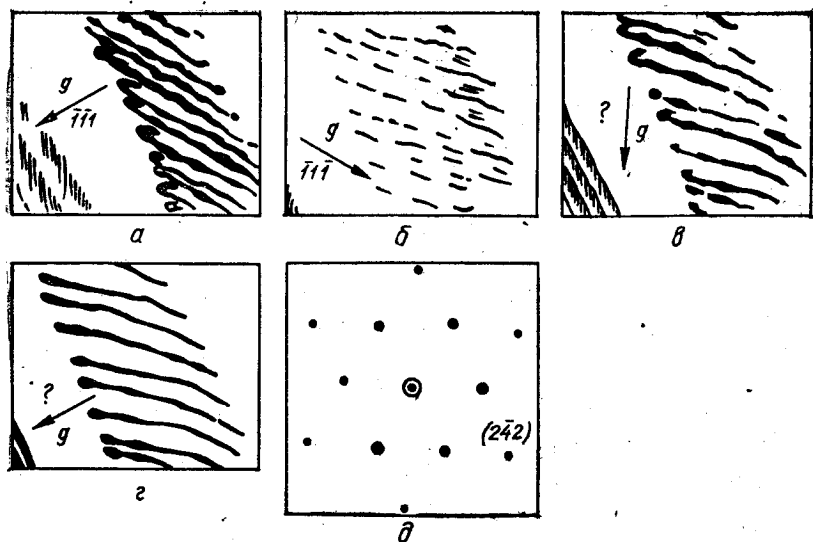


Рис. 63. Эскизы снимков дислокационной стенки в кристалле германия (а — е) и микродифракция образца (д); электронограмма относится только к снимкам в, г; поворот изображения скомпенсирован

Бюргерса вычисляют из кристаллографических соображений или определяют экспериментально по особым методикам [80, 84, 91].

Цель работы: 1. Освоить методические приемы определения вектора Бюргерса для дислокаций по погасанию дифракционного контраста. 2. Овладеть техникой подсчета плотности дислокаций на электронномикроскопических снимках.

Содержание работы. Чтобы определить вектор Бюргерса дислокаций, изготавливают на микроскопе серию снимков кристаллов с дислокациями. Съемку ведут в различных дифракционных условиях, в том числе в таких, когда изображения дислокаций исчезают. Можно использовать и готовые комплекты микроскопических снимков и электронограмм [91].

По снимкам с погасанием контраста находят направление вектора Бюргерса. В данной работе предлагается проанализировать рис. 63 — снимки одного и того же участка кристалла германия, содержащего дислокационную стенку из однотипных дислокаций. Снимки выполнены при различных действующих отражениях $\vec{g}$, что достигалось наклоном образца в гониометре. Для снимков рис. 63, а, б направления и индексы вектора $\vec{g}$ приведены, на снимках рис. 63, в, г начерчены лишь направления вектора $\vec{g}$.

Подсчитывают линейную плотность дислокаций на электронномикроскопическом снимке (рис. 64). При этом учитывают масштаб, показанный на рис. 64. Плотность дислокаций $\rho_{\text{лин}} = 1/h \text{ см}^{-1}$. Зная $\rho_{\text{лин}}$, можно найти угол θ поворота кристаллической решетки на малоугловой границе, так как $\theta \approx |\vec{b}|/h = |\vec{b}| \rho_{\text{лин}}$.

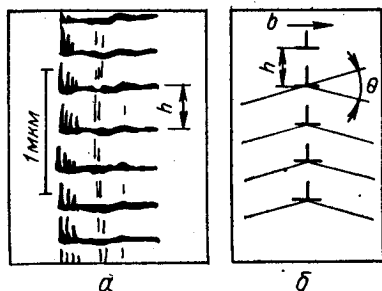


Рис. 64. Эскиз электронно-микроскопического снимка с дислокационной стенкой из краевых дислокаций (а) и модель малоугловой границы наклона (б)

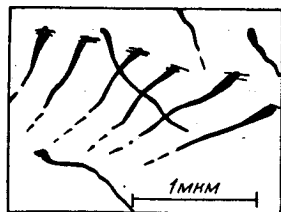


Рис. 65. Эскиз снимка кристалла с малой плотностью дислокаций

Находят двумерную плотность дислокаций по снимку с малой плотностью дислокаций (рис. 65). Плотность считается малой, если на снимке можно различить линии отдельных дислокаций и если удастся отметить их выходы на верхнюю и нижнюю поверхности фольги. На снимке рисуют прямоугольник со сторонами L_1 и L_2 и подсчитывают число выходов дислокаций n на обе поверхности образца. Тогда $\rho = nM^2/2L_1L_2$, где M — увеличение снимка. Такой способ подсчета плотности дислокаций пригоден для ее значений 10^7 – 10^9 см $^{-2}$.

Рассчитывают плотность дислокаций по снимку со сложным дислокационным скоплением (рис. 66). В этом случае плотность дислокаций, ρ см $^{-2}$ находят методом секущих. Для этого на снимок накладывают прозрачную сетку прямых линий и подсчитывают число пересечений N дислокационных линий с линиями сетки (рис. 66). Плотность дислокаций определяют по формуле $\rho = 2NM/tL_s$, где M — увеличение; t — толщина образца; L_s — суммарная длина всех линий накладываемой сетки. Приведенная формула получена методами статистического анализа; плотность дислокаций в ней вычисляется как длина всех дислокационных линий, находящихся в единице объема.

На рис. 66 нанесена сетка, длина линий которой равна 40 см. Число пересечений линий сетки с дислокациями равно 55. Пусть толщина фольги задана и составляет 100 нм, а увеличение — 30 000.

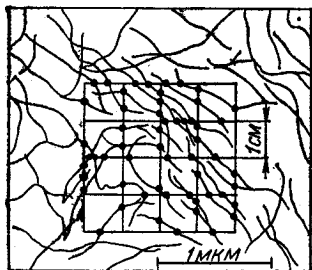


Рис. 66. К вычислению плотности дислокаций методом секущих

Таблица 35

$\vec{b}$	$\vec{g}$			
	$\bar{1}\bar{1}\bar{1}$	$\bar{1}\bar{1}\bar{1}$	$22\bar{1}$	$4\bar{2}\bar{2}$
$(1/2) [110]$				
$(1/2) [101]$				
$(1/2) [011]$				

Порядок выполнения работы: 1. Изготовить на микроскопе серию снимков кристаллов с дислокациями.

2. Найти направление вектора Бюргерса дислокации, используя снимки с погасанием контраста (см. рис. 63).

Проанализировать снимки в такой последовательности. Для рис. 63, в, г найти индексы действующих отражений $\vec{g}$ с помощью микродифрактограммы, представленной на рис. 63, д. Угол поворота изображения скомпенсирован. Проиндицировать электронограмму с помощью рис. 58; азимутальная ориентация электронограммы задана положением рефлекса ($2\bar{4}2$) на рис. 63, д.

Принять, что погасание контраста на дислокациях имеет место для рис. 63, б (отдельные черточки на снимке — так называемый «остаточный» контраст изображений дислокаций). Предположить, что дислокации имеют типичный для г. ц. к.-решетки вектор Бюргерса типа $(\frac{1}{2})$ $[110]$. Подсчитать возможные значения $n = \vec{g}\vec{b}$ для дифракционных векторов, приведенных на рис. 63, и для значений $\vec{b}$, указанных в табл. 35. Заполнить табл. 35. Найти индексы направления вектора Бюргерса, т. е. выбрать то из трех представленных в табл. 35 значений $\vec{b}$, которое удовлетворяет виду контраста на всех четырех снимках рис. 63, а—г.

Переснять на кальку рис. 63, а, д и подклеить в лабораторную тетрадь. Оформить табл. 35. Записать кратко, как был найден вектор Бюргерса.

3. Подсчитать на электронно-микроскопическом снимке (см. рис. 64) линейную плотность дислокаций $\rho_{\text{лин}}$ см⁻¹ по приведенной ранее формуле. Сделать предположение, что снимок относится к кристаллу вольфрама, параметр решетки которого $a = 0,316$ нм и типичный вектор Бюргерса дислокации $\vec{b} = \frac{1}{2} [111]$. Подсчитать θ в радианах и градусах. В лабораторную тетрадь занести эскиз рис. 64 и результаты расчетов.

4. Подсчитать двумерную плотность дислокаций по снимку с малой плотностью дислокаций (см. рис. 65), пользуясь приведенной методикой. В лабораторной тетради привести эскиз рис. 65, записать расчетную формулу и результаты подсчета.

5. Рассчитать плотность дислокаций по снимку со сложным дислокационным скоплением (см. рис. 66). Занести в лабораторную тетрадь эскиз рис. 66, записать расчетную формулу и результаты расчета.

Вопросы для самопроверки: 1. Каково условие погасания контраста на дислокациях?

2. Как определить направление вектора Бюргерса дислокации, используя условие погасания контраста?

3. Как получить снимок в двухлучевом приближении и при заданном дифракционном векторе?

4. Все ли дислокации, имеющиеся в кристалле, видны на снимке, снятом в произвольных условиях?

5. Каковы способы подсчета дислокаций на электронно-микроскопических снимках?

Литература: [91], с. 181—198; 424—425.

Часть II. ФИЗИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ТВЕРДЫХ ТЕЛ И СПЕКТРОМЕТРИЯ

Раздел 4. ТЕПЛОВЫЕ СВОЙСТВА

Теплопроводность, теплоемкость, тепловое расширение — фундаментальные характеристики твердого тела. Изучать их необходимо для решения научных и прикладных задач. В настоящее время накоплен обширный материал по тепловым свойствам и многочисленным методам исследования. Поэтому в разделе излагаются лишь общие принципы методов.

Теплопроводность. Перенос тепла в твердых телах при стационарных (нестационарных) условиях описывается коэффициентом теплопроводности (температуропроводности), который в общем случае является тензором второго ранга. Коэффициент теплопроводности (температуропроводности) определяется из уравнения теплопроводности для данной модели.

В основе методов исследования переноса тепла лежат данные о количестве энергии, сообщаемой телу, и о пространственно-временном распределении температуры в твердом теле. Известное многообразие методов отражает по существу геометрию исследуемых объектов, способ подвода тепла, учет тепловых потерь, методы регистрации температуры и т. п. По теплопроводности твердые тела могут отличаться более чем на 6 порядков, поэтому ясно, что нет метода, который можно было бы рекомендовать как универсальный. По данным анализа национального бюро стандартов США около 80% исследований выполнено методом линейного теплового потока. При этом, как правило, к телу подводится джоулева энергия, которую можно определить с высокой точностью по данным электрических измерений.

Теплоемкость. Удельная теплоемкость твердых тел — скалярная величина, определяемая как теплоемкость единицы массы однородного вещества. Экспериментально теплоемкость измеряют при постоянном давлении. При этом регистрируют сообщаемую телу энергию и соответствующие изменения температуры. Тепловые потери сводят к минимуму адиабатическими условиями или импульсным нагревом. Рассчитывают теплоемкость из уравнения теплового баланса.

Измерение теплоемкости твердых тел представляет не только самостоятельный интерес, но и позволяет изучать многие вопросы кинетики фазовых превращений. Примером может служить метод непрерывного нагрева (метод Сайкса).

Тепловое расширение. Благодаря ангармонизму сил, действующих между атомами в твердом теле, при изменении температуры его линейные размеры изменяются. Описывается тепловое расширение коэффи-

циентом линейного α или объемного β расширения:

$$\alpha = (1/l) (dl/dT); \quad \beta = (1/V) (dV/dT),$$

где dl и dV — соответственно изменение длины и объема тела при изменении температуры на dT .

Как физическое свойство, тепловое расширение описывается в общем случае тензором второго ранга. Например, для ромбоэдрического монокристалла нужно знать главные коэффициенты теплового расширения $\alpha_a, \alpha_b, \alpha_c$ вдоль осей a, b и c ; тепловое расширение монокристаллов с кубической решеткой и поликристаллических образцов — скалярная величина.

Исследуя тепловое расширение, измеряют изменение длины (объема) или расстояний между атомными плоскостями (рентгенографический, электронографический методы) при заданном изменении температуры. Абсолютное большинство методов основано на том, что изменение длины образца преобразуется в некоторый удобно регистрируемый физический параметр, который значительно, и как правило линейно, зависит от удлинения образца. Это такие параметры, как, например, сдвиг интерференционного максимума и положения «зайчика» отраженных лучей в оптических методах или емкость, индуктивность, частота в радиотехнических.

В практике академических и прикладных исследований широко применяются оптические dilatометры — приборы для исследований теплового расширения твердых тел. Это обусловлено прежде всего большим интервалом исследования (от 10^3 К до температур конденсации азота и даже водорода), достаточной чувствительностью, сравнительной простотой конструкции и доступностью.

35. ИЗМЕРЕНИЕ КОЭФФИЦИЕНТА ТЕПЛОПРОВОДНОСТИ МЕТАЛЛОВ

Краткие общие и теоретические сведения. Тепловые свойства различных металлов и сплавов (теплопроводность, теплоемкость, температуропроводность и т. п.) значительно зависят от химического состава, величины зерна, а также от механической и термической обработки, которым подвергался исследуемый сплав. Сильно влияет на коэффициент теплопроводности сплава наличие различных примесей, в том числе и легирующих элементов, особенно если эти примеси образуют твердые растворы с основным компонентом. Влияние примесей приводит к тому, что даже для чистых металлов коэффициент теплопроводности колеблется в достаточно широких пределах. Еще большие колебания наблюдаются для высоколегированных теплоустойчивых и других сплавов, используемых в промышленности. В то же время сплавы, применяемые в сложных конструкциях и работающие в условиях высоких температур, должны иметь совершенно определенные тепловые свойства, в том числе и коэффициент теплопроводности. По этой причине умение быстро и достаточно точно определить коэффициент теплопроводности имеет большое значение.

По характеру протекающих процессов методы измерения теплопроводности можно разделить на стационарные и нестационарные.

Единица	Fe	Al	Сталь		Латунь	Al + 4%Cu
			быстрорежущая отпущенная	теплоустойчивая аустенитного класса		
Вт/(м · К)	46—71	217	27—33	10—14	79	138—142

нарные, по способу измерения — на абсолютные, относительные и косвенные. В каждом конкретном случае метод измерения выбирают в зависимости от условий работы сплава. Следует иметь в виду, что коэффициент теплопроводности — функция температуры, поэтому, как правило, измерения проводят в том же интервале температур, в котором используется данный материал.

Для измерения коэффициента теплопроводности чаще всего применяют стационарные методы, при которых распределение температур в образце зависит только от координат точки.

В общем случае коэффициент теплопроводности вычисляют на основе закона Фурье, согласно которому количество энергии (обычно называемое «количество теплоты») dQ , переносимое за время dt через площадку dS внутри тела, нормальную к линии l , вдоль которой течет поток энергии, пропорционально времени dt , площадке dS и температурному градиенту вдоль линии l , а именно dT/dl :

$$dQ = \lambda (dT/dl) dS dt. \quad (1)$$

Коэффициент пропорциональности λ называется коэффициентом теплопроводности. Измеряют его в ваттах на метр-кельвин [Вт/(м · К)]. Ватт на метр-кельвин — это теплопроводность вещества, в котором при стационарном режиме с поверхностной плотностью теплового потока 1 Вт/м^2 устанавливается температурный градиент 1 К/м . В табл. 36 приведены значения коэффициентов теплопроводности для некоторых металлов и сплавов.

Цель работы: ознакомиться с установкой и стационарным методом определения коэффициента теплопроводности металлов.

Содержание работы. Измерения выполняют на установке, обеспечивающей адиабатический нагрев образца. В верхней его части (рис. 67) помещают нагреватель 3 из нихромовой спирали, нижняя часть образца охлаждается проточной водой при помощи холодильника 6. При включении нагрева нихромовой спирали температура верхнего конца образца повышается, а нижнего остается постоянной. Повышение температуры верхнего конца прекратится, когда установится равновесие между количеством теплоты, отдаваемым нагревателем, и количеством теплоты, уходящим по образцу вследствие его теплопроводности. Вдоль образца установится постоянное распределение температур, а следовательно, стационарный режим теплового потока от верхнего конца образца к нижнему. Чтобы уменьшить тепловые потери через боковые поверхности в верхнюю часть прибора, образец с нагревателем и холодильником помещают в охранный цилиндр, верхняя часть которого

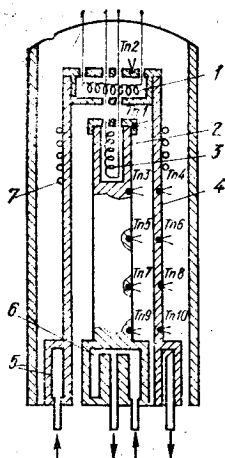


Рис. 67. Схема измерительной установки:
1, 3 — нагреватель; 2 — образец; 4 — охранный цилиндр; 5, 6 — холодильник; 7 — дополнительная нагревательная обмотка

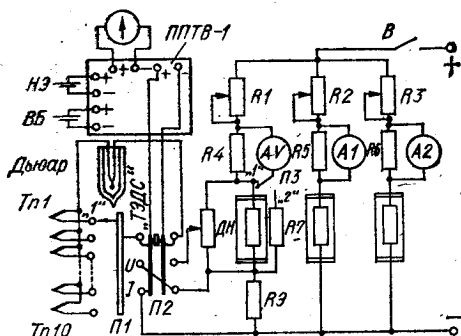


Рис. 68. Электрическая схема прибора для измерения теплопроводности:

R_1, R_2, R_3 — реостат нагрева образца, охрannого цилиндра и крышки охрannого цилиндра соответственно; ППТВ-1 — потенциометр; ВБ — вспомогательная батарея; НЗ — нормальный элемент; R_4, R_5, R_6 — шунты в цепях приборов А1, А2 соответственно; R_7 — добавочное сопротивление к А1

обогревается нагревателем 1, а нижняя охлаждается проточной водой с помощью холодильника 5. В эксперименте подбирают такую мощность нагревателя 1, при которой устанавливается одинаковое распределение температур вдоль образца и вдоль охрannого цилиндра и значительно уменьшается теплообмен образца с внешней средой помимо холодильника. Для измерения температур в образец и охранный цилиндр вмонтировано по пять термодатчиков $Tn_1 - Tn_{10}$, попарно расположенных на одинаковых уровнях (рис. 67 и 68). Нагреваемая крышка охрannого цилиндра служит для устранения потерь тепла через верхний торец образца. Для выравнивания температур на образце и на охрannом цилиндре имеется дополнительная нагревательная обмотка.

Поскольку образец имеет постоянное по длине сечение, теплообмен через боковые поверхности исключается и режим теплового потока стационарный, то формулу (1) можно применить в следующем виде:

$$Q = \lambda (\Delta T / \Delta l) S t, \quad (2)$$

где Q — количество теплоты, переносимое через поперечное сечение образца с площадью S за время t , если температурный градиент на длине Δl образца составляет ΔT К.

Количество теплоты, протекающей через сечение образца, равно количеству теплоты, выделяющейся в нагревателе образца, и может быть определено по закону Джоуля — Ленца:

$$Q = 0,24 I U t, \quad (3)$$

где I и U — ток и напряжение в нагревателе 3; t — время нагрева. В результате коэффициент теплопроводности

$$\lambda = 0,24 I U \Delta l / S \Delta T. \quad (4)$$

Следовательно, для определения коэффициента теплопроводности испытуемого металла нужно измерить следующее: сечение образца S ; расстояние Δl между точками присоединения соседних термопар; температуру T в точках присоединения соседних термопар; ток через нагреватель образца; напряжение на нагревателе образца. Термо-э.д.с., развиваемую термопарами, напряжение U и ток I точно измеряют компенсационным методом с помощью потенциометра ППТВ-1.

Порядок выполнения работы: 1. Проверить исходное положение переключателей на установке. Должно быть: B — в положении «выключено», $P1$ — в положении «1», $P2$ — в положении «ТЭДС», $P3$ — в положении «1».

2. Включить освещение гальванометра и заметить положение его нуля. *Потенциометр включать только непосредственно на время проведения измерения!*

3. Включить водяное охлаждение образца, а также и охранный цилиндра.

4. Подать питание на установку выключателем B и главным рубильником. По приборам AV ; $A1$; $A2$ проверить величины токов, питающих нагреватели. Они должны быть такими: AV — $\approx 0,7$ А; $A1$ — $\approx 3,0$ А; $A2$ — $\approx 0,5$ А. Переключатель $P3$ перевести в положение «2» и измерить напряжение питания нагревателя образца. Оно должно быть около 30 В.

5. Подготовить потенциометр к работе.

6. Через 20—25 мин после включения нагревателей включить потенциометр и по показаниям гальванометра определить, установился ли стационарный режим в образце. В установившемся режиме показания гальванометра на протяжении 1—2 мин должны оставаться постоянными при включении потенциометра на любую термопару $Tn1$ — $Tn10$.

7. При установившемся стационарном режиме измерить термо-э.д.с. всех термопар. Показания термопар на образце и на охранный цилиндре, попарно находящиеся на одном уровне ($Tn3$ и $Tn4$ и т. д.), не должны сильно отличаться друг от друга ($\Delta U \leq 0,1$ мВ).

8. Проверить, выключен ли потенциометр. Поставить переключатель $P2$ в положение «1» для измерения тока.

9. По показанию прибора AV ориентировочно определить ток в нагревателе образца. Поскольку этот же ток проходит по эталонному сопротивлению $RЭ$, вычислить падение напряжения на сопротивлении $RЭ = 1$ Ом и установить его на потенциометре. Включить потенциометр, измерить точно падение напряжения на $RЭ$ и вычислить величину тока I .

10. Проверить, выключен ли потенциометр. Поставить переключатель $P2$ в положение « U » для измерения напряжения на нагревателе образца. Переключатель $P3$ перевести в положение «2» и по прибору AV ориентировочно определить напряжение на нагревателе образца. Учитывая делитель напряжения $ДН$, установить соответствующее напряжение на потенциометре. Включив потенциометр, измерить напряжение точно. Вычислить напряжение на нагревателе образца.

Таблица 37

№ измерения	1	2	3	...	9	10
Термо-э.д.с., мВ						
ТК						
АТК						

11. Убедившись в правильности проведенных измерений, выключить установку. Поставить переключатели в исходное положение. Результаты измерений обработать следующим образом:

1. По градуировочному графику определить температуры в точках крепления термопар к образцу (температуры всех нечетных термопар). Вычислить величину ΔT как разность в показаниях соседних нечетных термопар, исключая первую, т. е. $T_{n3}-T_{n5}$, $T_{n5}-T_{n7}$, $T_{n7}-T_{n9}$. Все результаты записать в табл. 37.

2. Найти коэффициент теплопроводности для трех значений ΔT , пользуясь тем, что диаметр образца 1,2 см, а расстояние между точками крепления термопар $\Delta l = 5$ см.

3. Подсчитать среднее значение коэффициента теплопроводности. При расчете количества теплоты, выделяющейся в нагревателе образца, следует ввести поправку, определенную из следующих соображений. Длина всей проволоки спирали образца $L = 1316$ мм. Два подводящих конца спирали, подключаемые к клеммам и выходящие из заточки в торце образца, в нагреве образца не участвуют. Их длина составляет в сумме 160 мм. Тепло, выделяемое на этих двух концах спирали, должно быть исключено из расчета.

Вопросы для самопроверки: 1. Какова единица коэффициента теплопроводности в СИ? Дайте ее определение.

2. Напишите формулу, используемую для вычисления λ . При каких условиях можно пользоваться этой формулой?

3. Каковы факторы, влияющие на величину λ ?

4. Каков характер зависимости λ от температуры?

Список литературы: [36], с. 204—229; [41], с. 45—64.

36. ИЗУЧЕНИЕ ФАЗОВЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ МЕТОДОМ ИЗМЕРЕНИЯ ТЕПЛОЕМКОСТИ

Краткие общие и теоретические сведения. Теплосодержание Q и теплоемкость $c_p = dQ/dt$ твердых тел — функции температуры нагрева. Они определенным образом изменяются при фазовых превращениях. При фазовых превращениях первого рода (рис. 69, а) имеется скачок Q .

В этих случаях $c_p = \infty$. При фазовых превращениях второго рода (рис. 69, б) в области температуры перехода наблюдается ускоренное возрастание Q и c_p достигает большой, но конечной величины.

На измерении теплосодержания и теплоемкости сплавов построен термический анализ диаграммы состояния, изучение явлений закалики, отпуска, упорядочения твердых растворов, перехода металлов

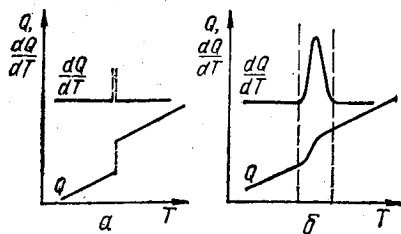
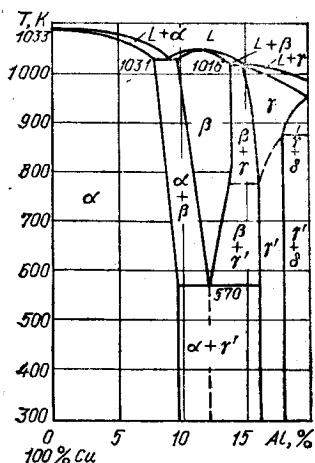


Рис. 69. Температурные зависимости Q и $\frac{dQ}{dT}$ при фазовых превращениях первого (а) и второго (б) рода

Рис. 70. Диаграмма состояния системы сплавов Cu—Al



из ферромагнитного в парамагнитное состояние и т. п. Этот метод дополняет другие. С его помощью можно проследить те изменения в металлах и сплавах, которые другими способами обнаруживаются с большим трудом.

Цель работы: 1. Ознакомиться с одним из методов определения удельной теплоемкости материалов и измерения тепловых эффектов при фазовых превращениях.

2. Исследовать эвтектичное превращение в сплаве 88% Cu — 12% Al (рис. 70) методом измерения теплоемкости.

Содержание работы. Существует несколько методов определения теплоемкости при высоких температурах. Одним из простых и удобных

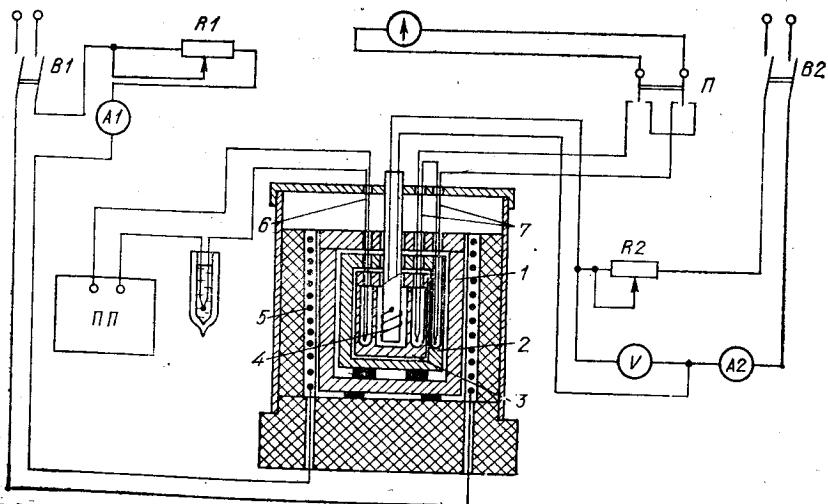


Рис. 71. Схема адиабатического высокотемпературного калориметра: 1, 2 — блоки для создания внешней температурной среды; 3 — образец; 4 — спирали; 5 — печь; 6 — термопара для измерения температуры образца; 7 — термопары для измерения разности температур между образцом и блоком

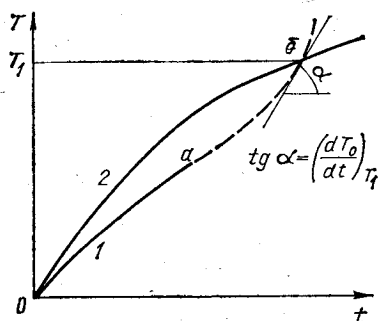


Рис. 72. Зависимость температуры образца (1) и блока (2) от времени нагрева

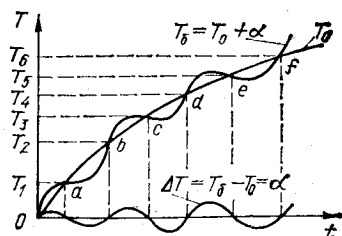


Рис. 73. Кривые нагрева образца (T_o) и блока (T_b) при определении теплоемкости

является описываемый далее метод, позволяющий определить теплоемкость при непрерывном изменении температуры.

В работе теплоемкость измеряют с помощью адиабатического высокотемпературного калориметра (рис. 71). При нагревании только печи температура образца отстает от температуры блока (рис. 72) из-за того, что образец получает тепло не непосредственно от печи, а через блок. Если же пропустить ток по спирали, помещенной внутри образца, то выделяющееся тепло станет дополнительно нагревать образец (точка a на кривой 1). Тогда в зависимости от силы тока кривая нагрева образца может пересечь кривую нагрева блока. В точке b пересечения этих кривых температуры блока T_b и образца T_o равны между собой: образец не получает и не отдает тепла блоку, т. е. образец находится в адиабатических условиях. Следовательно, в этот момент образец будет нагреваться только за счет тепла, выделяемого спиралью.

Для точек, где $T_o = T_b$, можно записать уравнение

$$mc_{pT} (dT_o/dt)_T = W, \quad (1)$$

где m — масса образца; $m = 41,65$ г; c_{pT} — удельная теплоемкость образца при данной температуре T , Дж/(кг · К); $(dT_o/dt)_T$ — скорость изменения температуры образца при температуре T ; W — мощность нагрева образца, Вт.

Из уравнения (1) следует, что при $T_o = T_b$

$$c_{pT} = W/m (dT_o/dt)_T. \quad (2)$$

Все величины правой части уравнения (2) либо известны, либо могут быть экспериментально определены.

Пользуясь описанным методом, можно определять теплоемкость при непрерывном изменении температуры. Для этого температуру блока нужно регулировать так, чтобы она то опережала температуру образца, то отставала от нее (рис. 73). Для всех точек $a — f$, где $T_o = T_b$, теплоемкость c_p вычисляют по формуле (2) при температурах $T_1 — T_6$. Величину dT_o/dt определяют графически как тангенс угла наклона касательной к кривой нагрева образца в точках $a — f$.

Таблица 38

Время, с	Показания гальванометра α , дел	Показания потенциометра, мВ	T_0 К

Таблица 39

$N_{\text{п/п}}$	T	$\frac{dT}{dt}$	c_p

Порядок выполнения работы: 1. Включить осветитель гальванометра, Заметить нулевое положение «зайчика» гальванометра, измеряющего разность температур между блоком и образцом.

2. Рубильником В2 включить спираль. Реостатом R2 установить ток нагрева $I_2 = 1,35$ А. Одновременно включить секундомер.

3. Рубильником В1 включить печь. Реостатом R1 установить ток нагрева $I_1 = 3,5$ А. В дальнейшем увеличивать ток не более чем до 4 А.

4. «Зайчик» гальванометра, показывающий разность температур $\Delta T = T_0 - T_6$, с нагревом образца отклоняется то влево, то вправо от нулевого положения.

Необходимо:

а) непрерывно с помощью потенциометра ПП измерять температуру образца, записывая показания в табл. 38 каждую минуту;

б) одновременно с T_0 записывать в табл. 38 показания гальванометра каждую минуту. Включая и выключая нагрев блока, регулировать его температуру так, чтобы «зайчик» гальванометра отклонялся от положения равновесия не более чем на 10—15 дел.;

в) измерения проводить до температуры 900 К (~ 25 мВ)*, на что потребуется около 90—100 мин.

5. Величины тока и напряжения, подаваемые на спираль нагрева образца, должны оставаться постоянными во время всего опыта.

6. Полученные результаты эксперимента обработать следующим образом:

а) на одном графике построить кривые нагрева образца $T_0 = f(t)$ и $\Delta T = T_0 - T_6 = f(t)$. Поскольку кривая $\Delta T = f(t)$ нужна только для определения точек $a - f$, в которых $T_0 = T_6$, то на графике можно откладывать непосредственно показания гальванометра α . Более того, достаточно на ось абсцисс нанести только точки, в которых $\alpha = 0$. Отметив на кривой нагревания образца точки $a - f$, графически определить dT_0/dt в каждой из них;

б) по формуле (2) найти теплосемкость образца. Подведенную к спирали мощность вычислить, используя показания амперметра и вольтметра, включенных в цепь спирали;

в) построить график $c_p = f(T_0)$. Результаты вычисления теплоемкости при разной температуре записать в табл. 39;

г) определить температуру эвтектоидного превращения в сплаве 88% Cu — 12% Al.

* При исследовании других сплавов максимальная температура нагрева может быть другой.

- Вопросы для самопроверки:** 1. Каково определение удельной теплоемкости?
 2. Зависит ли теплоемкость от температуры?
 3. Каков характер изменения теплоемкости при фазовых превращениях?
 4. Опишите метод измерения теплоемкости, используемый в работе.
 5. Приведите формулу для вычисления c_p . При каких условиях ею можно пользоваться?
 6. Каков принцип работы потенциометра?
 Список литературы: [36], с. 6—42; [86], с. 44—57.

37. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КРИТИЧЕСКИХ ТОЧЕК В СТАЛИ ПРИ ПОМОЩИ ДИФФЕРЕНЦИАЛЬНОГО ДИЛАТОМЕТРА ШЕВЕНАРА —

Краткие теоретические сведения. Дилатометрический метод позволяет изучать внутренние превращения в металлах и сплавах, сопровождающиеся объемными изменениями. К ним относятся превращения: аллотропические, при отпуске, рекристаллизации, графитизации чугуна, изотермическом распаде аустенита и др. Изучая дилатометрическим методом превращения в стали при нагреве и охлаждении, можно определить критические точки стали по скачкообразным изменениям на кривой «расширение образца—температура» (рис. 74).

Нарушение непрерывности в изменении длины образца при нагревании (охлаждении) связано с тем, что превращение железа из состояния α в γ сопровождается уменьшением удельного объема на 0,8%, а стали — на 0,4%. Аустенит и структуры, которые могут образовываться в результате его превращений, по удельному объему можно расположить в порядке его возрастания: аустенит, троостит, сорбит, перлит, мартенсит... Отсюда следует, что дилатометрический эффект превращения при охлаждении стали от состояния аустенита значительно зависит от скорости охлаждения и содержания в стали углерода. Поскольку аустенит обладает наименьшим объемом, а мартенсит — наибольшим, дилатометрический эффект с увеличением скорости охлаждения возрастает и достигает максимального значения при скорости охлаждения, равной верхнему пределу критической скорости. Чем больше углерода в стали, тем большим дилатометрическим эффектом сопровождается ее закалка.

Таким образом, в противоположность термическому методу в дилатометрическом чувствительность при скоростях охлаждения, приближающихся к критической, возрастает. Это одно из существенных преимуществ метода. Кроме того, при дилатометрическом методе

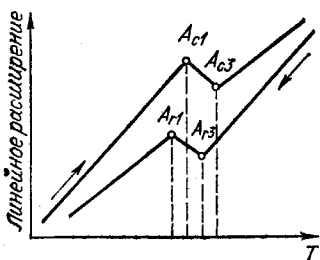
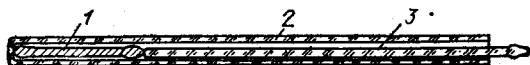


Рис. 74. Дилатометрический эффект при фазовых превращениях в стали

Рис. 75. Дилатометрический пирометр:

1 — металлический стержень; 2 — кварцевая трубка; 3 — кварцевый стержень



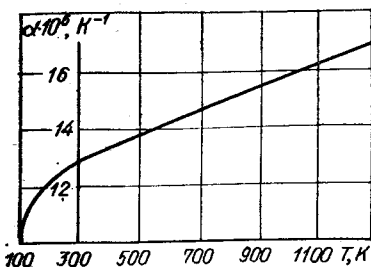


Рис. 76. Температурная зависимость среднего коэффициента линейного расширения пироса

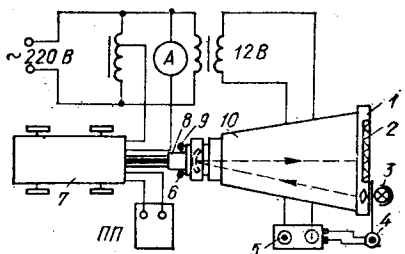


Рис. 77. Принципиальная схема оптического дилатометра Шевенара:
 1 — кассета; 2 — фотопластинка; 3 — лампочка со шторкой; 4 — реле электромагнитное; 5 — кнопка выключателя; 6, 9 — винты; 7 — печь; 8 — шайба; 10 — камера

уменьшается влияние инерции на точность получаемых результатов, так как изменение длины образца непрерывно следует за процессом превращения при любой скорости охлаждения.

Для повышения точности измерений температуру в современных дилатометрах измеряют при помощи так называемого дилатометрического пирометра (рис. 75). В нем удлинение стержня 1 от нагревания передается через кварцевый стержень на оптическое устройство.

Стержень 1 изготавливают обычно из сплава «пирос»: 82% Ni, 7% Cr, 5% W, 3% Fe, 3% Mn. От 78 до 473 K средний коэффициент расширения пироса быстро возрастает (рис. 76), а от 473 до 1273 K представляется отрезком практически прямой линии. Хотя при температуре 473 K пирос испытывает магнитное превращение, но оно сопровождается настолько незначительным объемным изменением, что не может повлиять на точность измерения. Свыше 473 K пирос немагнитен и не претерпевает никаких превращений. Данные о расширении пироса и кварца для температур до 1273 K приведены в табл. 40. В ней Δ_0^T означает относительное расширение $(L_T - L_0)/L_0$ при изменении температуры от 0 до T K; α — истинный коэффициент расширения $(1/L_0) (dL_T/dT)$ при температуре T K.

Таблица 40

T K	$10^3 \cdot \Delta_0^T$ пироса	$10^3 \cdot (\Delta_0^T \text{ пироса} - \Delta_0^T \text{ кварца})$	$10^6 \cdot \alpha$ пироса, 1/K	T K	$10^3 \cdot \Delta_0^T$ пироса	$10^3 \cdot (\Delta_0^T \text{ пироса} - \Delta_0^T \text{ кварца})$	$10^6 \cdot \alpha$ пироса, 1/K
50	0,65	0,62	13,14	550	8,35	8,05	17,81
100	1,32	1,27	13,53	600	9,25	8,92	18,24
150	2,01	1,92	13,93	650	10,17	9,82	18,65
200	2,71	2,60	14,38	700	11,11	10,73	19,01
250	3,43	3,09	14,91	750	12,07	11,66	19,37
300	4,18	4,02	15,46	800	13,05	12,61	19,73
350	4,97	4,77	15,97	850	14,05	13,58	20,09
400	5,78	5,56	16,46	900	15,06	14,57	20,45
450	6,61	6,37	16,93	950	16,09	15,57	20,81
500	7,47	7,20	17,37	1000	17,14	16,59	21,17

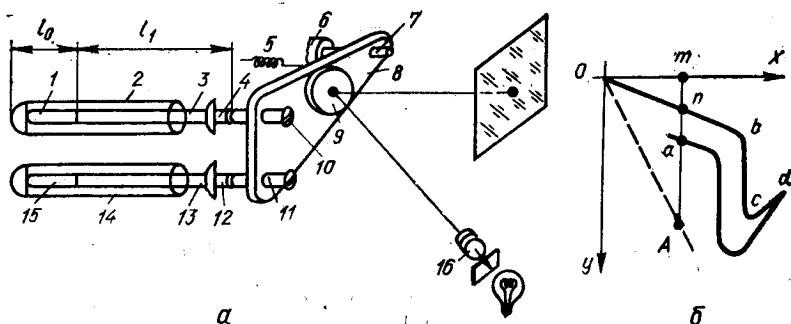


Рис. 78. Оптико-механическая система регистрации теплового расширения образца (а) и схема перемещения световой точки (б):

1 — эталон; 2, 14 — кварцевая трубка; 3, 13 — кварцевый стержень (толкатель); 4, 12 — стальной стержень; 5 — пружина; 6 — неподвижный блок; 7, 10, 11 — подвижная опора рычага 8; 9 — зеркальце; 15 — испытуемый образец; 16 — линза.

Цель работы: 1. Освоить методику работы на дифференциальном оптическом дилатометре.

2. Определить температуру аллотропического превращения в углеродистой стали дилатометрическим методом.

Содержание работы. Работу выполняют на дифференциальном оптическом дилатометре Шевенара (рис. 77). Его можно разделить на две основные части: 1) собственно дилатометр; 2) его регистрирующая часть. Кроме этого есть еще нагревательная печь, которую можно на двигать на образцы для их нагревания.

Собственно дилатометр (рис. 77 и 78, а) состоит из двух кварцевых трубок, одним концом впаянных в шайбу, которая винтами прикреплена к металлической подставке. В трубку 2 (рис. 78, а) помещают эталон, а в трубку 14 — испытуемый образец, имеющий такие же размеры и форму, как и эталон. Заостренными концами эталон и образец упираются в запаянные концы кварцевых трубок, а их расширения при нагревании передаются через кварцевые и стальные стержни подвижным опорам оптического рычага, на котором укреплено вогнутое зеркальце. Оптический рычаг представляет собой прямоугольный треугольник, имеющий в каждом углу по острiu. Острием 10 он упирается в углубление на торце стержня 4, острием 11 — в плоский торец стержня 12 и острием 7 — в опору неподвижного блока (иногда острия упираются непосредственно в кварцевые толкатели). Сокращения и удлинения испытуемого образца и эталона при охлаждении и при нагревании передаются на оптический рычаг благодаря нажимному действию пружины, притягивающей оптический рычаг с зеркальцем к опорам.

Регистрирующая часть (рис. 77) состоит из камеры, кассеты с фотопластинкой (фотопленкой), шторки, лампочки, электромагнитного реле с кнопочным выключателем, термопары «хромель—алюмель» и потенциометра ПП. Нагревательная печь включена в сеть переменного тока 220 В. Сила тока в печи регулируется ЛАТРОм и измеряется амперметром.

Дилатометр придвигают зеркальцем к камере (рис. 77), с другого конца которой от электрической лампочки через диафрагму направляют световой пучок. Последний, пройдя линзу 16 (рис. 78, а), попадает на зеркальце дилатометра и, отразившись от него, образует на фотопластинке световую точку. Нагреваясь, образец и эталон расширяются. При этом оптический рычаг вместе с зеркальцем поворачивается, вследствие чего световая точка «чертит» на фотопластинке кривую.

Вместе с образцами при нагревании расширяются кварцевые трубки и стержни, но, определяя критические точки A_{c3} , A_{r1} и A_{c1} , A_{r3} , этим расширением пренебрегают, так как коэффициент линейного расширения кварца по сравнению с коэффициентом линейного расширения металлов очень мал: $\alpha = 0,55 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$. Определяя же коэффициент линейного расширения металлов и сплавов, расширение кварцевых трубок по длине образца учитывать необходимо, так как на оптический рычаг в точку 10 передается разность расширения эталона и такой же длины куска кварца, а в точку 11 — разность расширения испытуемого образца и кварца.

Рассмотрим перемещение световой точки на матовом стекле при дилатометрическом испытании углеродистой стали. Предположим, что расширяется только эталон, а образец не меняет своих размеров. В этом случае зеркальце повернется вокруг неподвижной наклонной оси 7—11 и световая точка O на стекле (рис. 78, б) переместится вниз направо по штриховой линии OA . Если предположить, что расширяется только образец при неподвижном эталоне, то световой рычаг с зеркальцем повернется вокруг горизонтальной оси 7—10 и световая точка пойдет вверх по вертикали. В действительности же при одновременном расширении образца и эталона световая точка пойдет по равнодействующей Ob этих двух траекторий (в случае, если коэффициент линейного расширения у эталона больше, чем у образца). Когда в образце наступит $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращение, он начнет сжиматься. Поэтому от точки b кривая резко повернет вниз. В точке c превращение закончится, образец вновь начнет расширяться, но уже с другим α_T . В связи с этим наклон кривой изменится. Аналогично, но уже в обратном направлении, переместится световая точка при охлаждении образцов (линия $d-a$).

Если через определенную точку n на дилатометрической кривой провести прямую, параллельную оси ординат, то можно получить отрезок tn , пропорциональный разности расширений эталона и испытуемого образца.

Имея зависимость расширения от температуры (кривую $Onbed$), можно для любого значения температуры определить коэффициент линейного расширения испытуемого образца по следующей формуле:

$$\alpha_o = \alpha_s + (k_1/k_2) (\alpha_s - \alpha_k) (dy/dx),$$

где α_s — коэффициент линейного расширения эталона; k_1 и k_2 — увеличение дилатометра по осям x и y соответственно; dy/dx — тангенс угла наклона касательной, проведенной в точке данного значения температуры; α_k — коэффициент линейного расширения кварца.

Т К	323	373	423	473	523	573	623	673	723	773	823	873	923	973	1023	1073
Показание ПП, мВ																

Порядок выполнения работы: *Градуировка дилатометра.* 1. Отвинтить держатель с кварцевыми трубками от оптического рычага.

2. Осторожно поместить в обе кварцевые трубки по одному эталону (сплав «пирос»).

3. Ввести в трубки толкатели до соприкосновения с эталонами и укрепить их на оптическом рычаге так, чтобы толкатели плотно вошли в предназначенные для них направляющие трубки.

4. Надвинуть на кварцевые трубки электрическую печь и укрепить ее винтами. В печь поместить термомпару «хромель — алюмель» и подсоединить ее к потенциометру ПП.

5. Включить лампочку освещения тумблером 1 (рис. 77) и, повернув винты 10, 11 (рис. 78, а), вывести отраженный от зеркала световой «зайчик» в левый верхний угол матового стекла.

6. Проверить работу реле, включив кнопку 5 (рис. 77) рядом с тумблером.

7. Зарядить кассету светочувствительной пластинкой или пленкой и поставить ее вместо матового стекла.

8. Открыть кассету.

9. Подготовить табл. 41 для записи наблюдений.

10. Включить печь в сеть переменного тока с $U = 220$ В и регулировать нагрев ЛАТРОм так: от комнатной температуры до 473 К установить по амперметру ток 1,2 А; от 473 до 773 К — ток 1,5 А; от 773 до 1173 К — ток 1,8 А.

11. Включая реле, нанести на дилатометрическую кривую отметки через каждые 50 К. Рекомендуется, пользуясь градуировочной кривой к термопаре, заранее определить необходимые для отметки показания потенциометра и занести их в таблицу. Нагрев осуществлять до температуры 1073—1173 К.

12. По достижении заданной (максимальной) температуры выключить лампочку освещения, отключить печь и сдвинуть ее с образца.

13. Закрыть кассету и проявить пленку.

Определение критических точек углеродистой стали. 1. После того как кварцевые трубки достаточно охладятся, отвинтить держатель с ними от оптического рычага и, вынув из нижней трубки эталон, поместить на его место образец.

2. Повторить все операции, указанные в п. 3—8 первой части работы.

3. Включить электропечь в сеть переменного тока с $U = 220$ В и установить ЛАТРОм ток 1,5 А. Нагрев осуществлять до температуры 1073—1173 А.

Марка стали	Критические точки, К			
	A_{c1}	A_{c3}	A_{r1}	A_{r3}
Армко	—	1183	—	—
10	1003	1147	953	1227
20	1008	1127	955	1108
40	1000	1061	963	1000
У7	1003	1043	966	1000
У8	1003	—	—	—
У10	1003	1073	—	—
У12	1003	1093	—	—

4. По достижении заданной температуры печь отключить и сдвинуть с образца, но осветитель не выключать, а записывать дилатометрическую кривую до полного охлаждения образца. Затем закрыть касету и проявить пленку.

5. Пользуясь градуировкой оси x , проведенной в первой части работы, сделать линейку, на которой отметить температуры (линейку изготовить на кальке).

6. При помощи линейки определить на дилатограмме, полученной для образца, критические точки стали A_{c1} , A_{c3} , A_{r1} , A_{r3} .

7. Сравнить полученные данные с критическими точками для углеродистых сталей, приведенными в табл. 42. Определить марку стали.

8. Подсчитать среднюю арифметическую ошибку, допущенную в лабораторной работе.

Вопросы для самопроверки: 1. Какие критические точки Вы знаете?

2. Почему для определения критических точек можно применять метод дилатометрирования?

3. Каково устройство и принцип действия дифференциального дилатометра?

4. Какими свойствами должен обладать эталон?

5. Напишите выражение для коэффициента линейного расширения испытуемого образца. Вычислите коэффициент.

Список литературы: [30], с. 84—106; [32], с. 228—237; [36], с. 279—287.

Раздел 5. ЭЛЕКТРИЧЕСКИЕ И ТЕРМОЭЛЕКТРИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА

Электрические и термоэлектрические характеристики твердых тел определяются такими фундаментальными величинами, как концентрация и подвижность электронов, работа выхода электрона, строение зон Бриллюэна. Поэтому электрические характеристики вещества сильно зависят от его фазового состава, концентрации и распределения примесей в решетке, структурного совершенства кристалла и других особенностей строения материалов. Благодаря этой зависимости электрические измерения можно использовать не только для изучения природы веществ, но и для неразрушающего контроля в производстве материа-

лов, при разработке технологии изготовления деталей, а также для получения информации об их структуре и конструкционных свойствах. С другой стороны, влияние большого числа структурных факторов на электрические и термоэлектрические свойства материала часто затрудняет однозначную интерпретацию результатов электрических измерений при решении задач физического металловедения. В связи с этим применение электрических свойств материала для определения его состава и структуры требует предварительных исследований с привлечением комплекса структурных методов. Предлагаемые практические работы демонстрируют как эффективность, так и сложность применения электрических измерений для задач металловедения и неразрушающего контроля материалов.

38. ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА И СТРУКТУРЫ СТАЛЕЙ НА ИХ УДЕЛЬНОЕ ЭЛЕКТРОСОПРОТИВЛЕНИЕ

Краткие общие и теоретические сведения. Электрические свойства материала характеризуются его удельным электросопротивлением ρ Ом · м. Сопротивление R образца связано с его удельным электросопротивлением ρ , длиной l и площадью поперечного сечения S следующей формулой [32, 36]:

$$R = \rho l / S.$$

Удельное электросопротивление материалов является структурно-чувствительной величиной [36]: зависит от размера зерна и его формы, степени совершенства кристаллической решетки вещества, возрастает при образовании твердого раствора примерно пропорционально $C(1 - C)$, где C — атомная концентрация одного из компонентов, а $(1 - C)$ — другого. Согласно правилу Матиссена — Флеминга, электросопротивление слабо концентрированного твердого раствора определяется как

$$\rho = \rho_0 + \rho',$$

где ρ_0 — удельное сопротивление растворителя; ρ' — сопротивление, вносимое растворенными атомами. Обычно $\rho' = C\varepsilon$, где C — атомное содержание примеси; ε — добавочное удельное сопротивление на 1 ат. % примеси. Такая зависимость справедлива при отсутствии упорядочения в твердых растворах. В случае упорядочения она нарушается [36].

Измерение удельного электросопротивления материалов широко применяют в физическом металловедении [36], чтобы оценить качество термической обработки, концентрацию примесей, совершенство кристаллической решетки вещества, исследовать диаграммы состояния многокомпонентных систем, кинетику отжига точечных дефектов и т. п.

Цель работы: 1. Ознакомиться с методикой измерения малых сопротивлений на двойном мосте Томпсона.

2. Определить зависимость удельного электросопротивления закаленной стали 65Г от температуры отпуска.

3. Измерить величину ρ электротехнических сталей (Э11, Э13, Э31, Э320, Э41, Э42);

4. Определить влияние упорядочения на величину ρ сплава Fe + 14,35 мас.% Si.

Содержание работы. Сопротивление R_x образцов невелико ($< 1 \text{ Ом}$), поэтому измеряют его на двойном мосте Томпсона (рис. 79). Как видно из схемы, измеряемое сопротивление R_x и эталонное сопротивление R_N образуют с источником тока одну замкнутую цепь. Параллельно линии R_x — R_N включают еще две цепи из сопротивлений R_1 , R_2 и R_1' , R_2' , между которыми в точках a и b включен нулевой гальванометр.

Спаренные переменные сопротивления R_1 и R_1' , R_2 и R_2' подбирают такой величины, при которой гальванометр дает нулевое отклонение, т. е. в этом случае потенциалы точек a и b равны ($V_a = V_b$). В уравновешенном мосте ток через гальванометр не идет и имеют место следующие равенства:

$$R_x/R_N = R_1/R_2; \quad R_x = R_N R_1/R_2.$$

Чтобы повысить точность измерения, нужно подбирать R_N по возможности близким к R_x , а сопротивления R_1 и R_2 — большими по сравнению с R_x и R_N . Следует также обеспечивать малое сопротивление участка цепи, соединяющего R_x и R_N . При выполнении этих требований токи I_1 и I_2 будут значительно меньше, чем $I_x = I_N$. Тогда небольшие изменения сопротивлений в ветвях cad и ebf не повлияют на потенциалы в точках a и b и, следовательно, на показания гальванометра. Наоборот, на участке R_x небольшое изменение в сопротивлении значительно отразится на потенциале точки c и на показаниях гальванометра.

При измерении двойным мостом электросопротивлений порядка 0,0001—0,001 Ом можно добиться точности 0,1%. Определение длины образца штангенциркулем с точностью — 0,05 мм и диаметра образца микрометром с точностью +0,01 мм обеспечивает точность измерения удельного электросопротивления 0,5—1%.

Одним из приборов, предназначенных для измерения электросопротивления в широком интервале номинальных значений, является мостовая установка постоянного тока У-303, представляющая собой комбинированный одинарно-двойной мост. Подготавливая У-303 к проведению измерений электросопротивления образцов, проводят следующие операции:

1. Измеряют длину и площадь поперечного сечения образца и оценивают порядок его сопротивления R_x , используя выражение $R_x = \rho l/S$ Ом и общие представления о ρ металлов.

2. По ориентировочной величине R_x выбирают значения I_x , $R2 = R2'$ и R_N , используя таблицу рекомендуемых режимов работы установки (приведены на левой панели У-303). Оценивают величину $R1 = R1'$ по выражению

$$R1 = R1' = R_x R2 / R_N.$$

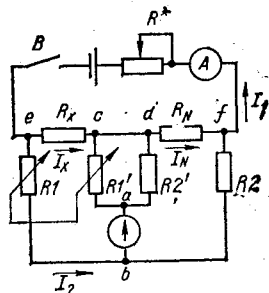


Рис. 79. Принципиальная
схема двойного моста
Томпсона

№ образца	Марка стали	R1 Ом		R1 _{ср} Ом	R _x Ом	ρ Ом·м
		Ток прямой	Ток обратный			

3. Устанавливают ожидаемую величину $R1$ на декадном магазине сопротивлений $R1$, замыкают контакты R_N , $R2$, «регулировка тока» (на правой вертикальной панели) и «амперметр» (на левой вертикальной панели), в соответствии с выбранным режимом измерения R_x поворачивают ручку «измеряемое сопротивление» в положение «х_D», ручку «двойной мост» — в положение «отключено» и разарретируют гальванометр М95, переключив его правую ручку с метки «арретир» на метку «5 мкА».

4. Соединяют токовые и потенциальные контакты образца с соответствующими клеммами установки, убеждаются в том, что кнопки «грубо», «точно», «чувствительность» находятся в выключенном (верхнем) положении.

5. Подключают установку к сети 220 В.

6. Включают батарею и освещение гальванометра М95.

7. С помощью кнопки «корректор М95» (справа от гальванометра М95) устанавливают световой «зайчик» на шкале М95 точно на нулевую отметку.

Порядок выполнения работы: 1. Длина l образца, на которой измеряется сопротивление R_x , указывается положением правого края подвижного контакта на линейке установки. Поэтому для измерения R_x образца нужно, перемещая подвижный контакт по линейке, установить требуемое расстояние между контактами и закрепить подвижный контакт поворотом ручки стопора.

2. Укрепить образец между контактами на линейке установки.

3. Повернуть ручку «двойной мост» в положение «ток прямой».

4. Ручкой «плавная регулировка тока» (правая тумба установки) установить по амперметру рекомендуемый ток.

5. Вращением декад сопротивления $R1 = R1'$ с последующим нажатием кнопки «грубо» установить «зайчик» гальванометра М95 на нуль его шкалы.

6. Вращением декад сопротивления $R1 = R1'$ с последующим нажатием кнопки «точно» окончательно сбалансировать мост и записать $R1$ в табл. 43.

Декады сопротивления поворачивать только при выключенных кнопках «грубо» и «точно»!

7. Оставив все без изменений, переключить ручку «двойной мост» в положение «ток обратный» и вновь уравновесить мост вращением декад $R1$. Записать новое значение $R1$ в табл. 43. Окончательное значение $R1$ является среднеарифметическим $R1_{ср}$ величин $R1$ при разных направлениях тока.

Таблица 44

№ образца	Марка стали	C _{Si} %
1	Э11	0,8—1,8
2	Э13	0,8—1,8
3	Э320	2,8—3,5
4	Э31	2,8—3,8
5	Э41	3,8—4,8
6	Э42	3,8—4,8

Примечание. Сталь Э320 — текстурована.

Таблица 45

№ образца	T _о К
0	см. примечание
1	то же
2	373
3	473
4	573
5	723
6	773
7	973
8	1073

Примечание. Образец 0 исследуется в исходном состоянии, образец 1 — после закалки.

8. Выключить питание моста, установив ручку «двойной мост» на отметку «отключено», и убедиться в этом по амперметру.

9. Измерить R_1 для всех образцов, действуя в соответствии с п. 3—8.

10. Вычислить

$$R_x = R_N R_1 / R_2; \quad \rho = R_x S / l$$

для всех образцов и занести в табл. 43.

11. Построить графики зависимостей

$$\rho = f(\% \text{ Si}); \quad \rho = f(T_{\text{отп}}),$$

для чего использовать данные табл. 44, 45.

12. Найти корреляцию между удельным электросопротивлением и удельными потерями энергии при перемагничивании сталей в переменном магнитном поле (см. работу 45).

13. Сделать выводы о возможности определить марку электротехнической стали и возможности контролировать термообработку стали 65Г, измеряя удельное электросопротивление.

14. Проанализировать влияние упорядочения в сплаве Fe—Si на величину ρ .

Вопросы для самопроверки: 1. Что такое удельное электросопротивление и в каких единицах его измеряют?

2. Каковы факторы, определяющие величину удельного электросопротивления твердого тела?

3. Как изменяется удельное электросопротивление сплава при изменении содержания растворенного вещества в твердом растворе?

4. Какие фазовые и структурные превращения имеют место при отпуске закаленной стали 65Г?

5. Какие задачи физического металловедения можно решать, измеряя удельное сопротивление?

Список литературы: [32], с. 215—228; [36], с. 133—204.

39. ИССЛЕДОВАНИЕ ВОЗМОЖНОСТИ ПРИМЕНЯТЬ МЕТОД ТЕРМО-Э.Д.С ДЛЯ ИДЕНТИФИКАЦИИ УГЛЕРОДИСТЫХ, ЭЛЕКТРОТЕХНИЧЕСКИХ И ХРОМИСТЫХ СТАЛЕЙ

Краткие общие и теоретические сведения. Для промышленных предприятий чрезвычайно важно уметь быстро и надежно определять марку стали, из которой будет изготавливаться или уже изготовлено изделие. В последнем случае, естественно, желательно применять методы контроля, не разрушающие изделия. Этому условию удовлетворяет термоэлектрический метод. Сущность его состоит в том, что измеряют термоэлектродвижущую силу (термо-э.д.с.), возникающую в месте соприкосновения нагретого эталонного образца и испытуемого изделия при постоянной температуре нагрева, и по величине термо-э.д.с. идентифицируют материал, так как термо-э.д.с. сплава зависит от его химического состава [36, 82]. Величина этой э.д.с. зависит не только от химического состава сплава, но и от его структуры, температуры горячего спая и некоторых других факторов. Поэтому в каждом конкретном случае нужно весьма тщательно исследовать влияние всех факторов на термо-э.д.с. сталей, которые в дальнейшем подвергаются рассортировке.

Метод термо-э.д.с. сейчас широко распространен в промышленности. В связи с этим выпускаются промышленные приборы, обеспечивающие идентификацию различных сплавов непосредственно в складских помещениях, цехах, на рабочих местах.

Цель работы: 1. Установить возможность применять метод термо-э.д.с. для идентификации углеродистых, электротехнических и хромистых сталей.

2. Ознакомиться со схемой, конструкцией и работой промышленного прибора ПРС-1.

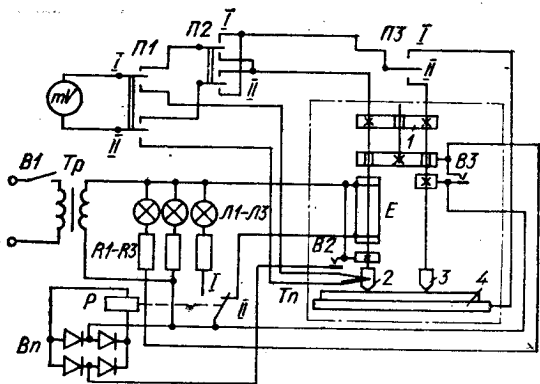
Содержание работы. Исследованию подвергают образцы из углеродистых сталей Ст2, Ст5, У8, У10, У12, электротехнических сталей Э11, Э21, Э31, Э41 и хромистых сталей 40Х, ШХ15, 9ХС. Химический состав и маркировка образцов приведены в табл. 46.

Для измерения термо-э.д.с. образцов по отношению к меди при температурах 293—430 К используют лабораторную установку, принципиальная схема которой приведена на рис. 80. При включении выключателя В1 загорается белая сигнальная лампочка Л2. На нагрева-

Таблица 46

№ п/п	Маркировка образца и марка стали	Химический состав, %			№ п/п	Маркировка образца и марка стали	Химический состав, %		
		С	Si	Cr			С	Si	Cr
1	Ст2	0,09—0,15	—	—	7	Э21	0,03	2,3	—
2	Ст5	0,28—0,37	—	—	8	Э31	0,03	3,3	—
3	У8	0,8	—	—	9	Э41	0,03	4,3	—
4	У10	1,0	—	—	10	40Х	0,4	0,3	0,9
5	У12	1,2	—	—	11	ШХ15	1,0	0,3	1,5
6	Э11	0,03	1,3	—	12	9ХС	1,0	0,9	0,9

Рис. 80. Принципиальная схема лабораторной установки для измерения термо-э. д. с.
 1 — ручка; 2 — эталонный образец; 3 — электрод; 4 — медная плита



тельный элемент E подается напряжение, и эталонный образец начинает нагреваться (контакт II реле P замкнут). Температура «горячего» контакта измеряется термопарой Tn , подключаемой к милливольтметру mV переводом переключателя $П1$ в положение II . Для измерения термо-э. д. с. образца по отношению к медному электроду испытуемый образец устанавливают под оба электрода 2 и 3 (переключатель $П3$ — в положении II) или под один электрод 2 (переключатель $П3$ — в положении I). В последнем случае холодным электродом служит медная плита. Нажимают на ручку 1, пока в результате замыкания контакта $B3$ не зажжется зеленая сигнальная лампочка $Л1$, и, переключив $П1$ в положение I , измеряют термо-э. д. с. милливольтметром mV . Электромагнитное реле отключает нагревательный элемент и включает красную сигнальную лампочку $Л3$ под действием биметаллического регулятора $B2$, как только эталонный образец нагреется до рабочей температуры, примерно равной 430 К. Переключатель $П2$ служит для изменения направления тока, протекающего через милливольтметр в зависимости от знака термо-э. д. с.

Портативный переносной прибор ПРС-1 позволяет измерять термо-э. д. с. образцов по отношению к меди до температуры 520 К. Такие приборы настраивают обычно на рассортировку определенных марок сталей. В частности, ПРС-1 оттарирован на рассортировку труб, изготовленных из низкоуглеродистой и низколегированных сталей типа ХМФ. Работает ПРС-1 (рис. 81) следующим образом: от щупа сигнал постоянного напряжения подается на модулятор, где преобразуется в сигнал переменного напряжения, который после усиления выпрямляется демодулятором и подается на измерительный прибор.

Термоэлектрический щуп (рис. 82) — устройство для создания разности температур в местах контакта электродов с контролируемым металлом и измерения термо-э. д. с. Контакты — горячий (медь) и холодный (СтЗ) — смонтированы вместе так, что их можно прижимать к изделию рукой. Горячий контакт нагревается пропусканием тока через нихромовую спираль. Кроме того, сделан вывод отдельно для холодного контакта в виде пластины из стали, что позволяет контролировать детали, длина которых меньше расстояния между электродами.

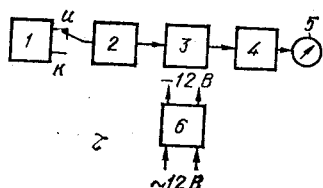


Рис. 81. Схема промышленного прибора ПРС-1 для измерения термо-э. д. с.:

1 — термошуп; 2 — модулятор; 3 — усилитель; 4 — демодулятор; 5 — измерительный прибор; 6 — источник питания

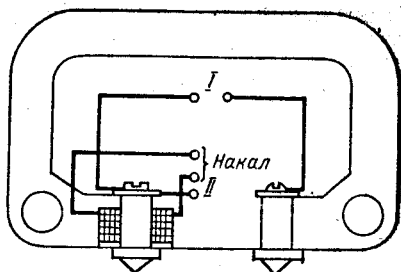


Рис. 82. Схема термоэлектрического щупа ПРС-1:

I — клеммы измерения; II — клеммы контроля

Порядок выполнения работы: Определение температурной зависимости термо-э. д. с. углеродистых сталей.

1. Включить лабораторную установку, повернув выключатель В1 в положение «вкл.».

2. Поместить образец под горячий электрод и, нажимая на ручку I пока не загорится зеленая лампочка, измерить термо-э. д. с. образца и э. д. с. термопары T_n с помощью милливольтметра mV , переключая П1 поочередно в положение I и II. Записать показания милливольтметра в табл. 47. Аналогичные измерения провести на пяти образцах углеродистых сталей.

3. Измерения термо-э. д. с. и э. д. с. T_n провести для всех сталей через каждые 10 К до достижения температуры горячего электрода 430 К, о чем будет свидетельствовать периодическое включение красной лампочки ЛЗ и работа термореле Р.

Поскольку температура горячего электрода непрерывно повышается, измерять термо-э. д. с. и э. д. с. термопары следует достаточно быстро!

Измерение термо-э. д. с. электротехнических и хромистых сталей. Измерить термо-э. д. с. сталей Э11, Э21, Э31, Э41 и 40Х, ШХ15, 9ХС при постоянной температуре ~ 430 К в трех различных точках на каждом образце. Усредненную по трем измерениям величину термо-

Таблица 47

Марка стали	э. д. с. T_n		Термо-э. д. с.	э. д. с. T_n		Термо-э. д. с.	...	э. д. с. T_n		Термо-э. д. с.
	н	К		н	К			н	К	
Ст2										
Ст5										
У8										
У10										
У12										

Таблица 48

Марка стали	Э11	Э21	Э31	Э41	40X	ШХ15	9ХС
Термо-э. д. с.							

э. д. с. и ее знак по отношению к меди для всех образцов занести в табл. 48.

Измерений термо-э. д. с. сталей на ПРС-1.

Питание прибора осуществляется от сети переменного тока 12 В!

1. Кабель с термощупом присоединить к разъему.

2. Включить прибор в сеть переменного тока с напряжением 12 В.

3. Тумблер «измерение — контроль» установить в положение «контроль».

4. Вращая ручку «калибровка», установить стрелку прибора на отметку 30 дел. его шкалы.

5. Переключить прибор на «измерение».

6. Прижать щуп контактами к зачищенным местам испытуемой детали и записать величину термо-э. д. с. в делениях шкалы.

7. Измерить термо-э. д. с. в трех точках на каждом образце сталей Ст2, Ст5, У8, У10, У12, Э11, Э21, Э31, Э41, 40Х, ШХ15, 9ХС и трех неидентифицированных углеродистых сталей.

8. Сравнивая усредненные значения термо-э. д. с. известных и неизвестных сталей, определить марку стали неидентифицированных образцов.

9. Построить графики зависимости термо-э. д. с. от температуры для пяти углеродистых сталей.

10. Построить графики зависимости термо-э. д. с. от содержания углерода для углеродистых сталей и от содержания кремния для электротехнических сталей при постоянной температуре горячего контакта ~ 430 К.

11. Сделать заключение о возможности идентифицировать исследованные стали методом термо-э. д. с. в рамках одного класса сталей и в рамках совокупности нескольких классов сталей.

12. Дать заключение о точности определения концентрации углерода в углеродистых сталях методом термо-э. д. с.

Вопросы для самопроверки: 1. Каковы причины возникновения контактной разности потенциалов?

2. Пояснить взаимосвязь термо-э. д. с. и контактной разности потенциалов.

3. Какие факторы определяют величину термо-э. д. с.?

4. Является ли термо-э. д. с. структурно-чувствительной величиной?

5. Какие задачи физического металловедения можно решать методом измерения термо-э. д. с.?

Список литературы: [36], с. 229—243; [82], с. 118—119.

Раздел 6. МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА

Методы измерения магнитных свойств применяют не только для изучения и контроля свойств специальных ферромагнитных материалов в электротехнической и радиотехнической промышленности. Их все шире используют для исследования фазовых и структурных превращений в конструкционных и инструментальных сталях и сплавах, для неразрушающего контроля качества изготовленных из них изделий.

Такой большой диапазон использования методов основан на существовании определенных зависимостей магнитных свойств от фазового состава и структуры ферромагнитных материалов. При этом некоторые магнитные свойства — магнитная проницаемость μ , коэрцитивная сила H_c , остаточная индукция B_r — являются структурно-чувствительными: зависят как от фазового состава, так и от структуры сплава. Такие же свойства, как индукция насыщения B_s , зависят только от состава и количества ферромагнитной фазы в сплаве, а температура Кюри T_K определяется практически только составом ферромагнитного сплава.

Именно наличие указанных связей позволяет применять магнитные методы для исследования и контроля закалки, отпуска и отжига сталей, старения сплавов, изотермического распада аустенита и деформационного мартенситного превращения аустенитных сталей, наклепа, рекристаллизации и т. д. Применению способствуют высокая чувствительность этих методов и возможность создать автоматическую аппаратуру.

Лабораторные работы настоящего раздела позволяют студентам овладеть методикой измерения как структурно-чувствительных (μ , H_c , H_{hf}), так и структурно-нечувствительных (B_s , T_K) магнитных характеристик ферромагнитных материалов. В этих работах студентам предлагается выполнить и небольшие самостоятельные исследования: изучить зависимость коэрцитивной силы стали от температуры отпуска (работа 40); исследовать надежность контроля качества термообработки стали коэрцитиметром (работа 41); исследовать изотермический распад аустенита в сталях (работа 42) и низкотемпературное деформационное мартенситное превращение в стали аустенитного класса (работа 43); исследовать влияние состава сплава на температуру Кюри (работа 44); исследовать зависимость удельных потерь от состава и технологии изготовления листовой электротехнической стали (работа 45).

40. ИССЛЕДОВАНИЕ ЗАВИСИМОСТИ МАГНИТНЫХ СВОЙСТВ СТАЛИ ОТ ТЕРМООБРАБОТКИ

Краткие общие и теоретические сведения. Магнитные свойства стали (коэрцитивная сила, магнитная проницаемость, потери на гистерезис и др.) зависят не только от ее природы, но и от вида термической и механической обработки. Магнитные свойства определяются качеством, формой и дисперсностью структурных составляющих в стали, величиной зерна, степенью наклепа и другими факторами. Благо-

даря этому часто удается контролировать качество термообработки, измеряя ту или иную магнитную характеристику изделий.

Зависимость магнитных характеристик от состояния термообработки для различных сталей разная. Поэтому решение, применить или нет магнитный метод контроля качества термообработки, принимают в отношении каждой марки стали. Для этого тем или иным способом измеряют магнитные характеристики стали в различных состояниях ее термообработки.

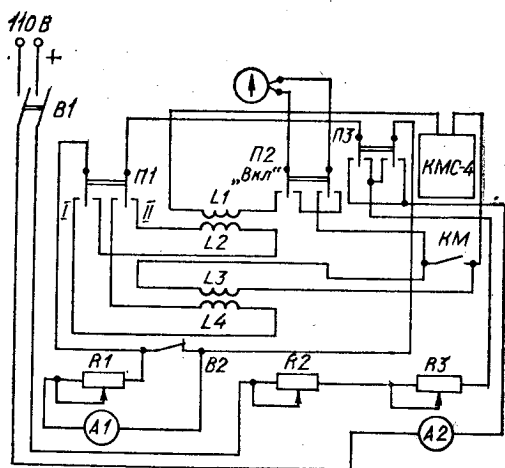


Рис. 83. Схема баллистической установки

Цель работы: 1. Ознакомиться с наиболее распространенным баллистическим методом измерения магнитных характеристик сталей.

2. Выяснить возможность контролировать качество термообработки стали 65Г магнитным методом.

Содержание работы. *Определение параметров баллистической установки* (рис. 83). На такой установке можно измерять основную кривую намагничивания, кривую гистерезисного цикла, коэрцитивную силу и другие характеристики. Основные узлы установки — баллистический гальванометр, рабочий и эталонный соленоиды. Испытуемый образец помещают во внешнее магнитное поле соленоида и измеряют магнитный поток Φ , создаваемый в образце. Измеряют либо вычисляют также соответствующую напряженность внешнего магнитного поля.

Магнитный поток в образце измеряют баллистическим гальванометром. Баллистический гальванометр представляет собой магнито-электрический прибор с увеличенным моментом инерции подвижной системы, что обуславливает большой период собственных колебаний системы ($T_0 \geq 15$ с). Используя баллистический гальванометр, измеряют не установившееся отклонение рамки, а баллистический отброс α , т. е. максимальное отклонение рамки, получившей кратковременный импульс тока. Отброс α прямо пропорционален количеству электричества q , протекающему через рамку прибора: $q = C_b \alpha$ при условии, что длительность импульса тока не более $(1/50 \div 1/60) T_0$ (C_b — баллистическая постоянная прибора).

Если баллистический гальванометр подключить к индукционной катушке $L3$, наложенной на каркас намагничивающего соленоида $L4$, и, поместив внутрь соленоида испытуемый образец, изменить магнитный поток Φ , проходящий через образец (например, реверсируя ток, питающий соленоид), то в цепи гальванометра пройдет импульс тока, причем баллистический отброс α будет пропорционален изменению

потока. Действительно, мгновенное значение э. д. с., индуцируемое в L_3 ,

$$e = -nd\Phi/dt,$$

где n — число витков катушки L_3 . Мгновенное значение тока в цепи гальванометра

$$i = e/R = -(n/R)(d\Phi/dt),$$

где R — сопротивление цепи гальванометра. Полное количество электричества, протекшее в цепи гальванометра за время импульса тока,

$$q = -\int_0^t (n/R)(d\Phi/dt) dt = (n/R) \int_{\Phi_1}^{\Phi_2} d\Phi = (n/R) \Delta\Phi,$$

но $q = C_b\alpha$, значит $C_b\alpha = n\Delta\Phi/R$, откуда $\Delta\Phi = C_bR\alpha/n$. Таким образом, при данном сопротивлении измерительной цепи баллистический отброс прямо пропорционален изменению потока, охватываемого измерительной катушкой.

Величина $C_bR = C'_b$ представляет собой баллистическую постоянную гальванометра. Она характеризует чувствительность гальванометра и равна такому изменению потока, который вызывает баллистический отброс α , равный одному делению шкалы, при числе витков индукционной катушки $n = 1$. Следовательно, зная C'_b , можно измерять гальванометром магнитный поток в испытуемом образце.

Напряженность H А/м внешнего магнитного поля при испытании образцов в соленоидах (в открытой магнитной цепи) чаще всего вычисляют. В центре однослойного соленоида

$$H = NI/\sqrt{l^2 + d^2},$$

где N — число витков намагничивающего соленоида; l — длина соленоида, занятая обмоткой, м; d — диаметр обмотки соленоида, м; I — сила тока, протекающего через соленоид, А. Таким образом, можно записать $H = kI$, где k — постоянная соленоида. Она определяется только конструктивными и обмоточными данными соленоида. Численно постоянная соленоида равна напряженности поля H А/м, создаваемого в центре соленоида при протекании через его обмотку тока силой в 1 А. Зная k , вычисляют напряженность поля по силе тока, протекающего в обмотке соленоида.

Итак, основными параметрами баллистической установки являются баллистическая постоянная гальванометра C'_b и постоянная соленоида k . Оба эти параметра чаще всего определяют экспериментально.

1. Баллистическую постоянную гальванометра определяют при помощи эталонного соленоида (рис. 83). Он представляет собой латунный каркас, несущий намагничивающую обмотку L_2 . Внутри каркаса, в его центре расположена индукционная обмотка L_1 . Обмотка соленоида L_2 питается от сети постоянного тока (переключатель $П1$ — в положении II). Индукционная обмотка L_1 подключается к баллистическому гальванометру через магазин сопротивлений КМС-4 при замкнутых клеммах КМ.

Если через намагничивающую обмотку L_2 соленоида пропустить ток I , а затем изменить его направление на обратное, то магнитный поток внутри соленоида изменится от $+\Phi$ до $-\Phi$. В результате гальванометр даст баллистический отброс $-\alpha$. Величина отброса связана с изменением потока выражением

$$\Delta\Phi = C'_b\alpha/n_{L1},$$

где

$$\Delta\Phi = \Phi - (-\Phi) = 2\Phi = 2HS_{L1},$$

т. е.

$$2HS_{L1} = C'_b\alpha/n_{L1},$$

откуда

$$C'_b = 2HS_{L1}n_{L1}/\alpha.$$

Здесь H — напряженность поля внутри эталонного соленоида при силе тока I ; S_{L1} — поперечное сечение индукционной катушки $L1$; n_{L1} — число витков катушки $L1$.

Величину H А/м вычисляют по формуле (обмотка $L2$ — однослойная)

$$H = N_{L2}I/\sqrt{l_{L2}^2 + d_{L2}^2},$$

где N_{L2} — число витков эталонного соленоида; l_{L2} — длина соленоида, занятая обмоткой, м; d_{L2} — диаметр обмотки соленоида, м; I — сила тока, протекающего через соленоид, А.

Величину H можно представить выражением

$$H = k_{L2}I,$$

где

$$k_{L2} = N_{L2}/\sqrt{l_{L2}^2 + d_{L2}^2}.$$

Следовательно,

$$C'_b = 2k_{L2}S_{L1}(I/\alpha)n_{L1}.$$

Таким образом, зная конструктивные и обмоточные данные эталонного соленоида и измеряя баллистический отброс α при реверсировании намагничивающего тока I , определяют баллистическую постоянную гальванометра.

2. Вычисление постоянной многослойных соленоидов не дает достаточно точных результатов. Более точные данные получают, определяя ее экспериментально.

Если внутри рабочего соленоида $L4$ поместить контрольную индукционную катушку $L3$ и, подключив ее к баллистическому гальванометру, реверсировать ток в намагничивающей обмотке $L4$, то гальванометр даст баллистический отброс. Величина его определится выражениями

$$2\Phi = C'_b\alpha/n_{L3}; \quad 2HS_{L3} = C'_b\alpha/n_{L3}; \quad H = kI;$$

$$2kIS_{L3} = C'_b\alpha/n_{L3}; \quad k_{L4} = C'_b\alpha/2S_{L3}n_{L3}I.$$

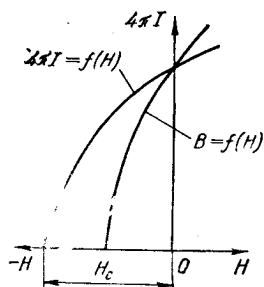


Рис. 84. К определению коэрцитивной силы ферромагнитных материалов

Таблица 49

№ образца	$T_{отп}$ К	HRC
1	—	58
2	493	44
3	523	43
4	623	41
5	723	31
6	823	32
7	1073	—

Таким образом, зная конструктивные и обмоточные данные контрольной индукционной катушки L_3 и баллистическую постоянную гальванометра и измеряя баллистический отброс α при реверсировании намагничивающего тока I , можно определить постоянную k соленоида L_4 .

Определение зависимости коэрцитивной силы H_c стали 65Г от температуры отпуска. Коэрцитивная сила ферромагнетика численно равна напряженности такого размагничивающего поля, при котором интенсивность намагничивания образца $4\pi I$, ранее намагниченного до насыщения, становится равной нулю (рис. 84).

Коэрцитивную силу образцов измеряют на баллистической установке методом сдергивания. Образец помещают в измерительный соленоид, намагничивают до насыщения, а затем выключают ток ($H = 0$). Образец остается намагниченным, имея некоторую остаточную индукцию. Если теперь на конец образца надеть измерительную катушку, подключенную к баллистическому гальванометру, и сдернуть ее с образца, то гальванометр даст баллистический отброс, пропорциональный изменению магнитного потока в измерительной катушке.

Переключив направление тока в соленоиде на обратное (создав некоторое размагничивающее поле H_i), частично размагничивают образец. Баллистический отброс при повторном сдергивании измерительной катушки несколько уменьшается. Постепенно увеличивая размагничивающее поле, наблюдают, как по достижении определенной величины поля при сдергивании индукционной катушки баллистический отброс становится равным нулю. Это происходит, когда $4\pi I = 0$, так как тогда $B = 4\pi I - H_i = -H_i$ и катушка, сдергиваемая с образца, перемещается в совершенно однородном магнитном поле, т. е. $\Delta\Phi = 0$. В этом случае можно записать $-H_i = H_c$ (при $\alpha = 0$). Найденное так значение поля и представляет собой коэрцитивную силу образца.

Исследуют образцы из стали 65Г. Их подвергали закалке в масле от температуры 1073 К и последующему отпуску при различных температурах. Температура отпуска образцов и их твердость приведены в табл. 49.

Порядок выполнения работы: *Определение баллистической постоянной гальванометра.* 1. Подготовить схему к работе:

а) установить на магазине сопротивлений добавочное сопротивление R_d так, чтобы сопротивление внешней цепи гальванометра R соответ-

Таблица 50

I		Баллистический отброс, мм			Баллистическая постоянная, Вб/мм	
		α_0	α_K	$\alpha_K - \alpha_0 = \alpha$	C'_b	$C'_{бср}$
дел.	A					
1						
2						
3						

Таблица 51

I		Баллистический отброс, мм			Постоянная соленоида, 1/м	
		α_0	α_K	$\alpha_K - \alpha_0 = \alpha$	k	$k_{ср}$
дел.	A					

ствовало его критическому режиму:

$$R_d = R - R_{L1},$$

где R_{L1} — сопротивление индукционной катушки $L1$;

б) закоротить рамку гальванометра;

в) подключить к схеме эталонный соленоид;

г) замкнуть $B2$, реостаты $R2$ и $R3$ полностью ввести.

2. Провести измерения:

а) включить питание схемы и осветитель гальванометра;

б) установить намагничивающий ток ~ 1 А (по $A2$);

в) включить гальванометр в измерительную цепь;

г) реверсировать ток и записать величину баллистического отброса, после чего рамку гальванометра вновь закоротить;

д) устанавливая последовательно ток $I = 1; 2; 3$ А; ..., повторять при каждом токе операции п, в), г). Результаты измерений записывать в табл. 50;

е) определив C'_b для каждого значения тока в отдельности, вычислить среднее арифметическое $C'_{бср}$. Найденное значение C'_b постоянно только для данного сопротивления R внешней цепи.

Конструктивные и обмоточные данные эталонного соленоида:

$$N_{L2} = 480; \quad n_{L1} = 100;$$

$$d_{L2} = 0,048 \text{ м}; \quad d_{L1} = 0,042;$$

$$l_{L2} = 0,505 \text{ м}; \quad R_{L1} = 6 \text{ Ом}.$$

Определение постоянной соленоида. 1. Подготовить схему к работе:

а) поместить контрольную индукционную катушку в центр рабочего соленоида и подключить ее к клеммам КМ;

б) установить на магазине сопротивлений добавочное сопротивление $R_d = R - R_{L3} - R_{L1}$, где R_{L3} и R_{L1} — соответственно сопротивление контрольной индукционной катушки и индукционной катушки эталонного соленоида;

в) закоротить рамку гальванометра;

г) подключить к схеме намагничивающую обмотку рабочего соленоида $L4$;

д) замкнуть $B2$, реостаты $R2$ и $R3$ полностью ввести.

2. Провести измерения точно в таком же порядке, как и при определении баллистической постоянной гальванометра. Результаты измерений занести в табл. 51.

Конструктивные и обмоточные данные контрольной индукционной катушки:

$$n_{L3} = 25; \quad d_{L3} = 0,040\text{м}; \quad R_{L3} = 2 \text{ Ом.}$$

Определение зависимости H_c стали 65Г от температуры отпуска.

1. Подготовить схему к работе:

а) укрепить испытуемый образец на державке и поместить внутрь рабочего соленоида так, чтобы середина образца совпала с серединой соленоида;

б) индукционную катушку, укрепленную на державке, ввести внутрь соленоида так, чтобы свободный конец образца оказался внутри индукционной катушки, и подключить индукционную катушку к клеммам КМ ($R_{L3} = 20 \text{ Ом}$);

в) установить на магазине сопротивлений добавочное сопротивление $R_d = R - R_{L3} - R_{L1}$;

г) замкнуть рамку гальванометра;

д) подключить к схеме намагничивающую обмотку рабочего соленоида;

е) замкнуть $B2$, реостаты $R2$ и $R3$ полностью ввести. Реостат $R1$ полностью вывести. Амперметр $A2$ включить на предел 5 А.

2. Провести измерения:

а) включить питание и осветитель гальванометра;

б) установить (по $A2$) намагничивающий ток 4 А и провести магнитную подготовку образца, оставив переключатель $P3$ в исходном положении;

в) уменьшить силу намагничивающего тока, вводя реостат $R3$, а затем и $R2$ до конца. После этого разомкнуть $B2$ и ввести полностью реостат $R1$;

г) выключить питание схемы;

д) переключить переключателем $P3$ магнитное поле на обратное;

е) включить гальванометр;

ж) дернуть индукционную катушку с образца и заметить направление и величину баллистического отброса;

з) гальванометр вновь замкнуть, после чего надеть индукционную катушку на образец;

и) включить питание схемы и установить силу размагничивающего тока примерно 0,5 А (для первого образца, для других образцов начальный ток меньше);

к) включить гальванометр, дернуть индукционную катушку с образца и заметить величину и направление отброса;

л) если баллистический отброс уменьшился, но не стал еще равным нулю, повторить операцию п. з) и затем увеличивать размагничивающий ток;

м) при каждом новом значении размагничивающего тока повторять операции п. к);

№ образца	$T_{отп} \text{ К}$	Размагничивающий ток $I_{\alpha=0}$		Постоянная рабочего соленоида k	Коэрцитивная сила $H_c \text{ А/м}$
		дел.	А		

н) операции п. л) и м) повторять до тех пор, пока баллистический отброс при сдвигании катушки с образца не станет равным нулю. Если размагничивающий ток установлен больше, чем нужно для получения $\alpha = 0$, все измерения, начиная с п. а), провести сначала;

о) соответствующую силу тока записать в табл. 52 и вычислить величину коэрцитивной силы по формуле $H_c = kI$, где k — постоянная рабочего соленоида.

3. По результатам измерений построить:

а) график зависимости коэрцитивной силы и твердости от температуры отпуска образцов;

б) график зависимости коэрцитивной силы от твердости HRC образцов;

в) заключение о возможности контролировать качество термической обработки стали 65Г магнитным методом.

Вопросы для самопроверки: 1. Что такое истинная коэрцитивная сила H_c и чем отличается от нее коэрцитивная сила, определяемая по петле гистерезиса?

2. Какие способы измерения истинной коэрцитивной силы Вы знаете?

3. Чем определяется чувствительность метода сдвигания при измерении?

4. Является ли H_c структурно-чувствительной характеристикой?

5. Каков характер изменения H_c и $\mu_{\text{тах}}$ с увеличением твердости стали?

6. Зависит ли баллистическая постоянная от параметров измерительной цепи? Список литературы: [31], с. 101—120; [36], с. 106—122.

41. КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА ТЕРМООБРАБОТКИ СТАЛИ ПРИ ПОМОЩИ КОЭРЦИТИМЕТРА

Краткие общие и теоретические сведения. Качество деталей машин и инструментов значительно зависит от качества их термообработки. Контролировать качество термообработки измерением твердости в некоторых случаях оказывается невозможно или недостаточно надежно. В связи с этим во многих случаях, особенно при одновременной термообработке больших партий деталей, для стопроцентного, поштучного контроля нужно применять физические методы неразрушающего контроля.

Цель работы: Исследовать возможность контролировать качество термообработки некоторых инструментальных и конструкционных сталей при помощи коэрцитиметра.

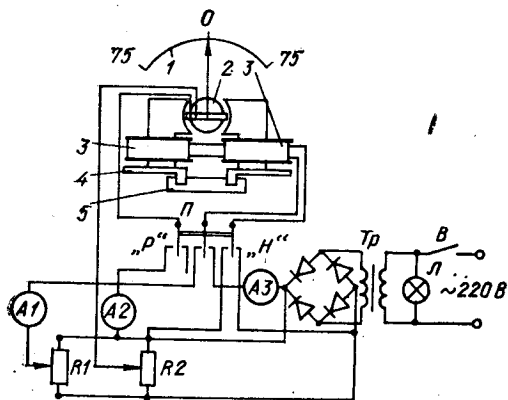


Рис. 85. Схема коэрцитиметра:

1 — шкала; 2 — измерительная рамка; 3 — катушка намагничивания; 4 — полюс; 5 — исследуемый образец

Содержание работы. Коэрцитиметр (рис. 85) представляет собой прибор магнито-электрической системы с разрезанным магнитопроводом и катушками намагничивания. При данной величине намагничивающего тока, протекающего по катушкам, и постоянной величине тока, протекающего по измерительной рамке индикаторного прибора, отклонение стрелки индикатора определяется магнитным потоком магнитопровода. Поток же при прочих равных условиях определяется

магнитным сопротивлением магнитопровода, в том числе и магнитным сопротивлением исследуемого образца, помещаемого между полюсами коэрцитиметра. В свою очередь, магнитное сопротивление образцов, имеющих одинаковый размер, определяется их термообработкой.

В работе исследуют образцы из конструкционной стали ШХ-15 и инструментальных сталей Х12 и Х6ВФ. Исследуемые образцы подвергались закалке и последующему отпуску по стандартным для этих сталей режимам (табл. 53). Нужно получить следующие данные:

1) размагничивающий ток I_c , соответствующий коэрцитивной силе H_c образца;

2) показание α , индикаторного прибора коэрцитиметра, соответствующее остаточной индукции B , образца;

3) показания α_c индикаторного прибора коэрцитиметра при постоянном значении размагничивающего тока, равного I_c образца из данной стали с максимальной твердостью.

Порядок выполнения работы: Измерение размагничивающего тока I_c и получение показаний индикаторного прибора α . 1. Потенциометры $R1$ и $R2$ полностью вывести.

2. Переключатель Π перевести в положение «выкл».

3. Установить образец на полюсы коэрцитиметра.

4. Включить сетевой выключатель B .

5. Переключатель Π поставить в положение «Н».

6. Переключатель Π перевести в положение «Р».

7. Потенциометром $R2$ установить в измерительной рамке 2 ток 4 мА.

8. Отсчитать показания α , стрелки индикаторного прибора и занести их в табл. 54.

9. Вводя потенциометр $R1$, подать размагничивающий ток в токовые катушки коэрцитиметра; увеличивать его до тех пор, пока

Марка стали	Параметр	За- калка	Отпуск при T К						
			473	523	623	753	873	973	1073
ШХ15	№ образца	1	2	3	4	5	6	7	8
	HRC	56—57	57—58	51—53	49—59	39—40	26—28	15—16	14—15
Х12	№ образца	58	46	47	48	48	410	410	51
	HRC	62—63	62—63	59—60	57—58	53—55	50—51	36—37	—
Х6ВФ	№ образца	66	62	67	68	610	611	613	614
	HRC	62—63	59—60	57—58	56—57	55—56	52—53	40—41	—

стрелка индикаторного прибора не установится в нулевое положение ($\alpha = 0$).

10. Отсчитать размагничивающий ток I_c (при $\alpha = 0$) и занести данные в табл. 54.

11. Вывести вновь потенциометры R_1 и R_2 и выключить сетевой выключатель B .

12. Переключатель Π поставить в положение «выкл».

13. Провести аналогичные измерения (п. 3—12) на всех остальных образцах.

Получение показаний индикаторного прибора α_c при $I_c = \text{const}$.

1. Выбрать «эталонный» образец испытуемой марки стали — образец, имеющий максимальную твердость HRC_{max} , и установить его на полюсы коэрцитиметра.

2. Осуществить операции п. 1—9 предыдущего раздела и во всех последующих операциях потенциометры R_1 и R_2 не трогать (сохранят ток в измерительной рамке 2 и $I_c = \text{const}$).

3. Выключить сетевой выключатель B и установить на полюсах коэрцитиметра другой образец (взамен эталонного) той же марки стали.

4. Переключатель Π поставить в положение «Н» и включить выключатель B .

5. Переключатель Π перевести в положение «Р» и записать показания стрелки индикаторного прибора в табл. 54.

6. Выполнить операции п. 3—5 этого раздела для всех образцов данной марки стали.

7. Провести аналогичные измерения (п. 1—6) для образцов двух остальных марок стали.

Марка стали	Параметр	За- калка	Отпуск при T К						
			473	523	623	753	873	973	1073
	№ образца								
	HRC								
	α_r (B_r) дел.								
	I_c (H_c) дел.								
	α_c дел. ($I_c = \text{const}$)								

8. По окончании всех измерений выключить сетевой выключатель В.

На основании всех измерений, сведенных в табл. 54, для каждой марки стали построить графики $I_c = f(T_{\text{отп}})$; $\alpha_r = f(T_{\text{отп}})$; $I_c = f(HRC)$; $\alpha_r = f(HRC)$ и сделать выводы о том:

а) Какой из измеренных параметров (I_c , α_r , α_c) наиболее структурно-чувствительный?

б) В каком диапазоне температур и твердости возможен контроль термообработки при помощи коэрцитиметра?

в) Измерение какого параметра (I_c , α_r , α_c) обеспечивает максимальную производительность контроля?

Вопросы для самопроверки: 1. По каким магнитным характеристикам коэрцитиметр позволяет контролировать качество термообработки стали?

2. Можно ли при помощи коэрцитиметра контролировать глубину и твердость цементированного слоя?

3. Влияет ли геометрия полюсных наконечников и расстояние между ними на результаты контроля?

4. Ограничивается ли применение коэрцитиметра размером и формой деталей?

5. Можно ли автоматизировать контроль при помощи коэрцитиметра?

Список литературы: [36]; с. 106—122; [57], с. 189—231; [64], с. 211—215.

42. ИЗУЧЕНИЕ ИЗОТЕРМИЧЕСКОГО РАСПАДА

АУСТЕНИТА В СТАЛЯХ НА АНИЗОМЕТРЕ СИСТЕМЫ

Н. С. АКУЛОВА

Краткие общие и теоретические сведения. В настоящее время широко применяются различные виды термической обработки сталей. Поэтому необходимо знать диаграммы кинетики превращений аустенита для различных сплавов (так называемые С-образные диаграммы), которые теперь приобретают такое же практическое значение, как и диаграммы состояний.

Для построения С-образных диаграмм чаще всего используют термомагнитный метод. Он основан на изучении изменений в магнитных свойствах материалов при нагреве, сопровождающих превращения

в сталях и других ферромагнитных сплавах. Этот метод имеет высокую чувствительность и достаточно точен.

Цель работы: 1. Ознакомиться с методикой изучения изотермического превращения аустенита в легированной стали на анизометре системы Н. С. Акулова при различных температурах изотермической выдержки.

2. Изучить способ построения С-образной диаграммы для данной стали по кривым изотермического превращения.

Содержание работы. Анизометр А. С. Акулова позволяет одновременно непрерывно регистрировать процесс и определять количество ферромагнитных составляющих (перлит, сорбит, троостит, мартенсит), которые образуются в стальном образце по мере распада парамагнитной фазы (аустенита). Все эти исследования проводят, наблюдая за пондеромоторными силами, действующими на ферромагнитный образец, который помещен в однородное поле электромагнита под некоторым углом к направлению поля H .

Момент сил, действующих на образец, зависит от природы, вида и количества ферромагнитных составляющих в образце, а также от угла, образующегося между осью образца и магнитным полем. В анизометре угол между образцом и силовыми линиями магнитного поля во время измерения изменяется настолько незначительно, что его можно считать практически постоянным. Поэтому изменение момента полностью определяется изменением количества ферромагнитных составляющих в образце. При малых углах поворота и достаточно большом магнитном поле ($H \approx 160$ кА/м) угол закручивания упругой системы, к которой прикрепляют образец, пропорционален количеству ферромагнитной фазы в образце.

По мере распада аустенита в исследуемом образце возрастает количество ферромагнитной фазы, отчего под действием магнитного поля увеличивается его намагниченность. Это вызывает увеличение пондеромоторных сил, поворачивающих образец, а следовательно, и увеличение угла закручивания упругой системы. Изменение угла поворота образца определяется по смещению светового пятна («зайчика») на шкале или щели фотокамеры при отражении светового луча от зеркальца, жестко связанного с образцом. Во втором случае процесс регистрируется на фотобумаге или фотопленке РТ-1, закрепленной на равномерно вращающемся барабане, в координатах «время (по окружности барабана) — угол поворота» (по образующей барабана).

Рассмотрим назначение основных частей анизометра Н. С. Акулова (рис. 86).

Электромагнит представляет собой магнитопровод из мягкого железа с полюсными наконечниками площадью сечения 55×60 мм. Расстояние между наконечниками может изменяться от 0 до 150 мм. В данной работе это расстояние постоянно и составляет 70 мм. Обмотка электромагнита состоит из двенадцати секций (катушек), которые можно соединять как последовательно, так и параллельно. В настоящей работе секции включены так, что электромагнит питается от сети постоянного тока напряжением 120 В и при токе 10 А создает напряженность магнитного поля 160 кА/м. .

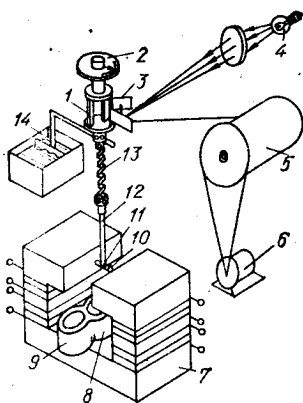


Рис. 86. Схема анизометра Н. С. Акулова:
1 — упругая механическая система; 2 — лимб; 3 — система зеркал; 4 — осветитель; 5 — фотокамера с вращающимся барабаном; 6 — электродвигатель с приводом; 7 — электромагнит; 8 — электропечь; 9 — изотермическая ванна; 10 — образец; 11 — нихромовая проволока; 12 — кварцевая трубка; 13 — пружина; 14 — демпфер

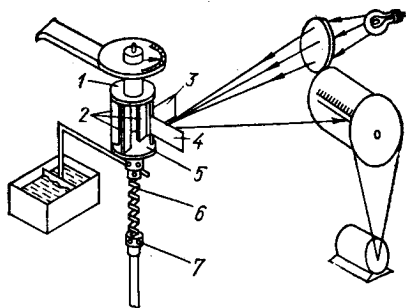


Рис. 87. Схема упругой механической системы анизометра:

1 — подвижная часть; 2 — упругие пластинки; 3, 4 — зеркала; 5 — неподвижная часть; 6 — пружина; 7 — втулка

Испытуемые образцы рекомендуется брать в виде эллипсоида вращения с размерами 3×20 мм. Практически выточить эллипсоид трудно, поэтому обычно применяют образцы цилиндрической формы с размерами 3×25 мм.

Упругая механическая система (рис. 87) состоит из неподвижной (верхней) и подвижной (нижней) частей, связанных между собой тензосметром. Тензосметр представляет собой три упругие пластинки (бериллиевая бронза толщиной 0,15 мм), впаянные в две шайбы. Одна шайба, связанная с неподвижной частью системы и несущая зеркало 4, остается неподвижной, а вторая, связанная с образцом и несущая зеркало 3, может поворачиваться относительно первой на некоторый угол и не может двигаться каким-либо иным образом.

Подвижная шайба оканчивается втулкой 7 с тремя регулировочными винтами для центровки держателя. Кварцевую трубку крепят внутри держателя винтами. Исследуемый образец закладывают в торцовые выемки на нижнем конце трубки и с помощью немагнитной проволоки с двумя петлями на концах, шпильки, пружины 6 и муфты туго притягивают к торцу трубки. Такое положение образца считается рабочим. Упругая система снабжена соответствующими приспособлениями для юстировки образца в магнитном поле.

Электрическая высокотемпературная печь Пч1 для нагрева исследуемого образца до аустенитного состояния и изотермическая ванна Пч2 (рис. 88) представляют собой керамико-силитовые тигли 100×40 мм, которые снабжены нагревательной обмоткой из нихромовой проволоки диаметром 0,8 мм (электропечь) и 0,5 мм (изотермическая ванна). Обмотка покрыта слоем асбеста и огнеупорной глиной. Печь рассчитана на нагревание до 1273 К, а изотермическая ванна — до 973 К. Регулировочными трансформаторами ЛАТР1 и ЛАТР2 (рис. 89) уста-

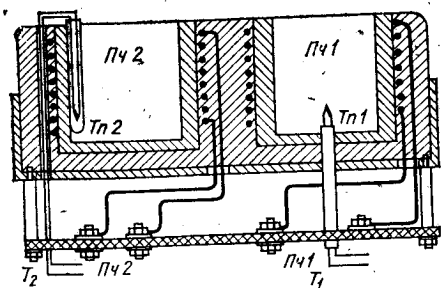


Рис. 88. Схематический разрез электропечи Пч1 и изотермической ванны Пч2

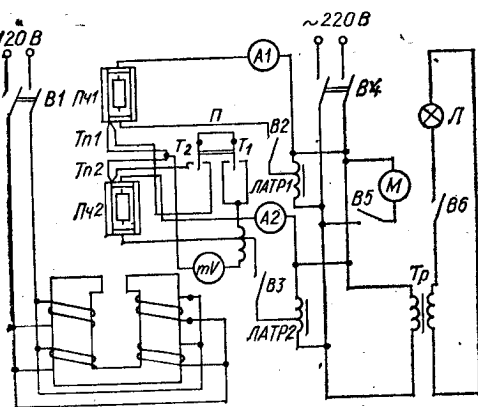


Рис. 89. Электрическая схема анизометра

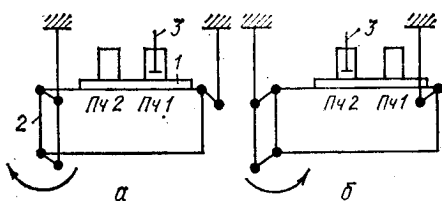


Рис. 90. Схема работы подающего механизма:

а — образец нагревается в Пч1; б — образец перенесен в изотермическую ванну Пч2; 1 — платформа; 2 — подвижная рама; 3 — испытуемый образец

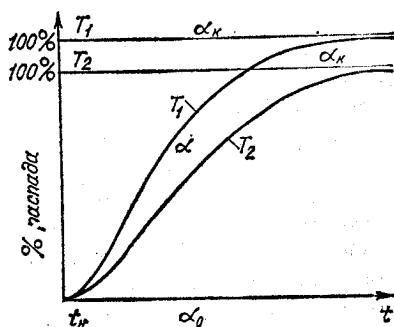


Рис. 91. Фотограммы изотермического распада аустенита

навливают такие режимы работы: печь Пч1 — $T = 1173 \text{ K}$; $I = 2,3 \text{ A}$; ванна Пч2 — $T = 523 \div 623 \text{ K}$; $I = 1,5 \div 2,0 \text{ A}$. Изотермической средой в ванне Пч2 служит олово.

Температура в печи и ванне измеряется хромель-алюмелевыми термопарами. Концы термопары, находящейся в изотермической ванне, помещены в фарфоровую трубочку, запаиваемую с одной стороны. Трубочка предохраняет термопару от разъедания расплавленным оловом. При помощи переключателя П термопары подключены к милливольтметру, отградуированному непосредственно в градусах. При положении T_1 переключателя П к милливольтметру подключается термопара Тн1 печи Пч1.

Механизм подачи печи и изотермической ванны к образцу (рис. 90) имеет платформу, которая укреплена на подвижной раме. На платформе установлены обе электрические печи Пч1 и Пч2, которые поочередно подводятся под образец. Сначала образец помещают в печь Пч1 (рис. 90, а), а затем — в изотермическую ванну (рис. 90, б). Оба положения рамы фиксируют винтом закрепления.

Приспособление для регулирования чувствительности анизометра. Зеркало 4 (см. рис. 87) крепится к неподвижной части упругой системы примерно под углом 45° к лучу, идущему от осветителя. Отразившись от неподвижного зеркала 4, луч падает на подвижное зеркало 3, находящееся под некоторым углом (около 45°) к первому зеркалу, а затем вновь попадает на первое зеркало и далее на шкалу фотокамеры. Поскольку луч дважды отражается от первого зеркала, то при повороте этого зеркала вокруг вертикальной оси на угол $\Delta\alpha$ отраженный луч поворачивается в пространстве на угол $4\Delta\alpha$. И вообще, если угол между зеркалами равен $45^\circ/n$, где n — целое число, то при повороте первого зеркала на угол $\Delta\alpha$ луч повернется на угол $2(n+1)\Delta\alpha$.

Таким образом, уменьшая угол между зеркалами, можно повысить чувствительность прибора. Однако с увеличением передаточного числа n увеличивается и потеря света при последовательных отражениях, а это ограничивает предел чувствительности прибора. Практически величина n не должна превышать 2—3 единиц. При размерах образца стали 30×3 мм и угле между образцами и полем 10 — 15° такая чувствительность является излишней и достаточно взять $n = 1$ или $n = 2$.

В настоящей работе зеркала установлены под углом 48° друг к другу, но этот угол в течение опыта изменяется вследствие поворота образца в магнитном поле и поворота связанного с ним второго зеркала таким образом, что движение «зайчика» по шкале совершается в пределах 120—140 делений.

В результате работы получают фотограммы изостермического распада аустенита (рис. 91) в образце из стали при температурах превращения 523—623 К. Ось абсцисс является линией отсчета времени распада. Ось ординат проводят из начальной точки оси абсцисс и делят на 10 равных частей. Каждая часть соответствует 10% распада аустенита. Такое разделение кривой распада аустенита будет правильно, если при ее получении выполняется основное требование: между приращением содержания ферромагнитных фаз образца в процессе превращения и изменением положения светового сигнала «зайчика» на шкале барабана существует прямолинейная зависимость. Это требование выполняется лишь в том случае, когда величина магнитного поля электромагнита достаточна для достижения магнитного насыщения. Тогда для определения степени распада $P\%$ аустенита можно применить формулу

$$P = [(\alpha - \alpha_0)/(\alpha_k - \alpha_0)] 100\%,$$

где α_0 — начальное положение светового сигнала при аустенитном состоянии образца; α — положение светового сигнала в некоторый момент превращения; α_k — конечное положение светового сигнала при 100%-ном распаде аустенита.

Порядок выполнения работы: 1. Выключателем В4 (см. рис. 89) установку включить в сеть ~ 220 В.

2. Выключателем В2 включить высокотемпературную печь Пч1; при помощи ЛАТР1 установить начальный ток 1,2 А и выдержать его 17—30 мин.

3. Выключателем ВЗ включить изотермическую ванну Пч2; при помощи ЛАТР2 установить ток 1,2 А; через 13—15 мин увеличить его до 1,6 А;

4. Температуру печей контролировать с помощью термопар Тn1 и Тn2, подключая их поочередно переключателем П к милливольтметру.

5. Освещая кабину красным светом, зарядить фотокамеру 5 (см. рис. 86) фотопленкой или фотобумагой. Для этого отсоединить привод вращения барабана, вынуть барабан из камеры, закрепить на нем фотоматериал и вставить барабан обратно в фотокамеру. Закрыть шторку камеры. В дальнейшем все операции, связанные с фотозаписью, проводить при красном свете.

6. Прижать образец к торцу кварцевой трубки при помощи нихромовой проволоки, шпильки и пружины. Закрепить кварцевую трубку во втулке двумя винтами. В верхнее отверстие втулки вставить держатель демпфера и закрепить его винтом.

7. Поместить втулку с кварцевой трубкой и образцом в головку анизометра так, чтобы образец располагался под углом 10—15° к осевой линии электромагнита. После этого укрепить втулку тремя винтами, расположенными в нижней части головки. Проверить расположение образца по отношению к полюсам электромагнита, пользуясь деревянным шаблоном. Если образец расположен не в центре межполюсного пространства, переместить его вверх или вниз по кронштейну, добиваясь точной центровки.

8. Включить осветитель выключателем В6 (см. рис. 89).

9. Включить электромагнит выключателем В1 и определить смещение «зайчика» по шкале барабана. Это смещение должно быть в пределах 120—130 делений, что соответствует углу между образцом и осью магнитного поля электромагнита 10—15°. Если смещение больше или меньше указанной величины, следует соответственно изменить угол поворота образца. Выключить электромагнит.

10. После того как образец полностью установлен, при красном свете включить (выключатель В5) электродвигатель вращения барабана и поднять шторку фотокамеры. Полный оборот барабан совершит за 4 мин. Спустя 4 мин закрыть шторку и выключить двигатель. Так на фотобумаге зафиксируется ось абсцисс (начальное положение образца при выключенном электромагните).

11. Подготовить к работе печь Пч1 и изотермическую ванну Пч2. Для этого ЛАТР1 увеличить ток до 2,2 А и непрерывно наблюдать за изменением температуры: через 10—15 мин температура достигнет рабочего значения (1173 К). Одновременно, увеличивая ЛАТР2 ток до 1,8 А, добиться повышения температуры изотермической ванны Пч2 до 523—573 К.

12. Снять специальной лопаточкой шлак с поверхности олова. С помощью рамы надвинуть ванну Пч2 на образец и выдержать его там 5—10 мин. При красном свете включить электромагнит, поднять шторку фотокамеры и включить затем электродвигатель. Дать барабану совершить полный оборот. При этом запишется линия, соответствующая 100% феррита (100% распада аустенита). Выключить электромаг-

нит и закрыть шторку. При обратном ходе «зайчика» записывается ось ординат (отмечается начало отсчета времени на оси абсцисс — см. п. 9).

13. С помощью рамы подвести к образцу печь Пч1. Выдержать образец 2—3 мин при рабочей температуре (1123—1173 К).

14. Включив электромагнит, проверить переход образца в аустенитное состояние («зайчик» на шкале не должен смещаться). Специальной лопаточкой осторожно снять шлак с поверхности олова, заполняющего изотермическую ванну.

15. При красном свете открыть шторку фотокамеры. По возможности быстро надвинуть изотермическую ванну на образец. Одновременно ключом В5 включить электромотор, приводящий во вращение барабан с фотопленкой.

16. По окончании фотозаписи («зайчик» неподвижен) выключить электромотор, закрыть шторку барабана, выключить электромагнит и опустить ванну.

17. С тем же образцом выполнить операции п.5; 9—16 при температурах изотермических выдержек 573—623 К (1,8—2,0 А).

18. При красном свете снять фотопленку барабана, вложить ее в светонепроницаемый конверт, перенести в фотокомнату, проявить и зафиксировать.

19. На фотограммах разметить оси координат и получить кривые изотермического распада аустенита в координатах «время — % распада».

20. Определив время инкубационного периода t_n и конца распада t_k , построить участок С-образной диаграммы для исследуемой марки стали.

Вопросы для самопроверки: 1. При какой напряженности магнитного поля следует записывать процесс распада аустенита?

2. Как записывается линия «100% аустенита»?

3. Почему линию «100% распада аустенита» записывают при нагреве образца до температур изотермической выдержки?

4. Можно ли считать, что линия «100% распада аустенита» соответствует 100% ферромагнитной фазы?

5. Что такое инкубационный период?

Список литературы: [3], с. 26—79; [32], с. 199—207; [36], с. 114—118.

43. ИССЛЕДОВАНИЕ ДЕФОРМАЦИОННОГО МАРТЕНСИТНОГО ПРЕВРАЩЕНИЯ В СТАЛИ АУСТЕНИТНОГО КЛАССА

Краткие общие и теоретические сведения. Стали аустенитного класса широко применяют в изделиях, работающих не только при высоких температурах, но и в условиях глубокого охлаждения. При этом в большинстве случаев эксплуатации изделий либо требуется полное сохранение аустенитного состояния, либо допускается незначительная степень распада аустенита. Поэтому количественное изучение мартенситного превращения в сталях аустенитного класса под действием напряжений в условиях глубокого охлаждения приобретает не только теоретический, но и практический интерес.

Цель работы: исследовать зависимость количества мартенсита, образующегося при деформации стали аустенитного класса в условиях глубокого охлаждения, от степени деформации.

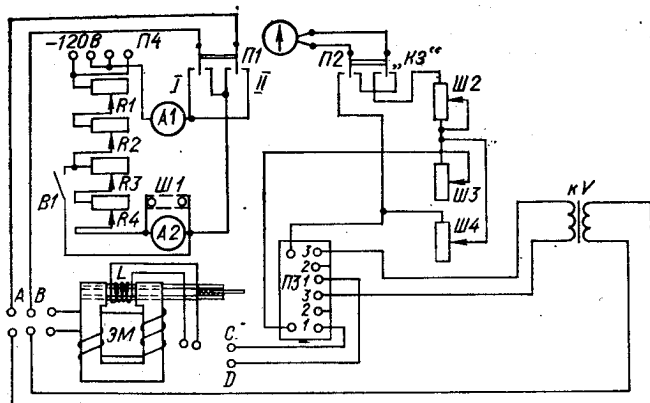


Рис. 92. Схема баллистической установки

Содержание работы. Исследуют образцы из стали аустенитного класса марки Х18Н10 (табл. 55, 56), подвергшиеся пластической деформации растяжения при температуре жидкого азота. Для определения количества мартенсита (α -фазы), образующегося при распаде аустенита, используют магнитные методы. В настоящей работе измерения предлагается провести двумя способами.

Измерение количества α -фазы на баллистической установке. Количество α -фазы (P_{α}^{-} %), образующейся при распаде аустенита, определяют, измеряя интенсивность $4\pi I_0$ намагничения насыщения образцов и вычисляя затем по формуле

$$P_{\alpha}^{-} = (4\pi I_0 / 4\pi I_{\alpha}) 100\%, \quad (1)$$

где $4\pi I_{\alpha}$ — интенсивность намагничения насыщения мартенсита (α -фазы) стали данного состава. Определяется $4\pi I_{\alpha}$ из литературных

Таблица 55

Элемент	C	Si	Mn	Ni	Cr	S	P
Содержание в стали Х18Н10, %	0,01	0,7	1,20	9,6—9,7	18,3	0,03	0,08

Таблица 56

№ образца из стали Х18Н10	3	5	6	7	8	9	10
Удлинение, %	1,7	3,9	4,8	6,6	6,0	7,9	9,6
Диаметр, мм	4,9	4,6	4,9	4,6	4,9	4,9	4,9

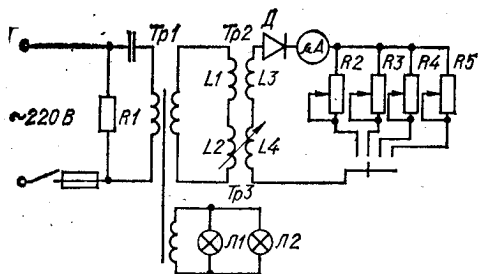


Рис. 93. Электрическая схема фазометра ФЦ-2

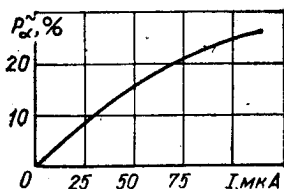


Рис. 94. Градуировочный график фазометра для образца из стали X18H10 диаметром 4,9 мм

данных о влиянии содержания легирующих элементов на величину $4\pi I$ феррита. Согласно [11], $4\pi I_{\alpha}$ стали X18H10 составляет 1,6 Тл.

Величину $4\pi I_0$ измеряют на баллистической установке (рис. 92) методом проталкивания образца.

Измерение количества α -фазы на ФЦ-2. Фазометр ФЦ-2 представляет собой дифференциальный индукционный прибор (рис. 93). Основными его элементами являются два воздушных трансформатора $Tr2$ и $Tr3$, выполненные на цилиндрических каркасах со сквозными отверстиями $\varnothing 11$ мм. Оба трансформатора совершенно идентичны по геометрическим размерам и обмоточным данным. Первичные (намагничивающие) обмотки $L1$, $L2$ трансформаторов включены между собой последовательно и через феррорезонансный стабилизатор $Tr1$ подключены к сети переменного тока. Напряженность магнитного поля, создаваемого намагничивающими обмотками в отверстиях трансформаторов, составляет 28 кА/м. Вторичные (индуктивные) обмотки $L3$, $L4$ включены между собой дифференциально и подключены к микроамперметру μA (М-24; 100 мкА) через выпрямитель D (диод Д-813) и сопротивления $R2-R5$.

Схема сбалансирована так, что при включении прибора в сеть стрелка микроамперметра остается неподвижной в нулевом положении. Если в отверстие трансформатора $Tr1$ ввести испытуемый образец, э. д. с., индуцируемая во вторичной обмотке трансформатора, увеличивается, возникает разбаланс и стрелка микроамперметра отклоняется на величину, определяемую количеством α -фазы в испытуемом образце.

Измеряют количество α -фазы на цилиндрических образцах длиной 60 мм и диаметром до 6,0 мм. Перед измерением прибор градуируют по эталонным образцам данной стали и данного размера, количество α -фазы в которых предварительно определено каким-нибудь из абсолютных методов, например магнитным, баллистическим или рентгеновским. Переходя к другим образцам, прибор подстраивают при помощи сопротивлений $R2-R5$. Градуировочный график фазометра для образца из стали X18H10 диаметром 4,9 мм приведен на рис. 94.

Порядок выполнения работы: Определение R_{α}^{-} на баллистической установке. 1. Подготовить схему (см. рис. 92);

№ образца	S_0 см ²	ε %	Отброс гальванометра, дел			$4\pi I_0 = \frac{C_b \alpha}{n S_0}$	$P_{\alpha} = \frac{4\pi I_0}{4\pi I_{\alpha}} 100\%$
			α_0	α_K	$\alpha_K - \alpha_0$		

а) к клеммам A, B подключить обмотку электромагнита ЭМ, а к клеммам C, D — измерительную катушку L ($r_L = 2 \text{ Ом}$);

б) установить на магазинах баллистического шунта ($K = 1$) сопротивления $R_{ш1} = \infty$; $R_{ш2} = 92 \text{ Ом}$; $R_{ш3} = 98 \text{ Ом}$;

в) переключатель П2 гальванометра перевести в положение «кз»;

г) переключатель П3 установить в положение 1;

д) выключатель В1 замкнуть;

е) реостаты $R1, R2, R3, R4$ полностью ввести;

ж) амперметр А1 включить на предел 5 А.

2. Выполнить измерения:

а) включить пускатель П4;

б) реостатами $R1$ и $R2$ установить намагничивающий ток $I = 1,5 \text{ А}$;

в) вставить образец в лодочку на державке и поместить внутри электромагнита ЭМ (образец должен находиться между полюсами электромагнита);

г) провести магнитную подготовку образца, многократно переключая П1 из положения I в положение II и обратно (три — четыре раза);

д) включить гальванометр переключателем П2;

е) выдернуть образец из измерительной катушки и записать в табл. 57 отброс гальванометра;

ж) выключить гальванометр переключателем П2;

з) выключить пускатель П4;

и) операции п. а) — з) повторить для каждого образца. По окончании измерения привести установку в исходное состояние;

к) вычислить величину $4\pi I_0$ по формуле

$$4\pi I_0 = C_b \alpha / n S_0, \quad (2)$$

где C_b — баллистическая постоянная гальванометра; $C_b = 1,85 \times 10^{-6} \text{ Вб/дел.}$; n — количество витков измерительной катушки; $n = 40$; S_0 — площадь поперечного сечения образца.

Измерение P_{α} на ФЦ-2. 1. Подключить прибор к сети $\sim 220 \text{ В}$.

2. Включить ФЦ-2 (при этом в левой части прибора зажжется прямоугольный сектор с его названием).

3. Переключателем В2 на лицевой панели ФЦ-2 (см. рис. 93) установить предел 20% для образца $\varnothing 5 \text{ мм}$.

4. Опустить образец в эбонитовый пенал и ввести в отверстие прибора. Записать показания микроамперметра в табл. 58 и определить по графику рис. 94 величину P_{α} .

Таблица 58

№ образца	ε %	I мкА	$P_{\alpha}^{\sim}$ %

5. Операцию 4 выполнить для всех образцов.

6. По окончании работы выключить прибор.

Завершив измерения P_{α}^{-} и $P_{\alpha}^{\sim}$, построить по данным табл. 57, 58 графики $P_{\alpha} = f(\varepsilon\%)$. Сравнить их и вычислить максимальную и минимальную расхожимости результатов по формуле

$$\delta P_{\alpha} = [(P_{\alpha}^{-} - P_{\alpha}^{\sim})/P_{\alpha}^{-}] 100\%.$$

Вопросы для самопроверки: 1. Какова чувствительность магнитных методов определения степени распада аустенита?

2. Назовите другие методы количественного определения степени распада аустенита. Какова их чувствительность?

3. Почему для определения количества образующегося мартенсита рекомендуют измерять индукцию (или 4л/) насыщения образца?

4. Каковы недостатки и достоинства метода измерения количества α -фазы в парамагнитном сплаве при помощи прибора ФП-2?

Список литературы: [11], с. 178—185; [18], с. 281—285; с. 305—311; [31], с. 134—157; [36], с. 114—118; [49], с. 71—103.

44. ИССЛЕДОВАНИЕ ЗАВИСИМОСТИ ТЕМПЕРАТУРЫ КЮРИ ОТ СОСТАВА ФЕРРОМАГНИТНЫХ СПЛАВОВ

Краткие общие и теоретические сведения. Температурой Кюри называют температуру перехода ферромагнитного вещества из ферромагнитного в парамагнитное состояние при условии, что этот переход не сопровождается перекристаллизацией. Температура Кюри — одна из основных характеристик каждого ферромагнетика. Являясь функцией состава сплава, температура Кюри в некоторых случаях может быть использована для исследования диаграмм состояния, например таких, как диаграммы состояния Fe—Cr, Fe—Ni, Cu—Ni и др.

Для измерения температуры Кюри существует несколько различных методов. Все они используют явление перехода ферромагнетика из ферромагнитного в парамагнитное состояние при температуре Кюри.

Цель работы: 1. Ознакомиться с одним из методов измерения температуры Кюри ферромагнетиков.

2. Исследовать зависимость температуры Кюри от состава ферромагнитного сплава.

Содержание работы. В работе используют индукционный метод измерения температуры Кюри. Испытуемый образец помещают внутрь соленоида, питаемого от сети переменного тока. При этом в индукционной катушке, проложенной под намагничивающей обмоткой соленоида, индуцируется э. д. с., пропорциональная индукции в образце. Находящийся в соленоиде образец нагревают и одновременно наблю-

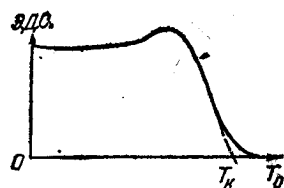


Рис. 95. График зависимости э. д. с. от температуры образца

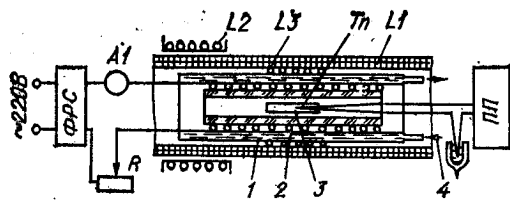


Рис. 96. Конструкция установки:

1 — охлаждающий цилиндр; 2 — нагревательная спираль (печь); 3 — образец; 4 — вода

дают за э. д. с. и температурой образца. По мере нагревания образца в слабом магнитном поле (~ 40 А/м) э. д. с. с приближением температуры образца к температуре Кюри несколько возрастает (рис. 95), а затем резко падает до нулевого значения. Точка пересечения прямолинейного участка ниспадающей кривой с осью абсцисс (T_K) является температурой Кюри испытуемого образца.

Установка представляет собой намагничивающий соленоид $L1$ (рис. 96, 97), внутри которого помещена фарфоровая трубка с нагревательной спиралью (печь). Трубка со спиралью размещена внутри охлаждающего цилиндра, обтекаемого проточной водой для тепловой защиты соленоида. На поверхность охлаждающего цилиндра наложена измерительная обмотка $L3$. На наружную поверхность обмотки $L1$ намагничивающего соленоида наложена компенсационная обмотка $L2$. Испытуемый образец вводят внутрь фарфоровой трубки и располагают в центре намагничивающего соленоида. В отверстие, высверленное в центре одного из торцов образца, вводят и там закрепляют горячий спай термопары Tn .

Намагничивающий соленоид $L1$ питается от сети переменного тока ~ 220 В через стабилизатор напряжения ФРС, понижающий трансформатор Tr , реостат R и амперметр $A1$. От того же феррорезонансного стабилизатора напряжения через ЛАТР и амперметр $A2$ питается и

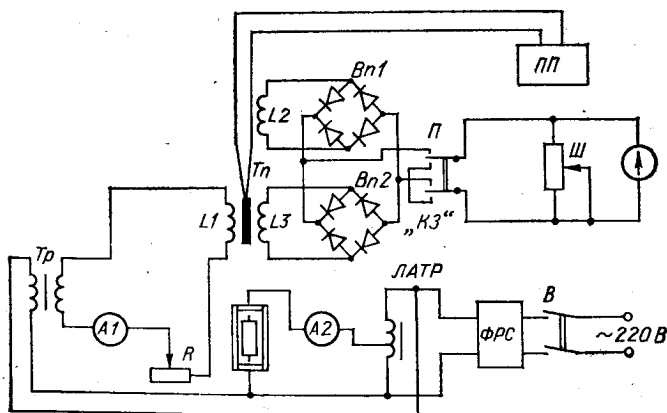


Рис. 97. Электрическая схема установки

№ измерения	1	2	3	4	...	n
Показания гальванометра α дел.						
Температура образца № . . .	мВ					
	К					

нагревательная спираль (печь). Концы измерительной катушки $L3$ и компенсационной катушки $L2$ через выпрямители $Bn1$, $Bn2$ и переключатель Π подключены к зеркальному гальванометру с шунтом Ш . При этом катушки $L3$ и $L2$ специально подключаются к гальванометру дифференциально. Компенсационная катушка введена в схему для того, чтобы иметь возможность скомпенсировать э. д. с. измерительной катушки при отсутствии образца в соленоиде, что позволяет увеличить чувствительность измерительной схемы.

В настоящей работе исследуют зависимость температуры Кюри сплава Ni—Cu от концентрации меди. Исследование проводят на цилиндрических образцах $\varnothing 6 \times 35$ мм, содержащих 0; 10; 20; 30% Cu .

Порядок выполнения работы: 1. Подготовить схему к измерениям:

- а) подать в установку воду, охлаждающую соленоид;
- б) установить шунтирующее сопротивление Ш (400 Ом);
- в) включить осветитель гальванометра;
- г) включить сетевой рубильник B и при помощи реостата R установить намагничивающий ток в соленоиде $I_n = 1,0$ А;
- д) включить гальванометр переключателем Π ;
- е) перемещая компенсационную катушку $L2$ вдоль соленоида (на 5—10 мм), установить «зайчик» гальванометра на 170—180 делений шкалы (влево от нуля). Выключить гальванометр, поставив переключатель Π в положение «кз»;

ж) подключить концы термопары к потенциометру ПП , проверить правильность ее включения (полярность) и отрегулировать рабочий ток потенциометра.

2. Провести измерения:

- а) ввести спай термопары в отверстие на торце образца № 1 и закрепить ее;
- б) ввести образец с термопарой внутрь соленоида, расположив его в центре соленоида;
- в) включить гальванометр (при этом «зайчик» гальванометра резко отклонится вправо);
- г) установить ток в нагревательной спирали $I_T = 1$ А;
- д) измерить э. д. с. термопары и одновременно определить положение «зайчика» гальванометра на шкале. Полученные данные занести

в табл. 59. Такие измерения проводить через каждую минуту. Когда «зайчик» гальванометра начнет быстро двигаться влево, интервал между измерениями уменьшить. Измерения выполнять до возвращения «зайчика» гальванометра в исходное, нулевое положение (положение, зафиксированное при отсутствии образца в соленоиде);

е) уменьшить ток I_T до нуля и извлечь испытанный образец из соленоида;

ж) операции п. а) — е) выполнить последовательно на образцах № 2; 3; 4.

3. Обработать результаты измерений:

а) вычислить и занести в табл. 59 фактическую температуру образца в каждый момент измерения с учетом температуры окружающей среды;

б) построить для каждого образца график зависимости показаний гальванометра от температуры образца и определить значение температуры Кюри, экстраполируя нисходящую ветвь кривой на нулевое (исходное) показание гальванометра;

в) построить зависимость температуры Кюри от содержания Си в сплаве.

Вопросы для самопроверки: 1. Каково определение температуры Кюри?

2. Какие способы измерения температуры Кюри Вам известны?

3. Является ли температура Кюри структурно-чувствительной характеристикой?

4. Каков характер зависимости температуры Кюри от содержания легирующего элемента в сплаве?

5. Можно ли использовать температуру Кюри при исследовании фазового состава сплава? при решении технических задач?

Список литературы: [32], с. 199—207; [36], с. 42—56.

45. ИССЛЕДОВАНИЕ ЗАВИСИМОСТИ УДЕЛЬНЫХ ПОТЕРЬ В ТОНКОЛИСТОВОЙ ЭЛЕКТРОТЕХНИЧЕСКОЙ СТАЛИ ОТ СОДЕРЖАНИЯ КРЕМНИЯ И СПОСОБА ПРОИЗВОДСТВА СТАЛИ

Краткие общие и теоретические сведения. Параметры электрических машин и аппаратов в значительной степени определяются качеством их магнитопроводов.

Одним из основных требований, предъявляемых к сердечникам трансформаторов, статорам и роторам электрических машин, сердечникам и якорям аппаратов в реле переменного тока, является низкий уровень удельных потерь. Уменьшение удельных потерь в стали магнитопроводов означает увеличение к. п. д. машин и аппаратов, уменьшение их перегрева, а следовательно, и увеличение их надежности и долговечности.

Для уменьшения удельных потерь магнитопроводы машин и аппаратов изготавливают из листовых электротехнических сталей, а в некоторых случаях — из пермаллоев и других специальных сплавов.

Цель работы: Исследовать зависимость удельных потерь в тонколистовой электротехнической стали от величины магнитной индукции содержания кремния в стали и технологии ее изготовления.

Содержание работы: Исследуют листовые электротехнические стали марок Э11, Э31, Э41 (горячекатаные) и марки Э310 (холоднокатаную).

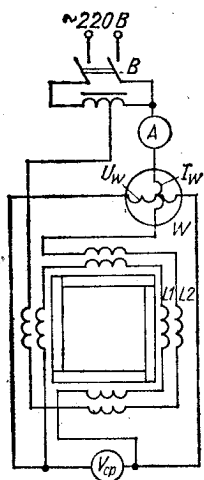


Рис. 98. Принципиальная электрическая схема аппарата Эпштейна с двумя обмотками

Содержание кремния в сталях и их плотность приведены в табл. 60.

Удельные потери в стали измеряют абсолютным ваттметровым способом в аппарате Эпштейна с двумя обмотками на образцах массой 1 кг. Образцы шихтуют из пластин размером $0,5 \times 30 \times 250$ мм. Потери в образцах измеряют при индукциях $B = 0,1; 0,3; 0,5; 1,0; 1,5$ Тл. По результатам измерений строят зависимости удельных потерь от индукции содержания кремния, а также сравнивают удельные потери в сталях марок Э31 и Э310.

В настоящей работе для измерения потерь используют универсальную ваттметровую установку типа У578, позволяющую измерять удельные потери и основную кривую намагничивания тонколистовых электротехнических сталей различными методами. Частью этой установки является аппарат Эпштейна с двумя обмотками (рис. 98).

Аппарат Эпштейна представляет собой 4 катушки, навитые равномерно на пустотелые гильзы прямоугольного сечения. При этом каждая катушка имеет две обмотки — намагничивающую $L2$ и измерительную $L1$. Катушки расположены так, что образуют стороны квадрата. Испытуемый образец массой 1 кг делят на 4 равных пакета массой по 0,250 кг каждый. Пакеты вставляются внутрь катушек и образуют замкнутую магнитную цепь.

Потери в образце измеряют последовательно при каждой из указанных ранее индукций. Напряжение, которое нужно подать на аппарат Эпштейна для создания в испытуемом образце заданной индукции, вычисляют по формуле

$$U_{cp} = 4fN_{L1}BS_o, \quad (1)$$

где B — заданная индукция, Тл; U_{cp} — искомое напряжение (среднее значение), В; f — частота переменного тока; $f = 50$ Гц; S_o — площадь поперечного сечения образца, m^2 ; N_{L1} — число витков измерительной обмотки.

Таблица 60

Марка стали	Содержание кремния, %		Плотность, $кг/м^3$
	Пределы	Среднее значение	
Э11	0,8—1,8	1,30	7750
Э31	2,8—3,8	3,30	7650
Э41	3,8—4,8	4,30	7550
Э310	2,8—3,5	3,15	7650

Величину S_0 вычисляют по массе образца из выражения

$$S_0 = Q/L\rho, \quad (2)$$

где Q — масса образца; $Q = 1,0$ кг; L — длина образца; $L = 1,0$ м; ρ — плотность образца, кг/м³.

Удельные потери в стали вычисляют из результатов измерения по формуле

$$P_{hf} = (1/Q) [(N_{L2}/N_{L1}) P_W - U_{cp}^2 (1/r_V + 1/r_W)], \quad (3)$$

где P_{hf} — удельные потери в стали, Вт/кг; Q — масса образца, кг; P_W — измеренная ваттметром мощность, Вт; N_{L2} , N_{L1} — число витков намагничивающей и измерительной обмоток соответственно; $N_{L2} = 300$ витков; $N_{L1} = 600$ витков; $U_{cp} (1/r_V + 1/r_W)$ — мощность, расходуемая на нагрев катушки вольтметра и потенциальной катушки ваттметра.

Это же выражение в рабочей форме имеет вид

$$P_{hf} = (1/Q) [(N_{L2}/N_{L1}) C_W \alpha_W - U_{cp}^2 (3/U_V^{np} + 5/U_W^{np}) 10^{-3}], \quad (4)$$

где α_W — показания ваттметра в делениях шкалы; C_W — постоянная ваттметра, Вт/дел.; $C_W = I_W^{np} U_W^{np} \cos \varphi / n_W$; $\cos \varphi = 0,1$ ($\cos \varphi$ ваттметра); n_W — число делений на шкале ваттметра; $n_W = 75$; I_W^{np} — предел измерений токовой катушки ваттметра, А; U_V^{np} — предел измерений потенциальной катушки ваттметра, В; U_W^{np} — предел измерений вольтметра средних значений, В; $(3 \text{ и } 5) 10^{-3}$ — предельный рабочий ток катушки вольтметра и потенциальной катушки ваттметра соответственно, А.

Порядок выполнения работы: 1. Подготовить схему к измерениям:

а) предварительно взвешенный образец испытуемой стали Э11 разделить на 4 одинаковых пакета (по числу пластин);

б) пакеты ввести внутрь катушек аппарата Эпштейна и закрепить в виде замкнутого магнитопровода при помощи специальных зажимных приспособлений;

в) подготовить таблицу для записи исходных данных и результатов измерения по образцу табл. 61;

г) пользуясь формулами (1), (2) и данными табл. 61 вычислить значения напряжений U_{cp} , соответствующих индукциям. Полученные значения занести в табл. 61;

д) вычислить необходимые значения и заполнить графы 3, 7, 8 табл. 61.

2. Провести измерения:

а) установить пределы измерений в соответствии с графами 4, 5, 6 табл. 61: на вольтметре средних значений $U_V^{np} = 15$ В; на ваттметре $U_W^{np} = 30$ В; $I_W^{np} = 2,5$ А;

б) включить сетевой рубильник В (рис. 98);

в) регулировочную ручку автотрансформатора РНО-250-5 передвинуть до упора влево;

B	$U_{\text{ср}}$		$U_V^{\text{пр}}$	$U_W^{\text{пр}}$	$I_W^{\text{пр}}$	$C_W = U_W^{\text{пр}} \times$ $\times I_W^{\text{пр}} 0,1 \times$ $\times \frac{1}{75}$	$U_{\text{ср}}^2 \left(\frac{3}{U_V^{\text{пр}}} + \right.$ $\left. + \frac{5}{U_W^{\text{пр}}} \right)^{-3}$	α_W	$\frac{N_{L2}}{N_{L1}} C_W \alpha_W$	$P_{\text{н}}$
Тл	В	дел.	В		А	Вт		дел.	Вт	Вт/кг
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
0,1			15	30	2,5					
0,3			15	30	2,5					
0,5			15	30	2,5					
1,0			30	30	5,0					
1,5			30	30	5,0					

г) нажать кнопку « P_{50} » на вертикальной панели (слева). При этом напряжение будет подано на автотрансформатор;

д) медленно вращая ручку автотрансформатора вправо, установить по вольтметру средних значений напряжение, соответствующее индукции $B = 0,1$ Тл и записать в графу 9 табл. 61 показания ваттметра;

е) выполнить операции п. д) последовательно для значений индукции $B = 0,3$ Тл и $B = 0,5$ Тл;

ж) вращая ручку автотрансформатора влево *уменьшить напряжение в схеме до нуля* и установить новые пределы измерения: $U_V^{\text{пр}} = 30$ В; $I_W^{\text{пр}} = 5$ А;

з) провести операции п. д) последовательно для значений индукций $B = 1,0$ Тл и $B = 1,5$ Тл;

и) при помощи автотрансформатора уменьшить напряжение в схеме до нуля;

к) нажать кнопку «начало работы» на вертикальной панели. При этом напряжение будет снято с автотрансформатора;

л) измерить потери в остальных образцах сталей: Э31, 341, Э310;

м) по окончании измерений на всех образцах выключить сетевой рубильник В.

3. Обработать результаты следующим образом:

а) вычислить удельные потери для каждой стали, пользуясь формулой (3), и заполнить графы 10 и 11 табл. 61;

б) построить графики $P_{\text{н}} = f(B)$ для всех сталей на одном листе; $P_{10} = f(\text{Si } \%)$ и $P_{15} = f(\text{Si } \%)$ — две кривые на одном листе;

в) сформулировать выводы о влиянии индукции, содержания кремния и технологии производства на удельные потери в стали.

Вопросы для самопроверки: 1. Какими физическими характеристиками определяются удельные потери в стали?

2. Зависят ли удельные потери от геометрии образцов?

3. Какова зависимость удельных потерь от величины индукции?
4. В чем причина различия удельных потерь в горяче- и холоднокатаной сталях при одинаковом их химическом составе?
5. Влияет ли пластическая деформация листов стали на величину удельных потерь?
6. Какие требования к штампованным листам предъявляют при сборке из них пакетов статоров либо роторов электрических машин переменного тока?
- Список литературы: [23], с. 75—107; [90], с. 405—413.

Раздел 7. МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА

В области науки о прочности и пластичности за последние 25 лет произошли существенные изменения, которые позволили перейти от общего описания процессов пластической деформации и разрушения к физически обоснованному анализу атомных механизмов этих процессов. Использование представлений о линейных, точечных и поверхностных дефектах кристаллической решетки позволило качественно, а иногда и количественно объяснить изменение механических свойств материалов в зависимости от структуры и условий испытаний.

Курс «Физические основы прочности и пластичности», читаемый студентам специальностей «Физика металлов», «Металловедение и термическая обработка», знакомит студентов с основами теории дефектов кристаллической решетки и механических свойств кристаллов. Среди дефектов особое место занимают дислокации. Изучение свойств дислокаций и других дефектов кристаллической решетки, понимание их поведения при воздействии различных внешних факторов дают ключ к объяснению многих проблем физики прочности и пластичности.

В разделе 7 практикума приведены описания четырех лабораторных работ по курсу «Физические основы прочности и пластичности». Авторы сочли нецелесообразным описывать методы измерения механических свойств. Такие работы обычно рассматриваются в курсах «Сопrotивление материалов», «Прикладная механика» и других и подробно освещены в литературе. В первых двух лабораторных работах (46 и 47) изучаются методы выявления дислокационных дефектов в кристаллах, измерения плотности дислокаций при деформации и описываются основы пластической деформации, вызванной движением дислокаций.

Кафедра металлофизики Харьковского ордена Ленина политехнического института им. В. И. Ленина уже более 25 лет проводит исследования в области пленочного материаловедения. Конденсированные пленки, которые еще сравнительно недавно рассматривались как экзотические объекты, в настоящее время определяют прогресс некоторых важнейших направлений новой техники. Помимо традиционного использования пленок в электронике и других смежных отраслях, непрерывно расширяется применение их в качестве защитных покрытий, а также в виде высокопрочной фольги с комплексом ценных

физических свойств. Поэтому в лабораторный практикум включены две работы по изучению релаксации напряжений (48), ползучести и длительной прочности (49) металлической фольги и пленки.

46. ВЫЯВЛЕНИЕ ДИСЛОКАЦИЙ В КРИСТАЛЛАХ МЕТОДОМ ТРАВЛЕНИЯ

Краткие общие и теоретические сведения. Метод химического травления успешно применяют для выявления выходов дислокаций на плоскости спайности кристаллов. Для этого подбирают травящие растворы, которые медленно и однородно травят бездислокационные участки кристалла и создают ямки травления на выходах дислокаций. Участки кристалла, содержащие выходы дислокаций, растравливаются ускоренно потому, что дислокации представляют собой линейные области сильно искаженной решетки. Работа отрыва атома от кристалла в ядре дислокаций ниже, чем на бездефектном участке решетки. В связи с этим скорость растворения (или окисления) кристалла здесь оказывается больше, что и приводит к образованию ямки травления в месте выхода дислокации на поверхность.

Ямки травления на выходах дислокаций, как правило, огранены (рис. 99) [13]. Огранка отражает симметрию протравливаемой грани кристалла.

Ямки травления могут возникать не только на дислокациях, но и на других неоднородностях кристалла, например на инородных включениях. Поэтому, подбирая травящий раствор, проводят несколько методических опытов, подтверждающих, что в процессе травления выявляются именно дислокации, а не другие неоднородности кристалла.

Основные особенности дислокаций [1] следующие: а) дислокация — это дефект, имеющий определенную линейную протяженность в кристалле; б) это подвижный дефект, меняющий свою позицию при нагружении кристалла; в) это дефект, который можно ввести в кристалл деформированием; г) дислокации — это дефекты, создающие плоские скопления в плоскостях скольжения и группирующиеся в стен-

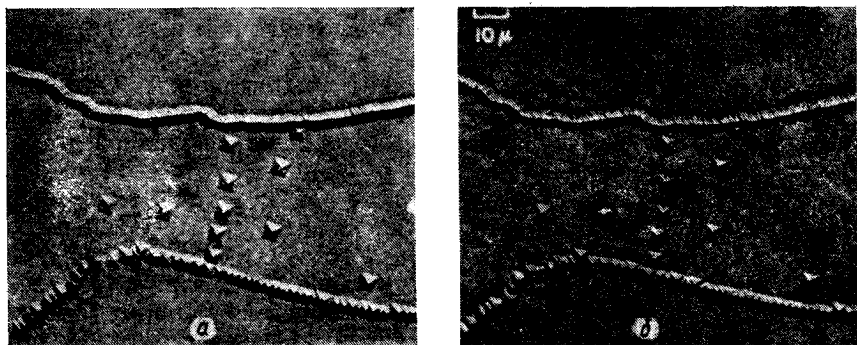


Рис. 99. Картины травления грани (001) на противоположных сторонах (а и б) одного раскола кристалла LiF по плоскости спайности (для простоты сравнения отпечаток б изображен зеркально отраженным) [1]

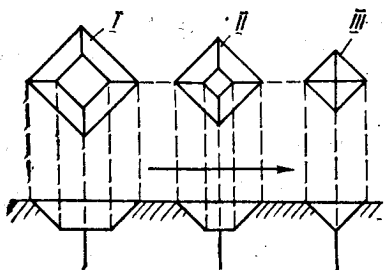


Рис. 100. Схема перемещения и изменения формы ямки травления при последовательном травлении и деформировании кристалла (плоскостные ямки I и II соответствуют промежуточным положениям дислокаций, остроконечная ямка III — конечному положению дислокации)

ки, создающие субграницы. Чтобы убедиться, что травящий раствор выявляет именно дислокации, выполняют серию проверочных экспериментов в соответствии с изложенными пунктами:

а) изучают картины травления одного и того же участка кристалла при многократном травлении. Если ямки травления образуются на дислокациях, то большинство ямок при повторном травлении сохраняют свои позиции, поскольку дислокации как линейные дефекты тянутся в глубь кристалла на достаточно большие расстояния (порядка 0,1 мм и более).

Протравливают две совпадающие поверхности раскола кристалла. Картины травления на этих двух половинках должны совпадать в основных своих деталях. Это является следствием того, что дислокации — линейные дефекты. Если они пересекают поверхность раскола, то их следы остаются как в одной, так и в другой части расколотого кристалла (рис. 99);

б) кристалл протравливают многократно, а в перерывах между процедурами травления слегка деформируют. В результате этих процессов дислокации смещаются и после повторного травления появляются новые ямки, отражающие новые позиции дислокаций. Старые ямки разрастаются только в ширину, поскольку дислокация, давшая повышенную скорость травления, из этого места ушла. Схема перемещения и изменения формы ямки травления при трехкратном травлении и двойном нагружении приведена на рис. 100. В процессе деформирования может происходить не только движение прямолинейных

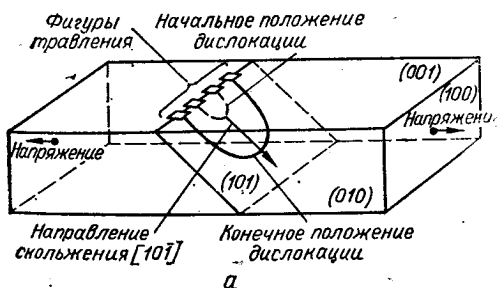


Рис. 101. Схема расположения расширяющейся дислокационной петли в плоскости скольжения кристалла LiF [11] (а) и картина травления (б)

отрезков дислокаций, но и расширение дислокационных петель (рис. 101);

в) кристалл протравливают в исходном состоянии, а затем на нем проводят царапину. Если теперь повторно протравить кристалл, то возле царапины должно появиться большое количество новых ямок, так как деформация вводит в кристалл новые дислокации;

г) в протравленных кристаллах должны наблюдаться ряды ямок травления (см. рис. 99), соответствующие дислокационным стенкам, создающим субграницы. В деформированных кристаллах наблюдаются ряды ямок травления, располагающиеся вдоль следов плоскостей скольжения.

Метод травления успешно применяют, выявляя выходы дислокаций на плоскости спайности ионных кристаллов, например на плоскости (001) кристаллов NaCl, KBr, LiF. Легко выявляются дислокации на плоскостях спайности металлических кристаллов, например, на базисной плоскости (0001) цинка, на плоскостях (111) висмута и сурьмы. Выявление дислокаций в металлах, не имеющих плоскостей спайности (Cu, Al, Ag и т. п.), представляет собой более сложную задачу. В этих кристаллах удается выявить дислокации, если изготовлены сечения, совпадающие с плоскостями малых индексов, например (111) и (001) меди.

Цель работы: 1. Освоить технику выявления дислокационных дефектов в кристаллах методом травления.

2. Исследовать дислокационную структуру монокристаллов NaCl и Bi.

Содержание работы. Монокристаллы NaCl и Bi травят в соответствующих растворах кислот и изучают дислокационную структуру в оптическом микроскопе МИМ-7. Затем кристаллы деформируют, сжимая до $\epsilon = 1 \div 2\%$ на микромашине (см. работу 47), и наблюдают изменение плотности дислокаций и их движение при деформировании.

Порядок выполнения работы: 1. Выполнить кристаллографическое построение, показывающее расположение плоскостей и направлений в кристалле NaCl. Рассчитать абсолютную величину вектора Бюргерса. Начертить плоскость (110). Нарисовать две полупетли с вектором Бюргерса $\frac{a}{2} [1\bar{1}0]$ так, чтобы концы одной выходили на плоскость (001), а другой — на плоскость (100). Аналогичным по содержанию является рис. 101. Указать, какие дислокации (винтовые, краевые) имеют выходы на плоскость (001) и (100) при заданном векторе Бюргерса.

Кристаллическая решетка NaCl — кубическая; $a = 0,565$ нм; плоскости спайности — типа (001); плоскость скольжения — типа (110), направление скольжения одно — $(1\bar{1}0)$.

2. Протравить кристаллы NaCl, чтобы выявить дислокации. Травитель — ледяная уксусная кислота CH_3COOH , насыщенная ионами цинка. Для травления опустить кристалл на 10–15 с в травитель, а затем удалить остатки кислоты фильтровальной бумагой. Качество травления будет зависеть от того, насколько быстро и тщательно высушить кристалл.

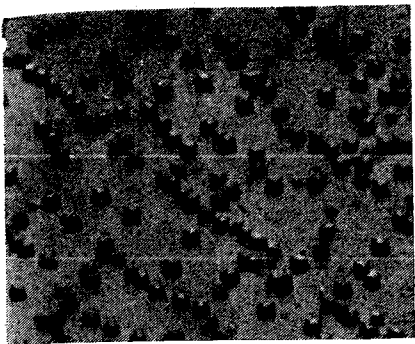


Рис. 102. Картина травления кристалла NaCl (увеличение — 450)

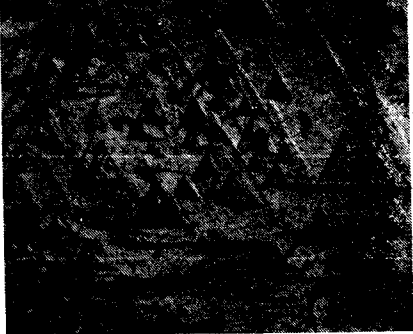


Рис. 103. Картина травления кристалла Bi (увеличение — 250)

3. На свежий скол каменной соли (NaCl) нанести несколько черточек-ориентиров. Протравить кристалл. Подобрать при рассматривании в микроскоп приметный участок с малым числом ямок травления. Зарисовать его. Повторно протравить. Найти исходный участок и установить изменение картины травления.

4. Расколоть кристалл каменной соли на две равные по толщине части. Протравить совпадающие поверхности раскола. Найти при рассматривании в бинокулярный микроскоп симметричные участки и сопоставить картины травления на них. Зарисовать их.

5. Подсчитать плотность ямок в субгранице и определить угол поворота кристаллической решетки на границе. Дислокации принять краевыми и использовать готовую микрофотографию рис. 99. Записать расчет, сделать эскиз.

6. Подсчитать на заданном преподавателем участке плотность ямок травления (используя готовую микрофотографию рис. 102).

7. Расколоть кристалл каменной соли и протравить его. Нанести несколько уколов иглой. Протравить вторично. Зарисовать розетки свежих ямок травления, определить системы скольжения.

8. Протравить плоскости спайности (111) кристалла Bi. Травитель 5—10%-ный раствор азотной кислоты в ледяной уксусной кислоте. Время травления — 10...30 с. Промыть кристалл в воде и высушить фильтровальной бумагой. Должна получиться картина травления, аналогичная показанной на рис. 103. Зарисовать ее. Подсчитать на готовой микрофотографии плотность ямок травления.

Вопросы для самопроверки: 1. Что такое контур и вектор Бюргерса?

2. Дать определение дислокации, пользуясь представлением о контуре Бюргерса.

3. Что такое краевая и винтовая дислокации? полная и частичная? призматическая дислокационная петля?

4. Что доказываются опытами по увеличению времени травления кристаллов при выявлении дислокаций? опытами по травлению двух половинок кристалла?

5. Какова структура дислокационных границ?

6. Как определяется плотность дислокаций и каковы типичные значения плотности для отожженных и деформированных кристаллов?

7. Как можно определить скорость движения дислокаций, используя метод травления?

Список литературы: [13], с. 82—116; [1], с. 13—90.

47. ПОСТРОЕНИЕ ДЕФОРМАЦИОННЫХ КРИВЫХ МОНОКРИСТАЛЛОВ

Краткие общие и теоретические сведения. Закон критического скалывающего напряжения. При деформировании растяжением кристаллов, сильно различающихся по ориентировке, получают существенно разные кривые «напряжение — деформация». Пределы текучести и прочности на растяжение, а также максимальное удлинение заметно анизотропны даже в случае кубических кристаллов, для которых некоторые другие физические свойства, например электросопротивление, изотропны. Чтобы можно было сравнивать поведение кристаллов различной ориентировки, приложенное растягивающее напряжение пересчитывают на напряжение сдвига, действующее вдоль направления скольжения в плоскости скольжения. На рис. 104 [85] показан кристалл (площадь поперечного сечения S), к которому приложена растягивающая нагрузка P , вызывающая растягивающее напряжение σ ; Ox — направление скольжения в плоскости скольжения, а λ — угол между осью растяжения и направлением скольжения. Ось растяжения составляет угол χ с плоскостью скольжения, поэтому площадь скольжения равна $S/\sin \chi$. Отсюда напряжение растяжения в плоскости скольжения

$$(P/S) \sin \chi = \sigma \sin \chi, \quad (1)$$

а напряжение сдвига по плоскости скольжения, приведенное к направлению скольжения,

$$\tau = \sigma \sin \chi \cos \lambda = \sigma \cos \varphi \cos \lambda, \quad (2)$$

где φ — угол между осью растяжения и нормалью ON к плоскости скольжения, а σ — напряжение растяжения.

Выражение (2) показывает, что при некоторых условиях напряжение τ равно нулю, а именно в том случае, когда ось растяжения параллельна плоскости скольжения ($\chi = 0^\circ$) или когда ось растяжения нормальна к плоскости скольжения ($\lambda = 90^\circ$). Таким образом, для этих двух предельных ориентировок деформация скольжения не должна иметь места, так как напряжение сдвига в направлении скольжения равно нулю. С другой стороны, максимальное сдвиговое напряжение получается, когда $\sin \chi \cos \lambda = 0,5$, что соответствует значениям углов χ и λ , равным 45° . Отсюда $\tau_{\max} = 0,5\sigma$.

Следовательно, если предел текучести σ_T для монокристаллов различной ориентировки преобразовать согласно выражению (2) в приведенное напряжение сдвига, то окажется, что результирующее напряжение сдвига τ^* — константа для данного металла. Иными словами, кристаллы данного металла начинают пластически деформироваться, когда приведенное напряжение сдвига по плоскости скольжения в направлении скольжения достигает постоянного критического значения τ^* .

Теоретическая кривая зависимости напряжения сдвига монокристаллов при растяжении от их ориентировки (рис. 105) описывается выражением

$$\tau^* = \sigma_T \sin \chi_0 \cos \lambda_0, \quad (3)$$

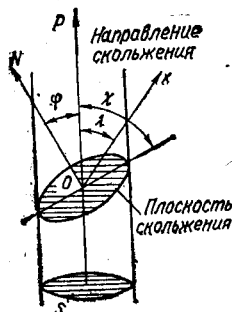


Рис. 104. К определению приведенного напряжения сдвига

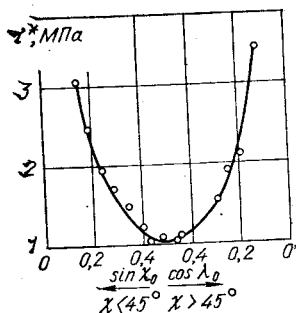


Рис. 105. Кривая зависимости напряжения сдвига монокристаллов при растяжении от их ориентировки [85]

где τ^* — критическое приведенное напряжение сдвига; σ_t — предел текучести при растяжении; χ_0 — начальный угол между плоскостью скольжения и осью растяжения; λ_0 — начальный угол между направлением скольжения и осью растяжения.

Типичные деформационные кривые для монокристаллов. Деформационные кривые принято строить в координатах «приведенное напряжение сдвига τ — приведенная деформация ϵ » (рис. 106). На этой кривой можно выделить три участка. Участок I соответствует легкому скольжению, наблюдающемуся в случае, если скольжение происходит только по одной системе. На участке II наблюдается быстрое деформационное упрочнение. Длина этого участка очень сильно меняется в зависимости от температуры и природы металла. Участок характеризуется скольжением в нескольких системах. Наконец, участок III переходит в участок III, на котором скорость деформационного упрочнения уменьшается.

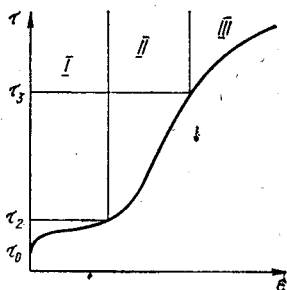


Рис. 106. Типичная кривая τ — ϵ для кристаллов чистого металла с г. ц. к.-решеткой

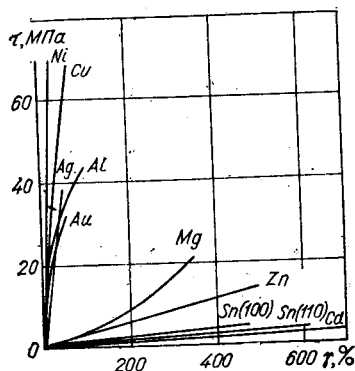


Рис. 107. Кривые «напряжения сдвига — сдвиговая деформация» для металлических кристаллов [85]

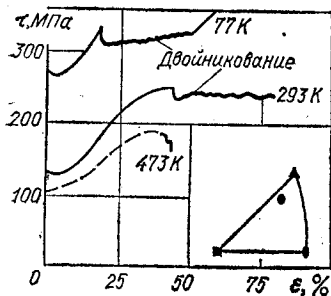


Рис. 108. Кривые «напряжения — деформация» для двойниющихся кристаллов сплава Cu — 10 ат.% In [85]

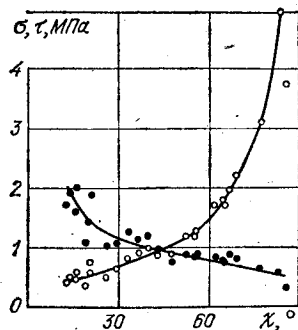


Рис. 109. Кривые зависимости напряжений, действующих на плоскость спайности при разрушении, от ориентировки кристаллов цинка [85]: ○ — растягивающая компонента разрушающего напряжения, перпендикулярная к плоскости спайности; ● — компонента приведенного напряжения сдвига в направлении скольжения в плоскости скольжения

Для различных металлов относительная доля трех участков упрочнения различна (рис. 107). Как видим, степень упрочнения г. ц. к. кристаллов намного больше, чем степень упрочнения гексагональных металлов — кадмия, олова, цинка, магния.

Деформационные кривые для двойниющихся кристаллов и хрупкое разрушение. Наступление двойникования обнаруживают по появлению зубчатости на деформационных кривых (рис. 108). Каждый скачок соответствует появлению двойниковой прослойки. Для таких кристаллов критическое напряжение сдвига не определяют. Измеряют лишь некоторый ориентировочный интервал напряжений, вызывающих двойникование.

Во многих кристаллических телах нарушение сплошности происходит в форме хрупкого разрушения или скола. Например, кристаллы с ионной и ковалентной связью более склонны к хрупкости, чем к проявлению существенной пластической деформации. Разрушение в виде истинного скола не известно для металлов с г. ц. к.-решеткой, но характерно для металлов с о. ц. к.-решеткой (Fe, Mo, Cr, V, W). В металлах с гексагональной решеткой (Zn, Mg, Ti, Zr, Be) при достаточно низких температурах наблюдается хрупкое разрушение по базисным плоскостям. Металлы с другими типами кристаллической решетки также могут быть хрупкими (например, Bi, Sb, U).

Максимальное напряжение отрыва определяют из следующего соотношения:

$$\sigma = (P/S) \sin^2 \chi, \quad (4)$$

где P — приложенная нагрузка; S — площадь поперечного сечения; χ — угол между плоскостью скола и направлением растягивающего напряжения.

Разрушающее напряжение отрыва σ при растяжении металлических монокристаллов очень сильно меняется в зависимости от их ориентировки (рис. 109). Критическим условием разрушения металлических

кристаллов является постоянство произведения нормального и касательного напряжений, действующих на плоскость спайности в момент отрыва:

$$\sigma\tau = \text{const},$$

(5)

что вытекает из эмпирической зависимости, представленной на рис. 109.

Цель работы: 1. Освоить микромашину для деформирования монокристаллов.

2. Построить деформационную кривую монокристалла каменной соли.

3. Определить критическое скалывающее напряжение, вызывающее скольжение.

4. Построить деформационную кривую для двойникующихся монокристаллов.

Содержание работы. Монокристаллы деформируют на специально сконструированной микромашине (рис. 110). Испытуемый образец помещают между нижней и верхней опорами. Верхняя опора контактирует со щелевым динамометром, 1 мкм сжатия или растяжения которого соответствует изменению нагрузки на 0,47 Н. Деформация динамометра измеряется индикатором часового типа с ценой деления 1 мкм. Нагружают образец, перемещая ходовой винт вверх или вниз. Для этого плавно вращают ручку червячного редуктора. Винтовая пара, гайкой которой служит червячное колесо, преобразует вращательное движение червяка в поступательное движение ходового винта.

Порядок выполнения работы: 1. Выколоть из монокристалла каменной соли образцы размерами (ориентировочно) $4 \times 4 \times 15$ мм.

2. Определить площадь поперечного сечения S_0 и длину образца l_0 в исходном состоянии (измерения выполнить штангенциркулем).

3. Деформировать образцы сжатием до относительной деформации 10—20%.

4. Построить деформационную кривую в координатах «напряжение в поперечном сечении ($\sigma = F/S_0$) — относительная деформация ($\epsilon = \Delta L/l_0$)». Определить критическое скалывающее напряжение для кристаллов каменной соли и пересчитать его на приведенное касательное напряжение по формуле (3). Плоскость скольжения для каменной соли (110); направление скольжения для каменной соли (110); направление скольжения по литературным данным — около 2 МПа.

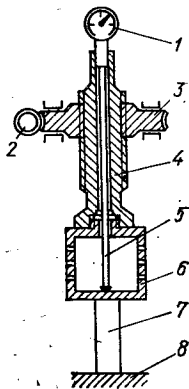


Рис. 110. Схема деформационной микромашины:

1 — индикатор часового типа; 2, 3 — червячный редуктор; 4 — ходовой винт; 5 — шток индикатора; 6 — щелевой динамометр (верхняя опора); 7 — испытуемый образец; 8 — нижняя опора

5. Проследить за изменением дислокационной структуры образца в процессе деформирования (протравить кристалл до деформирования и после различных степеней пластической деформации).
6. Провести деформирование на растяжение монокристалла висмута, построить деформационную кривую и определить максимальное напряжение отрыва, используя формулу (4).

Вопросы для самопроверки: 1. Каковы индексы плоскостей и направлений скольжения для основных кристаллических структур?

2. Сформулировать закон критического скалывающего напряжения.

3. Каковы основные типы деформационных кривых для монокристаллов?

4. Что такое упрочнение?

5. В чем особенность деформационных кривых двойнящихся монокристаллов?

Список литературы: [85], с. 13—40; [82], ч. 3, с. 149—206.

48. ИЗУЧЕНИЕ РЕЛАКСАЦИИ ДЕФОРМИРУЮЩЕГО НАПРЯЖЕНИЯ МЕТАЛЛИЧЕСКОЙ ФОЛЬГИ И ПЛЕНКИ

Краткие общие и теоретические сведения. Пластическая деформация — термически активируемый процесс, при котором предел текучести или напряжение течения изменяется в зависимости от температуры и скорости деформирования. В основе почти всех существующих теорий пластической деформации лежит та или иная дислокационная модель, т. е. тот конкретный механизм, действие которого приводит к деформационному упрочнению кристаллов.

При движении через кристалл дислокация испытывает на себе действие различного рода препятствий, которые можно разделить на два типа [25]:

1. Дальнедействующие препятствия, создающие вокруг себя поля напряжений, которые распространяются на большие (по сравнению с межатомными) расстояния. Это скопления примесных атомов, выделения второй фазы, дислокации в параллельных плоскостях и т. п.

2. Близкодействующие препятствия, создающие поля внутренних напряжений, которые быстро убывают с удалением от источника и на расстоянии, равном нескольким межатомным, становятся равными нулю. Это отдельные примесные атомы, дислокации леса, зоны Гинье—Престона, центры радиационных повреждений, а также напряжение Пайерлса.

При любой конечной температуре когерентные атомные флуктуации могут способствовать приложенному напряжению продвигать дислокации через препятствия, уменьшая тем самым необходимое прилагаемое напряжение. Однако термические флуктуации могут помогать дислокациям в преодолении лишь близкодействующих препятствий. Поэтому эта часть напряжений очень сильно зависит от температуры, тогда как напряжения, создаваемые дальнедействующими препятствиями, не могут быть преодолены термофлуктуационным путем и зависят от температуры лишь косвенно — через температурную зависимость модуля сдвига.

Когда в решетке имеются оба типа препятствий, *приложенное напряжение можно представить в виде суммы двух напряжений:

$$\sigma = \sigma^* + \sigma_{\mu}, \quad (1)$$

где σ^* — термическая компонента (эффективное напряжение), идущая на преодоление близкодействующих напряжений; σ_{μ} — атермическая компонента (внутреннее напряжение), представляющая собой ту часть напряжений, которая обеспечивает преодоление дальнедействующих напряжений.

В настоящее время есть много методов определения эффективных и внутренних напряжений. Эти методы основаны либо на измерениях как механических, так и других физических характеристик, либо на прямых измерениях кривизны дислокационных линий в просвечивающем электронном микроскопе или методом рентгеновской топографии. Наиболее распространились методы, связанные с измерением напряжения течения. Один из них — релаксация деформирующего напряжения.

В методах релаксации напряжений после мгновенной остановки штоков машины (точка А, рис. 111) образец под действием уменьшающегося напряжения продолжает пластически деформироваться (с убывающей скоростью) за счет термических флуктуаций, помогающих подвижным дислокациям преодолевать близкодействующие барьеры. Скорость релаксации со временем уменьшается до нуля (рис. 111). Это соответствует преодолению всех барьеров, которые могут быть преодолены при данном напряжении с помощью термоактивационных процессов, т. е. соответствует остановке дислокаций у дальнедействующих барьеров. Следовательно, при полной релаксации эффективное напряжение равно нулю и напряжение, приложенное к образцу, уравнивается только внутренними напряжениями. Однако для достижения полной релаксации, особенно при низких температурах, может потребоваться настолько много времени, что это невозможно будет воспроизвести в эксперименте. Поэтому экспериментально найденное напряжение всегда несколько больше внутренних напряжений. При повышенных и средних температурах возможны процессы возврата, которые приводят к заниженным значениям атермической компоненты.

Другой важнейшей характеристикой термоактивируемого движения дислокаций является активационный объем V [25]. В общем случае его можно найти из соотношения для средней скорости термоактивируемой пластической деформации:

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_0 \exp [-(H_0 - \sigma^*V)/kT], \quad (2)$$

где $\dot{\epsilon}_0$ — фактор, включающий в себя число активационных объемов, участвующих в деформации, частоту и энтропию тепловых колебаний, деформацию, обусловленную каждой «удачной» флуктуацией; H_0 — полная энергия активации; V — активационный объем.

Дифференцируя уравнение (2), можно получить выражение для экспериментального определения активационного объема [25]:

$$V = kT (\partial \ln \dot{\epsilon} / \partial \sigma^*)_T \approx kT (\Delta \ln \dot{\epsilon} / \Delta \sigma^*)_T. \quad (3)$$

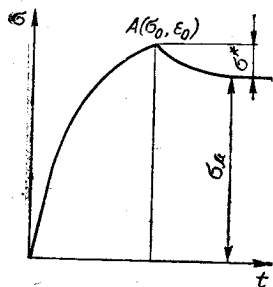


Рис. 111. Кривая релаксации напряжений (в точке A прекращается увеличение напряжения):

σ^* — уровень эффективных напряжений; σ_a — уровень внутренних напряжений

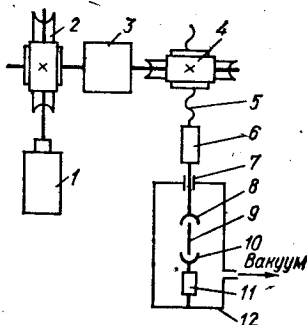


Рис. 112. Схема машины для испытания пленки и фольги:

1 — электродвигатель; 2, 4 — червячные редукторы; 3 — ступенчатый редуктор; 5 — ходовой винт; 6 — тензометрический датчик усилий; 7 — плунжерный ввод; 8, 10 — захваты; 9 — образец; 11 — устройство для изменения расстояния между захватами; 12 — вакуумная камера

Величину $(\Delta \ln \epsilon / \Delta \sigma^*)_T$ можно определить из опытов по ползучести, если скачком изменять приложенное напряжение на $\Delta \sigma$ и измерять вызванное этим скачком изменение скорости ползучести $\Delta \ln \epsilon$, а также из опытов в условиях активного деформирования. Для этого образец деформируют со скоростью ϵ_1 до некоторой деформации ϵ , после чего скорость резко меняют до ϵ_2 и определяют приращение напряжения $\Delta \sigma$ в момент изменения скорости. Кроме этого, активационный объем можно определить из опытов по релаксации напряжений. Если атермическая компонента напряжения остается постоянной в процессе релаксации, то изменение напряжения имеет место только за счет уменьшения эффективного напряжения. При этих условиях выполняется соотношение

$$d\sigma^*/d \ln \epsilon = \lambda = kT/V. \quad (4)$$

Как известно, на первых стадиях релаксации спад напряжения хорошо описывается логарифмическим законом

$$\Delta \sigma = (kT/V) \ln (\beta t + 1). \quad (5)$$

Из графика спада напряжения по времени в полулогарифмическом масштабе можно определить активационный объем V .

Цель работы:

1. Ознакомиться с установкой для испытаний фольги и пленки на активное растяжение и релаксацию.

2. Освоить методику испытаний и расчета основных механических характеристик.

3. Ознакомиться с элементами термоактивационного анализа.

Содержание работы. Механические испытания в режимах активного растяжения и релаксации напряжений проводят на микромашине жесткого типа с автоматической записью диаграммы растяжения

(рис. 112). Образец закрепляют между захватами машины. Деформацию осуществляют с постоянной скоростью 6—20 мкм/с. Усилие, передаваемое от электромотора через систему редукторов на образец, измеряется тензометрическим датчиком с точностью $\pm 2\%$. Температуры ниже комнатной получают, погружая объект в жидкий азот (77 К) либо в охлажденный спирт (~ 180 К) [22]. Машина позволяет проводить испытания и на релаксацию напряжений. Для этого по достижении заданной степени пластической деформации электродвигатель останавливают и на диаграммной ленте записывается кривая изменения напряжения во времени. Через некоторое время машину вновь включают и растяжение образца продолжается до следующего заданного уровня пластической деформации.

Для проведения испытаний на описанной микромашине используют образцы прямоугольной формы размерами 3×30 мм толщиной 15—200 мкм. Объектом исследования может быть фольга металлургического производства и металлические конденсированные в вакууме пленки, отделенные от подложки. В данной лабораторной работе используют медную фольгу, полученную прокаткой листовой меди до толщины 100—200 мкм или пленку толщиной 30—50 мкм.

Порядок выполнения работы: 1. Ознакомиться с машиной для активного растяжения.

2. Приготовить образцы для испытаний, вырезав их из медной фольги или конденсированных пленок.

3. Пронумеровать образцы и определить площадь поперечного сечения.

4. Установить образец № 1 в захваты.

5. Продеформировать его до $\varepsilon_{пл} \approx 0,5\%$, выключить электродвигатель и записать на диаграммной ленте кривую релаксации.

6. Включить электродвигатель. Повторные кривые релаксации снять при $\varepsilon = 5; 10; 15\%$.

7. Закрепить в захватах образец № 2, охладить его до температуры 77 К, погрузив вместе с захватами в жидкий азот и выдержав в течение 10 мин.

8. Снять кривые релаксации при $\varepsilon = 0,5; 5; 10; 15\%$.

9. Определить пределы пропорциональности $\sigma_{пл}$, текучести $\sigma_{0,2}$, прочности σ_b и общую деформацию до разрушения для испытанных образцов (рис. 113). Результаты измерений занести в табл. 62.

10. Определить внутренние и эффективные напряжения и активационный объем на каждой релаксационной кривой. Результаты занести в табл. 63.

11. Построить графики в координатах $V - \varepsilon$ для каждого образца.

12. Определить влияние температуры испытания на глубину релаксации и активационные параметры.

Результаты обработать в следующем порядке:

1. Определить масштаб диаграммы с помощью соответствующей тарировки.

2. Напряжения рассчитывать по формуле

$$\sigma = nI/S,$$

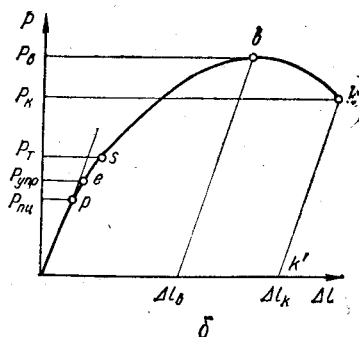
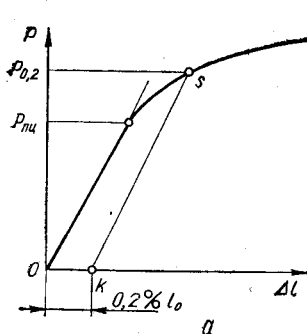


Рис. 113. Определение основных механических характеристик по диаграмме растяжения:

a — σ_{nc} и $\sigma_{0,2}$; *б* — σ_B и S_K

где n — нагрузка, приходящаяся на 1 мм диаграммы; l — длина перпендикуляра, восставленного от нуля диаграммы до точки, в которой определяется напряжение; S — площадь поперечного сечения образца.

3. Определить напряжение начала релаксации σ_0 .

4. Из точки σ_0 провести линию, параллельную оси t , и определить глубину релаксации $\Delta\sigma$ через 300 с после начала релаксации. Эту величину можно принять подобной величине σ^* .

5. Определить внутренние напряжения по формуле

$$\sigma_{\mu} = \sigma_0 - \sigma^* \approx \sigma_0 - \Delta\sigma_{300c}.$$

Таблица 62

№ образца	S_0 , мм ²	$T_{исп} K$	σ_{nc} МПа	$\sigma_{0,2}$ МПа	σ_B МПа	$\epsilon_{общ}$ %
1						
2						

Таблица 63

№ образца	$\epsilon_{рел}$ %	σ_0 МПа	$\Delta\sigma \approx \sigma^*$ МПа	$\sigma_{\mu} = \sigma_0 - \Delta\sigma$ МПа	λ мм	V см ³
1	0,5					
	5					
	10					
	15					
2	0,5					
	5					
	10					
	15					

6. Для определения активационного объема определить глубину релаксации через равные промежутки времени 10; 20; 30; ..., 300 с. Построить график в координатах $\Delta\sigma - \lg t$. Величину активационного объема рассчитать по формуле

$$\lambda = kT/V,$$

где $k = 1,38 \cdot 10^{-23}$ Дж/К; T — в кельвинах.

- Вопросы для самопроверки:**
1. Что называется пределом пропорциональности? пределом текучести? пределом прочности?
 2. От каких параметров зависит скорость пластической деформации?
 3. В чем суть термической активации пластической деформации?
 4. При каких условиях и почему пластическая деформация носит атермический характер?
 5. На какие составляющие можно разложить напряжение течения? Чем они обусловлены?
 6. Какими методами можно определить эффективные и внутренние напряжения?
 7. Что такое активационный объем? Какие методы определения активационного объема Вы знаете?

Список литературы: [25], с. 172—206; [86], с. 7—37; [22].

49. ИЗУЧЕНИЕ ПОЛЗУЧЕСТИ И ДЛИТЕЛЬНОЙ ПРОЧНОСТИ МЕТАЛЛИЧЕСКОЙ ФОЛЬГИ И ПЛЕНКИ

Краткие общие и теоретические сведения. До недавнего времени представление о прочности — важнейшей характеристике металлов — базировалось на понятии о критическом характере разрушения. Под пределом прочности понималось такое критическое значение внешнего напряжения, незначительное превышение которого приводит к разрушению тела. Наряду с этим уже давно были известны факты, свидетельствовавшие о том, что напряжение — не единственный параметр, определяющий прочность. Важным является также время, в течение которого тело находится под нагрузкой. Однако всем этим фактам не придавали конкретного физического смысла и считали, что имеет место действие побочных причин (влияние внешней среды, структурные изменения и др.), снижающих со временем предел прочности.

В настоящее время общепринято, что пластическая деформация металлов зависит от времени. Проявлением динамической природы пластической деформации является ползучесть, при которой деформация увеличивается во времени при постоянном напряжении и температуре.

Зависимость деформации образца от времени испытания в условиях ползучести описывается кривой ползучести (рис. 114). В классическом случае эта кривая состоит из трех участков, соответствующих трем стадиям ползучести. На первой стадии (I) скорость деформации убывает со временем (неустановившаяся ползучесть), на второй стадии (II) деформация протекает с постоянной скоростью (установившаяся ползучесть), начиная с третьей стадии (III), деформация идет с нарастающей скоростью и процесс заканчивается разрушением [82]. В зависимости от условий испытания (температуры или величины напряжений) относительный вклад каждой

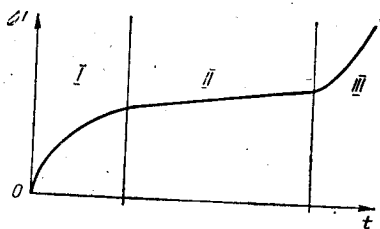
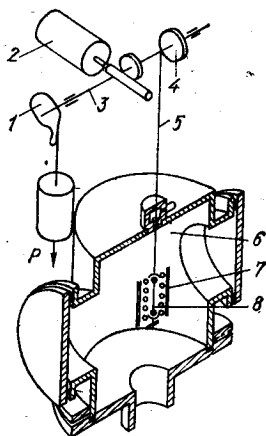


Рис. 114. Типичная кривая ползучести:
I — неустановившаяся ползучесть; II — установившаяся ползучесть; III — ускоренная деформация, предшествующая разрушению

Рис. 115. Схема установки для испытаний на ползучесть и длительную прочность:

1 — рычаг Andrade; 2 — датчик перемещений; 3 — ось; 4 — блок; 5 — подвижный захват; 6 — вакуумная установка; 7 — печь с экранами; 8 — образец



стадии в кривую ползучести может существенно измениться. Так, при низких температурах наблюдается только первая стадия, а при высоких — только первая и третья. Общее время от момента приложения нагрузки до разрушения называют долговечностью образца при данном напряжении. Исследования, проведенные С. Н. Журковым, Б. Я. Пинесом и другими, показали, что наличие временной зависимости прочности (долговечности) означает глубокую связь разрушения со временем пребывания тела в нагруженном состоянии.

Влияние временного фактора на прочность изучалось, как правило, в условиях одноосного растяжения. При испытании измеряли время от момента приложения нагрузки до разрыва (долговечность τ) в зависимости от величины растягивающего напряжения σ и температуры T . Эксперименты, проведенные в широком диапазоне значений долговечности (10^{-3} — 10^7 с), показали, что для многих твердых тел (металлов, сплавов, неметаллов) наблюдается единая закономерность. В координатах $\lg \tau$ — σ (при $T = \text{const}$) она представляет собой прямую линию. Обработка экспериментальных данных привела к универсальной формуле [59, 27]

$$\tau = \tau_0 \exp [(U_0 - \gamma\sigma)/kT], \quad (1)$$

где τ_0 , U_0 , γ — постоянные, имеющие определенный физический смысл и характеризующие прочностные свойства материалов; k — постоянная Больцмана. Соотношение справедливо для равновесных материалов, испытанных при не слишком малых напряжениях и температурах $T < 0,5T_s$.

Величина U_0 , представляющая собой по смыслу зависимости (1) начальный активационный барьер ненапряженного тела, совпадает для металлов с энергией связи атомов в кристаллической решетке. Это обстоятельство, а также кинетический, активационный характер уравнения позволили рассматривать разрушение как процесс, протекающий в теле с момента приложения нагрузки и заключающийся в последовательном разрыве межатомных связей под влиянием приложенного напряжения и термических флуктуаций. При этом для про-

цессов разрушения и ползучести наблюдается тесная взаимосвязь, при которой скорость одного процесса может предопределяться скоростью другого.

Из уравнения (1) следует, что при заданном напряжении $U(\sigma) = U_0 - \gamma\sigma = kT \ln(\tau/\tau_0)$. Поэтому, зная $\tau(\sigma, T)$ и τ_0 , можно построить зависимость $U(\sigma)$ и экстраполяцией оценить важный физический параметр — величину U_0 .

Цель работы: 1. Ознакомиться с установкой для испытаний на ползучесть и длительную прочность.

2. Освоить методику испытаний и построить кривые ползучести и долговечности для конденсированных пленок и прокатанной фольги меди.

Содержание работы. Испытания на ползучесть и длительную прочность пленок и фольги проводят на установке (рис. 115), конструкция которой [27] отличается высокой чувствительностью к малым нагрузкам. Это позволяет испытывать образцы в виде пленок и фольги толщиной ~ 5 мкм. Если нужно, испытания проводят в вакууме $\sim 1,3 \cdot 10^{-3}$ Па, так что интервал температур, при которых возможны измерения, составляет 77—1000 К.

Образец закрепляется в захватах и нагружается грузом P через систему блоков. Сила F , действующая на образец, определяется из соотношения

$$F = PR/r = 6P,$$

где R — начальный радиус рычага; r — радиус блока. Один из блоков имеет переменный радиус, так что с уменьшением сечения образца в процессе его удлинения пропорционально изменяется и сила, действующая на образец. Напряжение σ остается постоянным.

Долговечность материалов обычно изменяется в очень широком диапазоне — от 10^{-1} до 10^6 с. При больших значениях τ (10^2 — 10^6 с) испытания ведут, плавно нагружая образец постоянной нагрузкой F . Для реализации малых значений долговечности (10^{-1} —10 с) применяют скоростной разрыв водой, натекающей в сосуд с заданной скоростью. Для этого случая

$$\tau = t/2,3\sigma\alpha, \quad (2)$$

где t — время натекания воды в сосуд до разрыва образца; σ — напряжение, при котором разорвался образец; α — значение тангенса угла наклона прямой в координатах $\lg \tau - \sigma$; при расчетах принимают $\alpha = 0,2$.

Порядок выполнения работы: 1. Ознакомиться с прибором.

2. Приготовить образцы для испытаний, вырезав их из медной фольги (4 шт.) и конденсированной пленки (2 шт.).

3. Определить площадь поперечного сечения и начальную длину образцов; пронумеровать их.

4. Установить один образец в захваты и нагрузить грузом, соответствующим напряжению σ_1 (по указанию руководителя).

Таблица 64

Параметр	Фольга	Пленка
σ МПа		
τ с		
ε %/ч		

5. Снять кривую ползучести этого образца в координатах «удлинение Δl мкм — время t мин». Определить скорость установившейся ползучести в %/ч.

6. Довести образец до разрушения и определить его долговечность τ_1 при заданном напряжении σ_1 .

7. Операции 4—6 провести для остальных образцов при различных напряжениях $\sigma_2, \sigma_3, \sigma_4, \sigma_5$ и σ_6 (выбирают по указанию руководителя).

8. На миллиметровой бумаге построить кривые ползучести фольги и пленок для различных напряжений при комнатной температуре.

9. Построить график временной зависимости прочности в координатах $\lg \tau - \sigma$.

10. Используя соотношение (1), построить график зависимости $U(\sigma)$ в координатах $U - \sigma$ и экстраполяцией оценить U_0 .

11. Данные измерения скорости ползучести и долговечности при различных напряжениях записать в табл. 64.

12. Проанализировать полученные результаты и сделать выводы о том, как влияют степень неравновесности и величина приложенных напряжений на закономерности ползучести и долговечности фольги и пленок.

Вопросы для самопроверки: 1. Каковы механизмы роста трещин при разрушении?

2. При каких условиях справедлива зависимость С. Н. Журкова для долговечности?

3. Какова типичная кривая ползучести и ее основные стадии?

4. Какие факторы контролируют скорость установившейся ползучести?

5. Какие недислокационные механизмы деформирования могут действовать при ползучести?

Список литературы: [27], с. 3198—3201.

Раздел 8. ДЕФЕКТОСКОПИЯ

Чтобы существенно улучшить качество промышленной продукции, а следовательно, повышать надежность и долговечность машин и агрегатов, необходимо совершенствовать производство и методы массового контроля качества продукции. Контроль качества — это проверка соответствия показателей качества установленным требованиям ГОСТа.

В настоящее время применяют неразрушающий контроль, который позволяет проверить качество продукции, не нарушая ее пригодности к использованию по назначению. Существующие средства неразрушающего контроля дают возможность: а) выявить дефекты типа нарушений сплошности материала; б) проконтролировать геометрические параметры изделия; в) оценить структуру материала изделия; г) оценить физико-химические свойства материалов.

Приборы для неразрушающего контроля называют дефектоскопами, а совокупность физических методов контроля без разрушения —

дефектоскопией. В зависимости от используемого физического принципа все методы дефектоскопии делят на десять основных видов.

Методы дефектоскопии позволяют осуществлять сплошной контроль. Только сплошной, а не выборочный контроль дает гарантию высокого качества всех выпускаемых изделий. В большинстве случаев методы дефектоскопии позволяют автоматизировать процесс контроля, благодаря чему достигается высокая производительность. В движущихся изделиях или изделиях, нагретых до высоких температур, дефекты обнаруживаются бесконтактным контролем. Использование неразрушающего контроля в эксплуатации позволяет обеспечить высокую надежность и долговечность машин, а также безопасность движения на транспорте.

В предлагаемом практикуме представлены ознакомительные работы по четырем видам дефектоскопии — ультразвуковой, люминесцентной, магнитопорошковой и электромагнитной. Работы носят исследовательский характер с целью научить студентов находить оптимальный режим контроля.

50. ИССЛЕДОВАНИЕ ЧУВСТВИТЕЛЬНОСТИ МЕТОДА МАГНИТНОЙ СУСПЕНЗИИ

Краткие общие и теоретические сведения. Методом магнитной суспензии обнаруживают, главным образом, поверхностные, а в некоторых случаях и внутренние трещины, несплошности, расслоения, неметаллические включения в изделиях из ферромагнитных материалов. Обладая высокой чувствительностью, не требуя сложной аппаратуры и являясь исключительно производительным, метод применяется в настоящее время чрезвычайно широко на всех машиностроительных и металлообрабатывающих предприятиях для массового контроля различных деталей машин и инструмента.

На намагниченное испытуемое изделие наносят магнитную суспензию, представляющую собой взвесь мелкодисперсного ферромагнитного порошка в жидкости (чаще всего — в керосине). При намагничивании над дефектом образуется поток рассеяния. Частицы суспензии втягиваются этим потоком и обрисовывают контур дефекта.

Процесс контроля изделий методом магнитной суспензии состоит из таких операций: а) намагничивание изделия; б) нанесение индикатора полей рассеяния и регистрация выявленных дефектов; в) размагничивание изделия.

В зависимости от формы и размеров контролируемых изделий, а также от характера обнаруживаемых дефектов изделия намагничивают одним из следующих способов: а) в поле электромагнита либо соленоида; б) в поле тока, пропускаемого через изделие (циркулярное намагничивание); в) одновременно в поле электромагнита и в циркулярном поле (комбинированное намагничивание). При использовании любого из перечисленных способов намагничивание проводят так, чтобы направление магнитного потока в изделии составляло с направлением обнаруживаемого дефекта угол, близкий к 90° . Намагничивание изделий можно производить как в постоянном, так и в переменном магнитном поле.

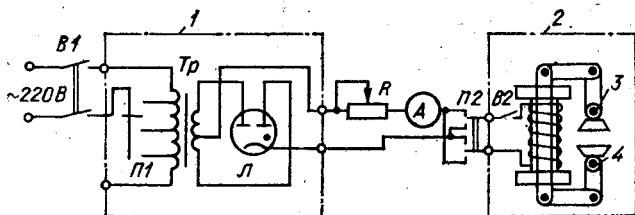


Рис. 116. Схема питания электромагнита:

1 — газотронный выпрямитель; 2 — электромагнит; 3, 4 — полюсы электромагнита

Как индикаторы полей рассеяния в магнитной дефектоскопии используют магнитные суспензии — взвеси мелкодисперсного магнитного порошка (железо, Fe_3O_4 , Fe_2O_3 — магнитная модификация) в различных жидкостях (керосин, минеральные масла, вода и др.).

Размагничивают изделия, внося их в переменное магнитное поле соленоида и постепенно уменьшая напряженность поля от H_{max} до нуля. Максимальное размагничивающее поле должно превышать коэрцитивную силу изделия не менее чем в 10 раз ($H_{\text{max}} \geq 10H_c$). Чувствительность метода магнитной суспензии к обнаружению поверхностных и внутренних дефектов различна и зависит от многих факторов — способа намагничивания изделия, величины создаваемой в изделии индукции, состава магнитной суспензии и т. д.

Работа рассчитана на два занятия.

Цель работы: 1. Ознакомиться с аппаратурой и выяснить способ намагничивания изделий — 1-е занятие.

2. Установить зависимость чувствительности метода магнитной суспензии от индукции в испытуемом образце и от концентрации магнитного порошка в суспензии — 2-е занятие.

Содержание работы. 1-е занятие. В зависимости от их формы образцы намагничивают либо в поле электромагнита (плоские пластины), либо в поле тока, протекающего через образец (прутки) — циркулярное намагничивание.

1. *Намагничивание в поле электромагнита.* В работе используют переносной электромагнит с шарнирными полюсами. Питание электромагнита осуществляется от сети переменного тока напряжением 220 В через понижающий трансформатор Tr и газотронный выпрямитель $Л$ (рис. 116). Ступенчатый регулятор напряжения $П1$ и реостат R позволяют изменять силу тока в катушке электромагнита в пределах 0—8А. Испытуемое изделие (образец) помещают между полюсными наконечниками электромагнита.

2. *Циркулярное намагничивание.* В работе используют специальную установку ДПМ-2 для циркулярного намагничивания (рис. 117). В ней понижающий трансформатор Tr питается от сети переменного тока напряжением 220 В. Включают трансформатор в сеть при помощи контактора $B1$ и кнопки $B2$. Вторичную обмотку трансформатора подключают к контактной пластинке и контактной головке замкнутой установки. Пластина электрически изолирована от плиты. Контактную головку вместе с кронштейном можно перемещать вдоль верти-

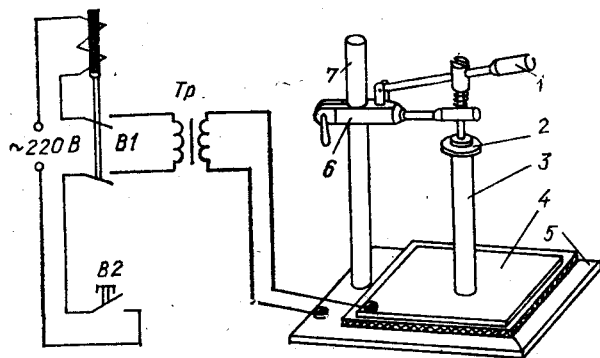


Рис. 117. Принципиальная схема установки ДПМ-2 для циркулярного намагничивания:

1 — ручка; 2 — контактная головка; 3 — испытуемое изделие; 4 — контактная пластина; 5 — плита; 6 — кронштейн; 7 — стойка

кальной стойки. Испытуемое изделие зажимают между пластиной и контактной головкой. Для создания плотного электрического контакта с изделием контактную головку поджимают к нему дополнительно ручкой. Если нажать кнопку B2, то через изделие потечет ток $I = 1000$ А; напряжение на выходе трансформатора на холостом ходу $U_{x.x} = 4$ В; при намагничивании изделия $U_p = 2,2$ В.

В работе используют плоские образцы и стальные прутки с различными ориентированными поверхностными трещинами. В качестве суспензии применяют взвесь мелкодисперсного железного порошка в керосине. Концентрация порошка — 15 г на 1 л керосина.

2-е занятие. Зависимость чувствительности метода магнитной суспензии от индукции в испытуемом образце.

В работе используют плоский образец № 1 с поверхностными трещинами и образцы № 3 и 4 с внутренними дефектами — сквозными сверлениями различного диаметра, расположенными на различной глубине. Намагничивают образцы в поле электромагнита. Измеряют индукцию при помощи флюксметра и индукционной катушки. Для размагничивания используют соленоид, питаемый от сети переменного тока. Суспензия та же, что и на 1-м занятии.

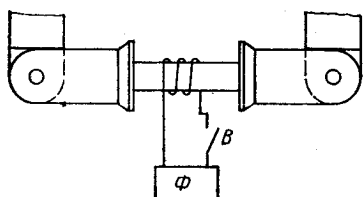
Измеряя индукцию в образце при намагничивании в поле электромагнита, образец с индукционной катушкой зажимают между полюсами электромагнита, а катушку подключают ко флюксметру (рис. 118). Образец намагничивают, затем, включая B2, реверсируют ток реверсором П2 (см. рис. 116) в катушке электромагнита. При этом стрелка флюксметра отклоняется. Величина отклонения стрелки (баллистического отброса α) пропорциональна изменению $\Delta\Phi$ магнитного потока, охватываемого индукционной катушкой:

$$\Delta\Phi = C_b \alpha.$$

Здесь C_b — баллистическая постоянная флюксметра, равная 10^{-4} Вб/дел. В нашем случае $\Delta\Phi = 2BS_0n$. Таким образом, $2BS_0n = C_b \alpha$, откуда

$$B = C_b \alpha / 2S_0 n,$$

где B — индукция в образце, Тл; α — баллистический отброс в делениях шкалы; S_0 — площадь поперечного сечения образца, м²; n — число витков в индукционной катушке; $n = 5$.



Для измерения индукции в образце, оставшейся после намагничивания в электромагните (остаточной индукции), нужно надеть индукционную катушку на намагниченный образец и, включив флюксметр, сдернуть катушку с образца. Заметив баллистический отброс, вычислить остаточную индукцию по формуле

Рис. 118. Схема измерения магнитной индукции

$$B_d = C_b \alpha / n S_0.$$

Зависимость чувствительности метода магнитной суспензии от концентрации магнитного порошка в суспензии.

В работе используют плоские образцы № 1, 3 и стальной прутки. Намагничивают образцы в поле электромагнита и на установке для циркулярного намагничивания. В качестве суспензии используют взвесь железного порошка в керосине с концентрациями 3; 6; 9; 12; 15 г/л.

Порядок выполнения работы: 1-е занятие. 1. Плоский образец № 1 установить между полюсами электромагнита (см. рис. 116) вдоль большей стороны.

2. Ступенчатый регулятор газотронного выпрямителя перевести в крайнее левое положение. Включить выпрямитель в сеть и, выдержав 40—50 с, перевести П1 на 8-е положение. Включить тумблер В2 и переключатель П2. При помощи реостата R установить ток в цепи электромагнита силой 7 А.

3. Протереть испытываемую поверхность образца салфеткой и полить суспензией.

4. Зарисовать расположение обнаруженных трещин.

5. Выключить тумблер В2. Повернув образец на 90° вокруг вертикальной оси; зажать его между полюсами электромагнита. Вновь испытать образец и зарисовать расположение обнаруженных трещин.

6. Повернув образец на 180° вокруг горизонтальной оси, провести испытание другой его поверхности.

7. Испытать образец № 2 аналогичным образом (п. 1—6).

8. Ступенчатый регулятор П1 поставить в нулевое положение (влево до упора).

9. Намагнитить прутки:

а) включить установку ДПМ-2 в сеть переменного тока;

б) зажать прутки в вертикальном положении между пластиной 4 и контактной головкой 2 (см. рис. 117);

Таблица 65

I А	0,5	1,0	1,5	2,0	3,0	4,0	5,0	6,0	7,0
α дел.									
B Тл									

Таблица 66

B Тл			
Количество обнаруженных дефектов			

Таблица 67.

Диаметр внутреннего дефекта $\varnothing = 3$ мм				
Глубина залегания дефекта, мм				
Минимальное значение индукции, при которой обнаруживается данный дефект, Тл				

Таблица 68

Концентрация суспензии, г/л	3	6	9	12	15
Количество обнаруженных дефектов					

в) нажимая ручку 1, осуществить плотный электрический контакт между прутком и электродами. Включить на 2—3 с выключатель В2. Выключить. Включение повторить 3 раза;

г) извлечь прутки из зажимной установки и полить его суспензией над ванной;

д) зарисовать расположение трещин на прутке.

10. Испытав все три прутка, выключить установку для циркулярного намагничивания.

2-е занятие. Зависимость чувствительности метода магнитной суспензии от индукции в испытуемом образце. 1. Определить площадь поперечного сечения испытуемых образцов.

2. Размагнитить образцы:

а) включить размагничивающий соленоид переменного тока;

б) ввести образец в соленоид и медленно удалить его из соленоида на расстояние около 500 мм (проделать 2—3 раза);

в) выключить соленоид.

3. Измерить индукцию в образцах № 1 и 3 при следующих значениях тока в цепи электромагнита: 0,5; 1; 1,5; 2; 3; 4; 5; 6; 7 А:

а) переведя ступенчатый регулятор П1 в положение «1», с помощью реостата R установить ток в цепи электромагнита $I = 0,5$ А;

б) зажать образец с надетой на него индукционной катушкой между полюсами электромагнита (флюксметр при этом выключен);

в) включить флюксметр и корректором установить его стрелку в удобное для измерения положение. Выключить корректор;

г) реверсировать ток реверсором П2 и измерить баллистический отброс α в делениях шкалы;

д) установив следующую нужную величину тока в цепи, реверсировать ток в обратном направлении и заметить величину α . Сначала увеличивать ток реостатом до полного его выведения, а затем последовательно переключать регулятор П1 с 1 до 8 положения. По окончании измерений регулятор П1 перевести в нулевое положение (крайнее левое).

4. Результаты измерений занести в табл. 65 и построить по ним график $B = f(I)$.

5. После измерения индукции в образце при $I = 7$ А деталь извлечь из полюсов электромагнита и измерить величину остаточной

индукции, сдвигая катушку с образца. Полить образец суспензией и зарисовать обнаруженные дефекты.

6. Сделать заключение о возможности выявлять поверхностные и глубинные дефекты на остаточной индукции.

7. Размагнитить образцы № 1, 3 и 4.

8. Испытать образцы № 1, 3, 4 последовательно при всех измеренных значениях индукции. Записать количество поверхностных трещин, обнаруженных на образце № 1, количество и глубину залегания внутренних дефектов, обнаруженных на образцах № 3 и 4, при каждом значении индукции.

9. Результаты испытаний образца № 1 представить в виде табл. 66.

10. Определить минимальную величину индукции, при которой обнаруживаются практически все поверхностные трещины закалочного типа.

11. Результаты испытания образцов № 3 и 4 представить в виде табл. 67 и сделать заключение о чувствительности метода магнитной суспензии к обнаружению внутренних дефектов.

12. Размагнитить образцы.

Зависимость чувствительности метода магнитной суспензии от концентрации магнитного порошка в суспензии. Образцы № 1 и 3 поочередно испытать следующим образом:

1. Размагнитить образец.

2. Намагнитить образец в поле электромагнита ($I = 7 \text{ А}$).

3. Поливать образец последовательно суспензиями различной концентрации (начиная с минимальной) и записывать каждый раз количество обнаруженных дефектов. *Переходя от одной концентрации суспензии к другой, каждый раз испытываемый образец протирать.*

4. Аналогичным образом испытать один прутки, намагнитив его на установке ДПМ-2.

5. Результаты всех испытаний для каждого образца и для прутка представить в виде табл. 68.

6. По окончании всех работ выключить установку и привести в порядок рабочее место.

7. Сделать заключение об оптимальной концентрации суспензии.

Вопросы для самопроверки: 1. Каков принцип метода магнитной суспензии?

2. Опишите механизм возникновения потока рассеяния над дефектом.

3. Какие дефекты могут быть обнаружены этим методом? Какова чувствительность метода?

4. Какие требования предъявляются к суспензии?

5. Зависит ли чувствительность метода от величины индукции в образце?

6. Нужно ли размагничивать контролируемые детали после испытания?

Список литературы: [20], с. 92—105; [66], с. 5—33; [83], с. 248—283.

51. ЛЮМИНЕСЦЕНТНАЯ ДЕФЕКТОСКОПИЯ

Краткие общие и теоретические сведения. Люминесцентная дефектоскопия — один из частных случаев капиллярных методов неразрушающего контроля, которые позволяют обнаруживать поверхностные дефекты типа несплошности материала, невидимые невооруженным

глазом. Методы эти основаны на капиллярных свойствах жидкости. Дефекты выявляют по образовавшимся индикаторным рисункам с высоким оптическим контрастом и с шириной линий, на порядок превышающей ширину раскрытия трещин.

Под влиянием поверхностного натяжения плоская поверхность жидкости стремится к сокращению. Если же поверхность жидкости не плоская, в объеме возникает давление, дополнительное к тому, которое испытывает жидкость с плоской поверхностью. Добавочное давление Δp возрастает с увеличением коэффициента поверхностного натяжения σ и кривизны поверхности жидкости и может быть определено с помощью формулы Лапласа

$$\Delta p = \sigma (1/R_1 + 1/R_2),$$

где R_1 и R_2 — радиусы кривизны поверхности жидкости в двух взаимно перпендикулярных плоскостях, проходящих через нормаль к поверхности в этой точке. Тогда под искривленной поверхностью давление жидкости

$$p = p_0 + \Delta p = p_0 + \sigma (1/R_1 + 1/R_2),$$

где p_0 — давление при плоской поверхности жидкости. В случае смачивания, когда мениск вогнутый, $\Delta p < 0$ и избыточное давление направлено внутрь капилляра. Если мениск имеет форму цилиндрической поверхности, т. е. $R_1 = R$, а $R_2 = \infty$, то $\Delta p = \sigma/R$.

В узких цилиндрических сосудах радиуса r уровень смачивающей жидкости поднимается на высоту h , определяемую формулой

$$h = 2\sigma \cos \theta / r \rho g,$$

где ρ — плотность жидкости; g — ускорение силы тяжести; θ — краевой угол. Если капилляр имеет форму узкой щели (трещины) с постоянной шириной раскрытия b , то глубина затекания жидкости в такую щель определится аналогичной формулой

$$h = 2\sigma \cos \theta / b \rho g.$$

Скорость затекания жидкости в трещину при некоторых допущениях можно получить из формулы Пуазейля [81]:

$$v = [(p_1 - p_2) / 8\eta L] r_0^2,$$

где $(p_1 - p_2)$ — перепад давлений на длине L ; η — динамическая вязкость жидкости; r_0 — радиус капилляра или ширина раскрытия трещины. Если допустить, что сопротивление жидкости отсутствует, а вместо перепада давлений написать Лапласовское давление, то

$$v = \sigma r_0^2 / 8\eta L.$$

Следовательно, скорость затекания зависит от геометрии трещины и свойств жидкости, в частности от отношения σ/η , которое будем называть коэффициентом проникновения. Чем меньше вязкость жидкости, тем быстрее жидкость проникает в трещину, тем производительнее капиллярный контроль.

Полости трещин чаще всего имеют форму узкого клина, вершина которого обращена внутрь материала. Попад в трещину, смачивающая

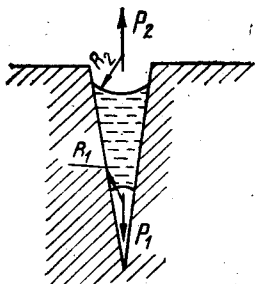


Рис. 119. Схема проникновения жидкости в глубь полости дефекта под действием разности сил лапласовского давления $\Delta p = p_1 - p_2$

жидкость продолжает проникать в глубь полости, даже если удалить резервуар, т. е. убрать жидкость с поверхности. В этом случае жидкость в полости образует два мениска (рис. 119), вызывающих появление двух капиллярных давлений. Их равнодействующая направлена в глубь полости и равна

$$p = p_1 - p_2 = \sigma \cos \theta (1/R_1 - 1/R_2),$$

где $R_2 > R_1$ — соответственно радиусы кривизны второго и первого менисков в плоскости, перпендикулярной к сечению трещины.

Жидкость, заполнившая полость трещины, удерживается в ней капиллярными силами даже в том случае, если ее удалить с поверхности тела. Однако если на мениск, расположенный в устье трещины, наложить пористое вещество, то он исчезнет. Вместо него возникнет система малых менисков различной формы и большей кривизны. Каждый мениск создаст капиллярное давление p_n , которое в сумме существенно превысит давление p_2 . Под действием суммы давлений $\sum p_n \gg p_1$ жидкость покинет полость трещины; поднимется на поверхность детали и образует индикаторный рисунок.

Для проявления дефектов используют мелкодисперсные порошки из оксидов магния и титана, из каолина, мела, силикагеля или суспензий на их основе. Дисперсионной средой для приготовления суспензий служат вода, ацетон, спирт или другие жидкости. В качестве проявителя можно применить нитрозмаль на основе TiO_2 . Краска, распыленная на поверхности, и образующая тонкую пленку, обеспечивает наиболее высокую чувствительность.

Чтобы увеличить контраст изображения, а следовательно, повысить чувствительность контроля, используют явление люминесценции. В рабочую жидкость вводят люминофор — вещество, светящееся под действием ультрафиолетового излучения. В дефектоскопии к ним предъявляют требования растворяться в рабочей жидкости и светиться в области максимальной спектральной чувствительности глаза, т. е. в интервале длин волн 450—600 нм.

Источниками для возбуждения люминесценции служат кварцевые ртутные лампы высокого и сверхвысокого давления, обладающие высокой спектральной плотностью излучения в широком спектральном диапазоне от ультрафиолетового до конца видимого длинноволнового края (рис. 120). Видимую часть спектра ртути убирают с помощью абсорбционных светофильтров типа УФС-1 (рис. 121) или УФС-8. Схема включения ртутной лампы ПРК приведена на рис. 122.

Источниками для возбуждения люминесценции служат кварцевые ртутные лампы высокого и сверхвысокого давления, обладающие высокой спектральной плотностью излучения в широком спектральном диапазоне от ультрафиолетового до конца видимого длинноволнового края (рис. 120). Видимую часть спектра ртути убирают с помощью абсорбционных светофильтров типа УФС-1 (рис. 121) или УФС-8. Схема включения ртутной лампы ПРК приведена на рис. 122.

Цель работы: 1. Ознакомиться с методикой люминесцентного контроля и с установкой для люминесцентного контроля.

2. Проконтролировать качество образцов после закалки и штамповки.

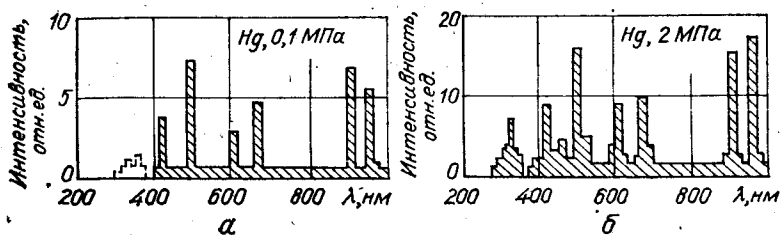


Рис. 120. Спектры ртутной лампы высокого (а) и сверхвысокого (б) давления

Содержание работы. Чтобы проконтролировать деталь капиллярным методом (рис. 123), очищают и обезжиривают деталь, погружают ее в рабочую жидкость и выдерживают определенное время, затем сильной струей воды смывают жидкость с поверхности образца, покрывают ее адсорбирующим порошком и выявляют индикаторный рисунок дефектов в лучах люминесцентной лампы.

Работу выполняют на люминесцентном дефектоскопе ЛД-4 — стационарной установке для ручного контроля. Она состоит из приборного пульта, находящегося на лицевой панели установки (рис. 124), инспекционного стола и ультрафиолетовых осветителей. На левой стенке приборного пульта расположены разъемы для включения в сеть дефектоскопа («Сеть 3×380 В»), переносной лампы ДРШ-250 и насоса с поливателем.

Инспекционный стол имеет выдвижной затвор, под которым размещены ванны для люминофора и обмывки изделий, электроплитка и переходник для подачи воздуха. В отсеке, расположенном с левой стороны прибора, есть вентиль для слива люминофора.

Стационарный ультрафиолетовый осветитель выполнен в виде защитного металлического кожуха, внутри которого вмонтирована ртутная лампа сверхвысокого давления ДРШ-250 с фасеточным ультрафиолетовым светофильтром типа УФС-1. Осветитель крепится к установке с помощью кронштейна.

Переносной осветитель устроен аналогично стационарному. Для удобства работы у него есть ручка. Вдоль оси ручки имеется сквозное

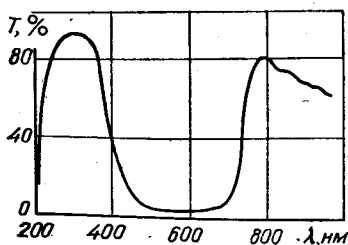


Рис. 121. Спектр пропускания $T(\lambda)$ ультрафиолетового светофильтра УФС-1

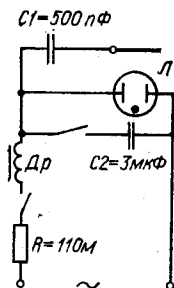


Рис. 122. Электрическая схема включения ртутной лампы высокого давления

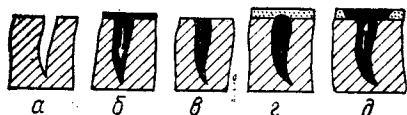


Рис. 123. Схема процесса капиллярного контроля:

а — деталь очищена и обезжирена; б — нанесение на поверхность детали проникающей жидкости; в — удаление с поверхности детали излишка жидкости; г — нанесение на поверхность детали индикаторного адсорбирующего порошка; д — образование индикаторного рисунка путем извлечения жидкости из трещины с помощью адсорбента

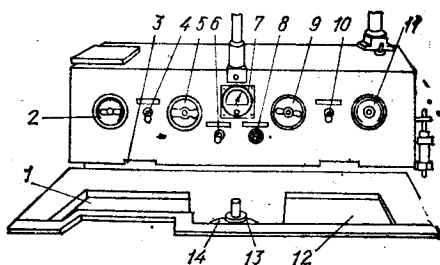


Рис. 124. Панель управления дефектоскопа ЛД-4:

1 — ванна для люминофора; 2 — выключатель насоса с поливателем; 3 — выдвижной затвор; 4 — выключатель электроплитки; 5 — главный выключатель; 6 — переключатель ламп ДРШ-250; 7 — вольтметр; 8 — кнопка для зажигания ламп ДРШ-250; 9 — выключатель воздушного насоса; 10 — выключатель электропечи; 11 — регулятор подогрева воздуха в печи; 12 — ванна для обмыва изделия; 13 — переходник для подачи воздуха; 14 — электроплитка

отверстие, через которое проходит шланг подачи воздуха внутрь кожуха лампы для ее охлаждения.

Порядок выполнения работы: 1. Снять временную характеристику лампы ДРШ-250:

а) включить лампу. Через каждую минуту записывать силу тока и напряжение на лампе, следя за показаниями приборов на приборной панели дефектоскопа. Запись проводить до наступления установившегося режима;

б) результаты измерений представить в виде таблицы или графиков;

в) указать время установления рабочего режима ртутной лампы.

2. Определить оптимальную продолжительность пребывания испытуемого изделия в проникающей жидкости. В качестве рабочей жидкости использовать керосин, в качестве люминофора — эмульсол нефтяной.

Следуя технологической схеме капиллярной дефектоскопии (рис. 123), выявить и зарисовать обнаруженные в ультрафиолетовых лучах дефекты эталонного образца с закалочными трещинами при выдержке его в жидкости 1; 3; 5 и 10 мин. Сделать заключение об оптимальном времени, руководствуясь полнотой картины дефектов, зафиксированной при минимальном времени. На эталонном образце найти самый слабый индикаторный рисунок над дефектом, отметив место этого дефекта на целлулоидном шаблоне. Сняв проявляющий порошок и очистив поверхность, отметить место дефекта на образце и измерить с помощью измерительного микроскопа Мир-12 ширину раскрытия этой трещины. Определить чувствительность метода.

3. Испытать предлагаемые образцы при выбранном режиме контроля, зарисовать их с обнаруженными на них дефектами.

4. Оформить результаты в следующем порядке:

а) кратко изложить теоретические основы капиллярной дефектоскопии;

б) нарисовать схему включения ртутной лампы;

в) показать зависимости тока и напряжения на лампе от времени.

в виде графиков или таблиц. Дать заключение о времени установления рабочего режима ртутной лампы;

г) представить результаты определения оптимального времени выдержки образцов в рабочей жидкости и определения чувствительности контроля. Зарисовать индикаторные рисунки на эталонном образце при различных значениях времени выдержки в индикаторной жидкости;

д) представить результаты испытания контрольных образцов. Оценить ширину раскрытия трещин.

Вопросы для самопроверки: 1. Каковы требования, предъявляемые к проникающим рабочим жидкостям?

2. Каковы основные этапы технологического процесса люминесцентной дефектоскопии?

3. Назовите основные материалы для люминесцентного контроля.

4. Какие требования предъявляют к люминофорам для люминесцентной дефектоскопии?

5. Как формулируются основные законы люминесценции?

6. В чем состоит принцип капиллярной дефектоскопии?

7. Объясните принцип действия ртутной лампы и назовите основные их типы.

8. Какова чувствительность капиллярной люминесцентной дефектоскопии? Каковы пути повышения чувствительности?

Список литературы: [20], с. 119—130; [44], с. 59—129; [81], с. 243; [88], с. 123—131.

52. УЛЬТРАЗВУКОВАЯ ДЕФЕКТОСКОПИЯ

Краткие общие и теоретические сведения. Методы акустической дефектоскопии основаны на оптических свойствах акустических волн — отражении и преломлении на границе раздела двух сред, отличающихся плотностью и другими свойствами.

Акустические волны, имея упругую природу, легко распространяются в плотной среде. Длина волны λ упругих колебаний в диапазоне частот 0,2—10 МГц для стали, например (скорость волн около 6000 м/с), соответствует 12—0,6 мм. Если среда прозрачна, то в ней можно обнаружить неоднородности с размерами порядка или более длины волны. Поэтому ультразвук, для которого металлы и другие плотные материалы прозрачны, с успехом используют в дефектоскопии, обнаруживая всевозможные макродефекты.

Распространение акустических волн в твердых телах подчиняется законам геометрической оптики и определяется упругими свойствами среды. Кроме упругости объема, в твердом теле существует упругость формы, поэтому в нем могут распространяться волны двух типов — продольные и поперечные (сдвиговые). Скорость продольных волн в тонких стержнях $c_{пр} = \sqrt{E/\rho}$, а в неограниченной среде $c_{пр} = \sqrt{(1-\mu)E/\rho(1+\mu)(1-2\mu)}$, где E — модуль Юнга; ρ — плотность; μ — коэффициент Пуассона. Для поперечных волн скорость распространения волны определяется модулем сдвига: $c_n = \sqrt{G/\rho}$.

Ультразвук от излучателя распространяется в виде направленного пучка с постепенным затуханием амплитуды колебаний частиц среды. Это затухание происходит по закону $A = A_0 e^{-\alpha x}$ или $I =$

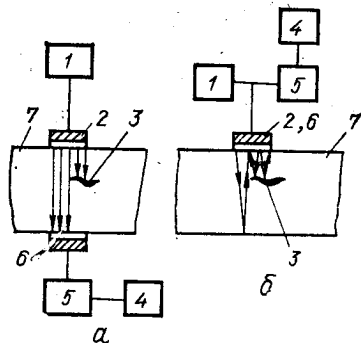


Рис. 125. Принципиальные схемы методов «тени» (а) и «эхо» (б):

1 — генератор электрических высокочастотных колебаний; 2, 6 — пьезоэлектрический преобразователь; 3 — дефект; 4 — регистрирующее устройство; 5 — усилитель электрических сигналов; 7 — контролируемое изделие

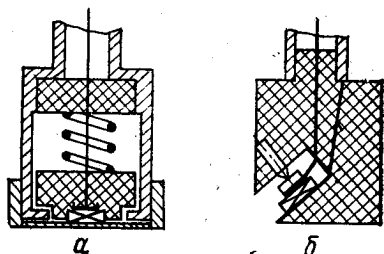


Рис. 126. Пьезоэлектрические испытательные головки (щупы) двух типов:

а — прямая; б — призматическая

$= I_0 e^{-2\alpha r}$, где A — амплитуда колебаний; I — интенсивность звука на расстоянии r от излучателя; α — коэффициент затухания, который складывается из коэффициентов поглощения α_n и рассеяния α_p . С увеличением частоты коэффициент поглощения растет по закону $\alpha_n \sim f^2$. Коэффициент α_p пропорционален величине зерна D , так как упругие волны рассеиваются на границах кристаллитов. Рассеяние особенно велико при $\lambda \approx D$.

На границе раздела двух сред ультразвук частично отражается, а частично проходит через границу. Коэффициент отражения K зависит от акустических импедансов (акустических сопротивлений) контактирующих сред:

$$K = [(Z_2 - Z_1)/(Z_2 + Z_1)]^2,$$

где $Z = \rho c$; ρ — плотность среды; c — скорость звука.

Прозрачность границы тем больше, чем меньше различаются импедансы контактирующих сред. На границе «воздух — металл» ультразвук испытывает 100%-ное отражение, так как $Z_1 \ll Z_2$, а следовательно, $K \approx 1$. Поэтому, отражаясь от дефектов, ультразвук возвращается назад к преобразователю — источнику колебаний и не достигает противоположной стенки объекта. На этом принципе и построен ультразвуковой контроль по методам «тени» и «эхо» (рис. 125).

В качестве преобразователей — источников ультразвуковых колебаний используют пьезоэлектрические кристаллы. На их основе изготавливают пьезоэлектрические испытательные головки (щупы) двух типов — прямые и призматические (рис. 126). Поскольку пьезоэффект обратим, то одни и те же щупы можно использовать и как источники ультразвуковых колебаний, и как приемники. Колебания в пьезокристалле возбуждаются генератором электрических высокочастотных колебаний. Воспринимаемые пьезоэлектрической пластинкой упругие волны трансформируются в ней в электрические колебания.

При использовании прямых щупов ультразвук распространяется перпендикулярно к поверхности. При использовании призматических щупов ультразвук в металл вводится под углом, определяемым из соотношения

$$\sin \alpha / c_1 = \sin \beta / c_2' = \sin \gamma / c_2'', \quad (2)$$

где α — угол призмы; β — угол преломления для продольной волны; γ — угол преломления для поперечной волны; c_1 — скорость ультразвука в призме (продольной волны); c_2', c_2'' — скорость распространения продольной и поперечной волны соответственно в металле.

Каждая искательная головка рассчитана на определенную частоту, так как толщина пьезоэлектрической пластинки должна удовлетворять условию резонанса. На щупе обычно указывают рабочую частоту, на которую он рассчитан. В качестве преобразователя ультразвука чаще всего используют пьезокерамику из титаната бария.

Цель работы: 1. Ознакомиться с методом и аппаратурой для ультразвукового контроля.

2. Получить практические навыки работы с эхо-импульсным дефектоскопом УЗД-7Н.

Содержание работы. Дефектоскоп УЗД-7Н — прибор, работающий по принципу метода «эхо». В объект вводят пучки колебаний в виде импульсов длительностью 10^{-6} с паузами порядка 10^{-4} — 10^{-2} с. Упругие колебания, распространяющиеся в объекте, встречая препятствие в виде противоположной стенки (дна) или дефекта, отражаются от них и в виде эхо попадают обратно на излучатель, который в момент паузы работает как приемник ультразвука. Естественно, что от дефекта отраженный сигнал придет раньше, чем от противоположной стенки (дна). Следовательно, донный сигнал и сигнал от дефекта будут смещены во времени. Задача состоит в том, чтобы измерить время возвращения донного сигнала и сигнала от дефекта.

В эхо-импульсном дефектоскопе задача разделения сигналов решается так (рис. 127). Генератор высокочастотных импульсов (ГИ) возбуждает колебания пьезопластинки из титаната бария, находящейся в схеме ультразвукового преобразователя (щупа). Задающий генератор (ЗГ), работающий как синхронизирующее устройство, задает темп послышки импульсов, вырабатывая прямоугольные импульсы с частотой порядка 10^2 — 10^4 Гц.

Таким образом, ЗГ управляет работой ГИ и генератора развертки (ГР) осциллографа, электронно-лучевая трубка (ЭЛТ) которого используется в качестве индикаторного устройства. Для разделения сигналов во времени на экране ЭЛТ применяется генератор пилообразного напряжения (развертки). Генератор развертки находится в состоянии покоя, пока не возбудится задающим генератором. В момент появления П-образного короткого импульса ЗГ включаются одновременно и ГИ и ГР (рис. 128).

Высокочастотные импульсы тока приходят одновременно на преобразователь и на усилитель (блок со знаком «<»). Преобразователь посылает ультразвуковой зондирующий импульс, а усилитель передает сигнал ГИ на вертикальные пластины ЭЛТ (см. рис. 127). В этот

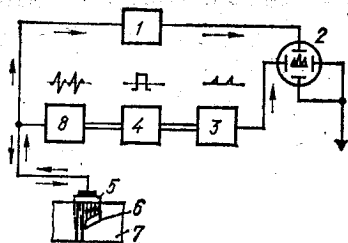
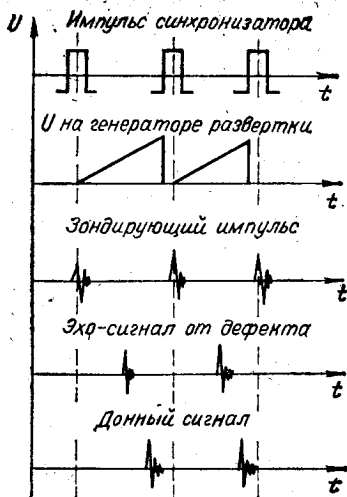


Рис. 127. Функциональная схема эхо-импульсного ультразвукового дефектоскопа:

1 — приемный усилитель (ПУ); 2 — электронно-лучевая трубка (ЭЛТ); 3 — генератор развертки (ГР); 4 — задающий генератор (ЗГ); 5 — пьезоэлектрический преобразователь (щуп); 6 — трещина; 7 — контролируемое изделие; 8 — генератор импульсов (ГИ)

Рис. 128. Характер импульсов в блоках УЗД и их синхронизация



момент напряжение развертки равно нулю и луч не отклоняется. Поэтому на экране ЭЛТ зондирующий импульс получается в виде всплеска у левого края шкалы (рис. 128).

Пока ультразвук распространяется в изделии, напряжение развертки увеличивается пропорционально времени (рис. 128). Отраженный от дефекта сигнал приходит на щуп и, преобразуясь в электрический сигнал, поступает на вертикальные пластины ЭЛТ в какой-то момент времени t_d , соответствующий какому-то значению напряжения развертки. На экране ЭЛТ вспыхивает сигнал, соответствующий сигналу от дефекта, смещенный по шкале направо. Донный сигнал придет на преобразователь позже всех и, следовательно, на ЭЛТ будет самым правым (не учитывая многократных отражений в образце). Поскольку частота импульсов порядка 10^2 — 10^3 Гц, то из-за инерции зрения на экране без мигания электронного луча видны будут три импульса (рис. 129). Расстояние между зондирующим и эхо-импульсом соответствует расстоянию между преобразователем и отражающей поверхностью. Поэтому глубину залегания дефекта можно определить из соотношения

$$s = dl_1/l_2, \quad (3)$$

где s — искомая глубина дефекта; d — толщина изделия; l_1 — расстояние на шкале ЭЛТ между зондирующим импульсом и сигналом от дефекта; l_2 — расстояние между зондирующим и донным сигналом на шкале ЭЛТ. Такой способ определения глубины залегания дефекта неточен, к тому же не всегда известна толщина изделия (случай полых деталей). Поэтому современные ультразвуковые дефектоскопы снабжены специальным устройством — глубиномером. Дефектоскоп УЗД-7Н снабжен жидкостным глубиномером модели ЦНИИТмаш.

В работе используют дефектоскоп УЗД-7Н. На его передней панели сосредоточены все ручки управления. В верхнем ряду и слева

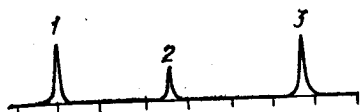


Рис. 129. Картина на экране электронно-лучевой трубки (ЭЛТ):

1 — зондирующий импульс; 2 — эхо-импульс от дефекта; 3 — эхо-донный импульс

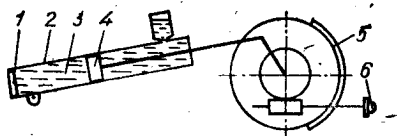


Рис. 130. Схема глубиномера типа ЦНИИТмаш:

1 — пьезоэлемент; 2 — цилиндр; 3 — жидкость; 4 — поршень; 5 — шкала глубиномера, проградуированная в миллиметрах (для стали); 6 — шкала времени

от экрана находятся три ручки управления режимом работы электронно-лучевой трубки: «яркость», «фокус», «ось X». Ручкой «яркость», кроме того, включают дефектоскоп в сеть переменного тока. Справа от экрана расположена ручка регулировки чувствительности по глубине.

При включении прибора включается шкала глубиномера. Спустя 1—2 мин (время прогрева ламп) на экране трубки появляется светящаяся линия развертки. Ручку яркости устанавливают в положение, при котором достигается приемлемая яркость линии развертки без излишней ее подсветки с левой и правой сторон. Поворачивая ручку «фокус», добиваются предельно четкой линии развертки и картины на экране трубки. Линию развертки по горизонтальной оси перемещают с помощью ручки «ось x». Ручки «частота в МГц» и «щупы» устанавливают в соответствии с выбранным режимом работы прибора. Ручку чувствительности по глубине при работе по однощуповой схеме переводят во второе (слева) положение, при работе по двухщуповой схеме — в первое или второе. Ручку развертки и отсечки устанавливают в процессе работы, подбирая наиболее четкую картину на экране дефектоскопа. Ориентировочное положение ручки «развертка грубо» при использовании плоских щупов: I — контроль металла толщиной до 240 мм, II — до 1000 мм, III — до 2500 мм для стали.

Глубиномер (рис. 130) состоит из пьезоэлемента, цилиндра с жидкостью и поршня. Поршень кинематически связан со шкалой глубиномера. Глубина залегания дефекта измеряется совмещением на экране ЭЛТ импульса от дефекта с так называемым служебным импульсом глубиномера, пробегающим путь от пьезоэлемента до поршня и обратно. После совмещения импульсов искомую глубину определяют непосредственно по шкале глубиномера.

Глубиномер имеет прямую градуировку для стали в пределах 7—400 мм. Градуировка выполнена для продольных ультразвуковых колебаний, вводимых в изделие плоским щупом. Толщину свыше 400 мм можно измерять, совмещая рабочий импульс с импульсом n -кратного отражения от поршня. Отсчитанную по шкале 5 глубину в этом случае нужно умножать на n .

Помимо градуировки в миллиметрах для стали шкала глубиномера имеет также градуировку в микросекундах, показывающую время прохождения ультразвукового импульса от пьезоэлемента до поршня. Эта шкала удобна при контроле изделий, для которых скорость

распространения ультразвука отличается от скорости его распространения в стали и, следовательно, прямая градуировка в миллиметрах оказывается неверной.

После того как дефект обнаружен, ручкой «ось х» импульс, отраженный от дефекта, перемещают до ближайшей сантиметровой отметки на экране ЭЛТ. Ручкой «усиление» подбирают амплитуду импульса равной 10 мм. Затем вход приемного усилителя переключают ручкой «вход усилителя» на «глубиномер» (щуп при этом можно снять с изделия). Ручками «усиление» или «отсечка» увеличивают амплитуду первого служебного импульса глубиномера до 10 мм. Ручкой «отсчет» первый служебный импульс совмещают с той сантиметровой отметкой, с которой ранее был совмещен импульс от дефекта. При этом время прохождения импульса от пьезоизлучателя глубиномера до поршня сравнивается со временем распространения ультразвукового импульса до дефекта. Это время можно отсчитать по правой градуировке шкалы 6. Чтобы определить теперь глубину залегания дефекта, достаточно найденное время умножить на скорость распространения ультразвуковых волн в данном материале. Поскольку наиболее часто контролируют стальные изделия, на шкале 5 есть градуировка «мм/сталь», где это умножение уже выполнено. По ней непосредственно отсчитывают глубину залегания дефекта в миллиметрах.

Для проведения качественного ультразвукового контроля нужно правильно подобрать рабочую частоту ультразвуковых колебаний. Известно, что чем выше частота, тем сильнее поглощаются ультразвуковые волны. Особенно заметным поглощение становится тогда, когда величина зерна металла соизмерима с длиной волны ультразвуковых колебаний. При распространении продольных ультразвуковых волн в стали длина волны равна 7,8 мм для частоты 0,8 МГц и 2 мм для частоты 2,5 МГц. Обычная ковкая или катаная сталь имеет размер зерна значительно меньше 1 мм, поэтому контролировать ее можно на любой рабочей частоте дефектоскопа УЗД-7Н (0,8 или 2,5 МГц).

Выбирая рабочую частоту, следует учитывать также, что заметный уровень энергии, отраженный от дефекта, можно получить, если размер дефекта одного порядка или больше длины ультразвуковой волны. Поэтому для выявления мельчайших дефектов рабочую частоту следует повышать (пользоваться щупом на 2,5 МГц).

В серном чугуне и литье с размером зерен 2—5 см ультразвуковые колебания частоты 2,5 МГц затухают на первых сантиметрах пути. Столь же велико поглощение ультразвука и во многих аустенитных сталях после проката иликовки. В этих случаях по необходимости приходится выбирать рабочую частоту 0,8 МГц.

Порядок выполнения работы: 1. Ознакомиться с принципом работы дефектоскопа УЗД-7Н, порядком его включения, работой глубиномера и выбором рабочей частоты ультразвуковых волн.

2. Подготовить дефектоскоп к работе (включить в сеть, подсоединить необходимый щуп, выбрав его в соответствии с объектом исследования).

3. Подготовить к исследованию эталонный образец — стальную призму с открытыми сверлениями.

Таблица 69

Объект исследования	Результат измерения глубины	
	глубиномером	штангенциркулем
Толщина призмы Сверление № 1 диаметром ... мм		

Таблица 70

Координаты сверления, мм		Глубина залегания, определенная глубиномером
x	y	

4. Определить высоту эталонного образца с помощью линейки.

5. Включить дефектоскоп. Получить отчетливый донный импульс, чего достигнуть хорошим контактом между щупом и смазанным маслом образцом, а также правильной регулировкой дефектоскопа. Рекомендуются следующие положения ручек: «чувствительность по глубине» — 3-е; «развертка грубо» — 1-е; «развертка плавно» — 9-е; «усиление» — 9,5; «отсечка» — 2-е; «уровень» — 9-е. Получив отчетливый донный сигнал, заметить положение его на шкале экрана ЭЛТ. Переключить ручку «щуп» в положение «глубиномер». Совместить всплеск с замеченным ранее делением шкалы экрана осциллографа, вращая ручку глубиномера. Определить по шкале глубиномера время прохождения ультразвука через деталь в микросекундах.

6. Найти скорость распространения ультразвука в эталонном образце и по справочнику определить материал, из которого изготовлен образец.

7. Установить, можно ли пользоваться линейной шкалой глубиномера для данного материала.

8. Обнаружить с помощью щупа все сверления на эталонном образце и определить глубину их залегания глубиномером. В процессе работы дополнительно регулировать прибор (например, для обнаружения наиболее мелких сверлений ручку «отсечка» приходится перемещать в положение «9»). Измерения с помощью глубиномера проконтролировать непосредственным измерением глубины сверлений штангенциркулем. Результаты занести в табл. 69. Глубину залегания дефекта (дна сверления) определить с точностью до 0,5 мм. Найти чувствительность контроля, определив минимальный диаметр обнаруживаемого контрольного отражателя (дна сверления).

9. Обследовать контрольный образец — призму из того же материала, в которой имеются сверления такого же типа, что и в эталонном образце (в контрольном образце сверления закрыты заглушками и зашлифованы). Указать координаты сверлений и глубину их залегания.

10. Результаты исследований занести в табл. 70. Координаты дефекта измерить линейкой с точностью 1—2 мм.

11. Проверить правильность исследования контрольного образца, сверив результаты с данными, имеющимися у руководителя лабораторной работы.

12. Оформить результаты работы по следующей схеме:

- а) кратко описать принцип действия дефектоскопа и зарисовать его функциональную схему (см. рис. 127);
- б) зарисовать типичную картину на экране ЭЛТ дефектоскопа (см. рис. 129) и дать к ней пояснение;
- в) зарисовать схему плоского щупа и дать пояснение;
- г) зарисовать схему глубиномера и дать пояснения к ней;
- д) оформить результаты исследований эталонного и контрольного образцов (табл. 69 и 70).

Вопросы для самопроверки: 1. В чем состоят основные принципы ультразвукового контроля?

2. Как объяснить метод «эхо»?
 3. Каков принцип действия эхо-импульсного дефектоскопа?
 4. В чем состоит принцип действия глубиномера?
 5. Чем определяется выбор частоты прозвучивания изделий?
 6. Какие типы щупов Вы знаете? В чем их принципиальное различие?
 7. Можно ли определить скорость звука в материале и как это сделать с помощью УЗД-7Н?
 8. Чем определяется чувствительность ультразвукового контроля?
- Список литературы:** [2]; [44], с. 285—360; [66], с. 48—88; [83], с. 149—229; [89].

53. ИЗМЕРЕНИЕ ТОЛЩИНЫ СТенок ЗАКРЫТЫХ СОСУДОВ УЛЬТРАЗВУКОВЫМ МЕТОДОМ

Краткие общие и теоретические сведения. В процессе изготовления и эксплуатации изделий часто возникает необходимость измерять их толщину, когда использовать общепринятые в машиностроении концевые меры невозможно. В этих случаях незаменимы ультразвуковой, радиоактивный и другие неразрушающие методы. Их широко применяют, определяя толщины резервуаров, баллонов, труб, каркасов и других объектов, имеющих односторонний доступ. Наиболее распространен ультразвуковой метод. Его основное преимущество заключается в большом диапазоне измеряемых толщин: от 3 м до 3 мм в зависимости от длины волны, мощности прибора и структуры материала. Это позволяет контролировать толщину металлов, пластмасс, керамики и т. п.

Цель работы: 1. Ознакомиться с работой промышленного прибора УИТ-1М.

2. Измерить толщину стенок закрытых труб.

Содержание работы. В работе толщину стальных изделий при одностороннем доступе к ним измеряют ультразвуковым импульсным толщиномером УИТ-1М (рис. 131). В нем генератор радиоимпульсов, работающий с частотой посылок импульсов около 1000 Гц, возбуждает ультразвуковые колебания в пьезоэлектрической пластинке. Ультразвуковые импульсы вводятся в контролируемое изделие через слой контактной смазки и, отразившись от внутренней поверхности изделия, вновь воздействуют на пьезопластину, вызывая в ней появление электрического сигнала. Принятые сигналы усиливаются усилителем радиоимпульсов, видеоусилителем и подаются на вертикально отклоняющие пластины электронно-лучевой трубки (ЭЛТ). Одновременно с этим отрицательный импульс с генератора радиоимпульсов подается

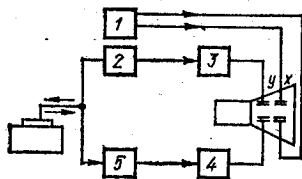


Рис. 131. Функциональная схема толщиномера УИТ-1М:

1 — генератор развертки; 2 — генератор импульсов; 3 — отсчетное устройство; 4 — детектор и усилитель; 5 — усилитель импульсов

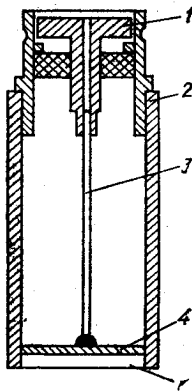


Рис. 132. Пьезоэлектрический шуп:

1 — контакт; 2 — корпус; 3 — проводник; 4 — пьезоэлемент; 5 — защитный слой

на запуск отсчетного устройства и на вход генератора развертки. Генератор развертки вырабатывает линейные пилообразные импульсы и служит для развертки луча во времени на экране ЭЛТ. Вырабатываемое им пилообразное напряжение подается на горизонтально отклоняющие пластины ЭЛТ. С отсчетного устройства импульс подается на вертикально отклоняющие пластины ЭЛТ. Отсчетное устройство необходимо для измерения времени между моментом излучения импульсов в ультразвуковых колебаний и моментом их приема после отражения от дна изделия или от поверхности дефекта. Толщину определяют, последовательно совмещая отсчетный импульс с вершинами двух соседних ультразвуковых импульсов на экране ЭЛТ.

Прибор рассчитан на измерение толщины стальных изделий в пределах 2,5—7,5 мм. Нижний предел определяется «мертвой зоной» толщиномера, т. е. той толщиной или пространством у поверхности изделия, которую невозможно измерить или в котором не могут быть обнаружены дефекты. Это объясняется необходимостью перенастройки схемы с режима посылки на режим приема. Длительность такого процесса составляет 1—2 мкс.

Являясь переносным, прибор УИТ-1М дает возможность измерить толщину стенок котлов, труб и других сосудов непосредственно на месте их размещения, где стационарные приборы типа УЗД, ДСК неприменимы из-за своей громоздкости. УИТ-1М выполнен на транзисторах, что обеспечивает его портативность. Питание прибора осуществляется от безопасного источника 12В, что позволяет работать в загруженных помещениях, а также в помещениях с повышенной электроопасностью.

В толщиномере используется прямой пьезоэлектрический шуп, излучающий продольные ультразвуковые волны, которые распространяются в изделии в виде направленного пучка конусообразной формы. Пьезоэлектрический шуп (рис. 132) состоит из пьезоэлемента (кристалл цирконата или титаната свинца), защитного слоя и корпуса. Электри-

Таблица 71

№ диска	1	2	3	4	5	6	7
Толщина по прибору, мм							
Толщина по штангенциркулю, мм							

Таблица 72

№ измерения	1	2	3	4	5	6	7	8
Толщина, мм								

ческий контакт пластины с прибором осуществляется через проводник, контакт и корпус.

Исследуют стальные диски различной толщины и трубы с разной толщиной стенок.

Порядок выполнения работы: 1. Кабель с пьезошупом подсоединить к разъему на передней панели прибора.

2. Включить прибор в сеть переменного тока через понижающий (220/12 В) трансформатор. При этом должна загореться лампочка подсвета шкалы отсчетного устройства. Дать прибору прогреться 5—10 мин.

3. Вывести ручки «начало отсчета» и «отсчет» в левое крайнее положение.

4. Вращая ручку «начало отсчета», проверить наличие на экране отсчетного импульса.

5. Измерить толщину дисков. Для этого со стороны ввода ультразвуковых колебаний покрыть изделие слоем контактной смазки. Шероховатость поверхности металла должна быть не более $R_z 60$. Приложить пьезошуп к смазанной поверхности диска. Меняя положение щупа, добиться получения на экране индикатора отраженных импульсов.

6. Ручкой «начало отсчета» совместить отсчетный импульс с одним из отраженных импульсов. При полном их совмещении амплитуда импульса будет максимальна.

7. Ручкой «отсчет» отсчетный импульс совместить со следующим отраженным импульсом.

8. По шкале прибора, проградуированной в миллиметрах, отсчитать толщину. После измерения ручки «начало отсчета» и «отсчет» перевести в крайнее левое положение.

9. Сравнить показания прибора с измерением толщины штангенциркулем. Данные занести в табл. 71.

10. Измерить толщину стенок разрезанной трубы со ступенчатым внутренним диаметром (п. 6—8). Проверить измеренные толщины штангенциркулем.

11. Измерить толщину стенок трубы с заглушками (контрольный образец). В конце работы ручки «начало отсчета» и «отсчет» вывести в крайнее левое положение. Для выключения прибора вилку переходного трансформатора вынуть из гнезда, расположенного на задней панели.

12. Показания прибора для контрольного образца представить в виде табл. 72.

13. Проверить правильность исследования контрольного образца

сверкой результатов с данными, имеющимися у руководителя лабораторной работы.

14. Оценить погрешность измерения.

Вопросы для самопроверки: 1. Каков механизм действия излучателя и приемника ультразвуковых колебаний?

2. Что такое мертвая зона и чем определяется ее величина?

3. Какова точность измерения на данном приборе?

Список литературы: [19], с. 56—156; [20], с. 79—92; [66], с. 48—88.

54. ЭЛЕКТРОМАГНИТНЫЙ ИНДУКТИВНЫЙ МЕТОД ДЕФЕКТΟΣКОПИИ И КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА ТЕРМООБРАБОТКИ

Краткие общие и теоретические сведения. Прочность, надежность и долговечность деталей машин и инструмента определяются не только химическим составом сталей и сплавов, но и (в значительной степени) бездефектностью и структурным состоянием материала. В связи с этим на машиностроительных предприятиях часто применяют объективные методы дефектоскопии и контроля качества термообработки деталей. Для этого наряду с магнитным, люминесцентным, ультразвуковым и другими методами контроля в последнее время начали применять электромагнитный индуктивный метод.

Цель работы: изучить чувствительность электромагнитного индуктивного метода при обнаружении дефектов, нарушающих сплошность изделия, и при контроле качества термообработки стальных деталей.

Содержание работы. Испытуемую деталь помещают в катушку, имеющую намагничивающую и измерительную обмотки. Намагничивающая обмотка питается переменным током, а измерительная подключается к индикаторному устройству. Под действием переменного магнитного поля катушки в контролируемой детали возникают магнитный поток Φ_k и магнитный поток $\Phi_{в.т.}$, обусловленный полем вихревых токов в детали. Результирующий магнитный поток определяет величину и фазу э. д. с., создаваемой в измерительной обмотке. Магнитный поток Φ_k при заданной частоте и силе намагничивающего тока — функция магнитной проницаемости детали, а поток $\Phi_{в.т.}$ — функция магнитной проницаемости и омического сопротивления детали. Благодаря этому показания индикаторного устройства также зависят от магнитной проницаемости и сопротивления испытуемой детали. Это и определяет возможность применения электромагнитного индуктивного метода для контроля качества термообработки и степени бездефектности ферромагнитных деталей, так как изменение структуры приводит к изменению электромагнитных свойств деталей, а наличие продольных дефектов типа трещин, плен, волосовин и т. п. изменяет величину вихревых токов.

В работе используют электромагнитный индуктивный дефектоскоп ЭМИД-8. Испытывают стальные образцы с продольными дефектами и отпущенные после закалки при различных температурах.

Дефектоскоп ЭМИД-8 позволяет осуществлять дифференциальный контроль качества, сравнивая испытуемую деталь с эталонной. Рабочая и эталонная катушка прибора (рис. 133) идентичны по геометрии

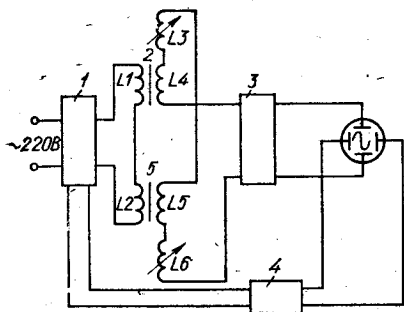


Рис. 133. Принципиальная электрическая схема прибора ЭМИД-8: 1 — источник питания; 2 — рабочая катушка; 3 — блок усиления; 4 — блок горизонтальной развертки; 5 — эталонная катушка

L_6 , внутри которых коаксиально помещены передвигаемые вдоль оси ферритовые стержни.

При подаче напряжения на намагничивающие обмотки катушек L_1 и L_2 э. д. с., индуцируемые в обмотках L_4 и L_5 , взаимно компенсируются и на экране ЭЛТ появляется горизонтальная линия. Декомпенсацию устраняют, перемещая ферритовые сердечники компенсирующих катушек L_3 и L_6 . Если в рабочую и эталонную катушки поместить бездефектные образцы стали, идентичные по геометрическим размерам и структуре, компенсация схемы не нарушится. Если же в рабочую катушку поместить образец, отличающийся по структуре от образца, находящегося в эталонной катушке, или имеющий продольный дефект, схема декомпенсируется. Горизонтальная линия на экране ЭЛТ искажается и приобретает экстремальную форму. Вертикальное или горизонтальное перемещение экстремума зависит от характера и величины дефекта в испытуемом образце либо от степени отличия его структуры от структуры эталонного образца.

Все образцы двух партий испытывают на дефектоскопе ЭМИД-8 при различных значениях намагничивающего тока: 0,3; 0,4; 0,5; 0,6 А. Для каждого образца измеряют вертикальное перемещение экстремума («величину экстремума»). По результатам измерений строят графики зависимости величины A экстремума от длины L дефекта [$A = f(L)$] для первой партии образцов и от температуры отпуска [$A = f(T_{\text{отп}})$] для второй партии при каждом значении намагничивающего тока I_n . Делают выводы о чувствительности и возможных областях применения дефектоскопа ЭМИД-8.

Работа разделена на две части. В первой используют цилиндрические образцы с продольными дефектами в виде расслоений длиной 25, 40, 60, 80 мм и два эталонных (бездефектных) образца. Во второй части применяют образцы из стали ШХ-15, закаленные (по стандартным для этой стали режимам) от $T = 1073$ К и отпущенные при температурах 473, 523, 623, 753, 973 и 1073 К. Твердость образцов приведена в табл. 73.

ческим размерам и обмоточным данным. Намагничивающие обмотки катушек L_1 и L_2 соединены между собой последовательно и подключены к регулируемому источнику переменного тока промышленной частоты. Измерительные обмотки L_4 и L_5 включены между собой дифференциально и через блок усиления подключены к электродам вертикального отклонения электронно-лучевой трубки (ЭЛТ).

Электроды горизонтальной развертки трубки питаются от блока горизонтальной развертки. Последовательно с измерительными обмотками включены компенсационные катушки L_3 и

Вид термообработки	За- калка	Отпуск, К					
		473	523	623	753	973	1073
№ образца	1	2	3	4	5	6	7
Твердость HRC	58—57	57—56	53—51	51—49	40—39	16—15	15—14

Порядок выполнения работы: *Определение чувствительности прибора при обнаружении продольных дефектов.* 1. Подключить к дефектоскопу датчик (катушки), включив его шнур в штепсельный разъем «датчик» на задней стенке прибора.

2. Повернуть ручку «ток» регулятора источника питания влево до упора; ручку «род работы» — в положение «2»; ручку «емкость» — в положение «1».

3. Установить ручку «ток датчика» в положение «1», ручку «чувствительность грубо» — в положение «5» (при контроле качества термообработки — в положение «8»), ручку «чувствительность плавно» повернуть влево до упора.

4. Подключить сетевой шнур дефектоскопа к сети и включить прибор тумблером «сеть».

5. Дать прибору прогреться в течение 3—5 мин.

6. Ручками «фокус» и «яркость» отрегулировать светящуюся линию на экране трубки.

7. Вращая вправо ручку «ток», установить намагничивающий ток $I_H = 0,6$ А.

8. С помощью ручек компенсаторов « K_R » и « K_x » выровнять кривую разбаланса датчиков на экране трубки.

9. Ввести в обе катушки датчика бездефектные образцы (эталон), расположив их симметрично относительно центра катушек. Довести намагничивающий ток I_H до 0,6 А. В случае необходимости докомпенсировать кривую на экране трубки ручками компенсаторов. Записать положение горизонтальной линии по линейке на экране трубки.

10. Оставив один эталон в катушке, ввести во вторую катушку образец с дефектом и измерить максимальное смещение линии от исходного положения.

11. Операции п. 10 проделать последовательно со всеми дефектными образцами.

12. Выполнить операции п. 9—11 последовательно при силе намагничивающего тока $I_H = 0,6; 0,5; 0,4; 0,3$ А. Силу намагничивающего тока каждый раз устанавливать вращением ручки «ток» влево.

13. Результаты измерений занести в табл. 74.

Определение чувствительности прибора при контроле температуры отпуска (твердости) стальных деталей. 1. Подготовить дефектоскоп к работе (см. п. 2—8 первой части работы).

2. Ввести в одну катушку датчика закаленный образец, а затем, вводя во вторую катушку последовательно образцы, отпущенные при

Таблица 74

$I_{нА}$	Длина дефекта L мм при величине экстремума A мм				
	0	25	40	60	80
0,3					
0,4					
0,5					
0,6					

Таблица 75

$I_{нА}$	Величина экстремума A мм для образца					
	2	3	4	5	6	7
0,2						
0,3						
0,4						
0,5						

различной температуре, измерять на экране трубки максимальное смещение искаженной линии от исходного положения (величину экстремума A) для каждого образца.

3. Операции п. 2 выполнять при силе намагничивающего тока $I_{н} = 0,5; 0,4; 0,3; 0,2$ А.

4. Результаты измерений занести в табл. 75.

5. По результатам измерений (табл. 74, 75) построить графики $A = f(L)$ для всех значений $I_{н}$; $A = f(I_{н})$ для всех значений L ; $A = f(T_{отп}, HRC)$ для всех значений $I_{н}$; $A = f(I_{н})$ для $T_{отп} = 473$ К и 623 К.

6. Сформулировать выводы:

а) о применимости метода для обнаружения дефектов, нарушающих сплошность изделий, и для контроля качества термообработки;

б) о чувствительности дефектоскопа ЭМИД-8 в обоих случаях;

в) о зависимости чувствительности ЭМИД-8 от силы намагничивающего тока.

Вопросы для самопроверки: 1. Каковы физические основы контроля качества термообработки на ЭМИД-8?

2. Осуществляется ли контроль структуры по всему сечению испытуемого образца?

3. При каких условиях следовало бы проводить испытание для осуществления контроля качества химико-термической обработки стали?

4. Какое веское требование предъявляется к контролируемым образцам (деталю)?

5. Зависит ли чувствительность метода от напряженности намагничивающего поля?

Список литературы: [20], с. 105—119; [83], с. 295—303.

Раздел 9. ОПТИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Под *эмиссионным спектральным анализом* понимают метод исследования химического состава вещества по спектру испускания атомов или ионов. С помощью этого метода можно решать задачи выявления элементного состава исследуемых образцов, распределения примесей по объему и множество различных задач исследовательского характера, требующих высокой чувствительности и быстроты определения. Основан он на характеристичности линейчатых спектров атомов и ионов и зависимости интенсивности спектральных линий от концентрации данного вида атомов в единице объема излучающего пара.

Схема изучения состава вещества по эмиссионным спектрам состоит из нескольких главных этапов: испарение исследуемого вещества и возбуждение свечения пара в источнике света; определение с помощью спектрального аппарата спектрального состава света, испущенного светящимся облаком; расшифровка спектра — нахождение характерных линий определяемых элементов; измерение интенсивностей линий.

Линейчатый характер атомных и ионных спектров обусловлен дискретностью энергетического спектра атомов. Излучение возникает при переходе атома из возбужденного состояния в нормальное. Интенсивность спектральных линий зависит от параметров возбуждения:

$$I = AN(1 - x)e^{-E/kT} h\nu, \quad (A)$$

где A — коэффициент пропорциональности, характеризующий вероятность спонтанного перехода электрона с уровня с большей энергией на уровень с меньшей энергией и подчиняющийся правилу отбора, когда разность орбитальных квантовых чисел $\Delta l = \mp 1$; N — число атомов определенного вида в единице объема пара; x — степень его ионизации; E — энергия возбуждения определенного энергетического уровня или потенциал возбуждения линий, эВ; T — температура плазмы; k — постоянная Больцмана; h — постоянная Планка; ν — частота, соответствующая переходу атома с уровня с большей энергией на уровень с меньшей энергией.

Линии с минимальным потенциалом возбуждения называются резонансными. Они соответствуют возбуждению ближайшего к нормальному энергетического уровня. Вероятность возбуждения ближайшего уровня максимальна, и, следовательно, интенсивность резонансной линии наибольшая.

На интенсивность спектральных линий существенно влияет температура плазмы и величина N . С повышением температуры множитель $e^{-E/kT}$ растет, приближаясь к 1, но одновременно увеличивается и степень ионизации. Поэтому интенсивность линии атома растет до некоторого предела, а затем за счет ионизации уменьшается. Появившись, линии иона также увеличивают свою интенсивность с ростом температуры, а затем также уменьшаются за счет вторичной ионизации, и т. д. Но температура плазмы сама зависит от химического состава пара. Наличие элементов с низким ионизационным потенциалом значительно снижает температуру плазмы.

Для испарения вещества и возбуждения пара используют пламя (для элементов с низким потенциалом ионизации), электрические разряды (дуга, различные виды искр), лазеры. Закономерности испарения и переноса паров в электрическом разряде очень сложны и в настоящее время недостаточно полно изучены, но в общем виде связь между концентрацией N атомов в паровой фазе и концентрацией C атомов в исследуемом веществе (твердом или жидком) выражается зависимостью

$$N = \alpha C, \quad (B)$$

где α — коэффициент, характеризующий поступление вещества в плазму.

Таким образом, концентрация атомов также является фактором, влияющим на интенсивность спектральных линий. Однако с увеличением концентрации атомов в источнике возбуждения наряду с излучением света возбужденными атомами происходит также и поглощение света невозбужденными атомами того же элемента. Такой процесс самопоглощения, или реабсорбции, приводит к нарушению пропорциональности между интенсивностью и концентрацией в формуле (А), и рост интенсивности с концентрацией для спектральных линий испытывает насыщение при определенных значениях C . Этот факт ограничивает использование некоторых спектральных линий, в частности резонансных, для количественного спектрального анализа.

Однако для обнаружения предельно малых концентраций вещества используют резонансные, наиболее чувствительные линии элементов, расположенные в доступных областях спектра (0,2—0,8 мкм).

Используя зависимость (Б), преобразуем выражение (А) и с учетом самопоглощения запишем

$$I = A\alpha C^b h\nu e^{-E/kT},$$

или

$$I = A^* C^b e^{-E/kT}, \quad (B)$$

где A^* — коэффициент, учитывающий свойства спектральной линии и характер поступления вещества в разряд. Для определенной спектральной линии в определенных условиях возбуждения A^* — величина постоянная. При условии постоянства температуры по этому выражению можно с помощью эталонов устанавливать количественную зависимость между интенсивностью и концентрацией. Однако в источниках возбуждения температура постоянно меняется во времени и в пространстве, что не дает возможности использовать абсолютную интенсивность для количественных определений. Мерой концентрации может быть только относительная интенсивность двух спектральных линий, принадлежащих разным элементам, один из которых — исследуемый, а другой — элемент внутреннего стандарта или основы.

Если концентрация и интенсивность линии примеси C_1 и I_1 , а линии сравнения C_0 и I_0 соответственно, то для них справедливы выражения

$$I_1 = A_1^* C_1^{b_1} e^{-E_1/kT};$$

$$I_0 = A_0^* C_0^{b_0} e^{-E_0/kT}.$$

Относительная интенсивность этой пары спектральных линий записывается в виде

$$I_1/I_0 = B (C_1^{b_1}/C_0^{b_0}) e^{(E_0-E_1)/kT},$$

где $B = A_1^*/A_0^* = \text{const.}$

Для линии примеси самопоглощение должно отсутствовать и тогда $b_1 = 1$, а для линии элемента сравнения, которому соответствует относительно большая концентрация, $b_0 = 0$. Тогда I_0 от концентрации элемента сравнения практически не зависит, а зависит только от тем-

пературы. Следовательно,

$$R = I_1/I_0 = BC_1^b e^{(E_0 - E_1)/kT}. \quad (\Gamma)$$

Отсюда относительная интенсивность R не зависит от температуры при условии, что $E_1 = E_0$, т. е. потенциалы возбуждения линий элементов примеси и сравнения равны.

Если линии принадлежат ионам,

$$R_{\text{и}} = I_{\text{и}}/I_{0\text{и}} = BC_1^b e^{(E_0 - E_1)/kT} e^{(U_0 - U_1)/kT}, \quad (\Delta)$$

где U_1 и U_0 — потенциал ионизации атомов примеси и элемента сравнения соответственно.

Относительная интенсивность пары линий, принадлежащих спектру ионов, не зависит от температуры, если равны не только потенциалы возбуждения линий, но и потенциалы ионизации атомов. Такие линии, которые имеют одинаковые (близкие) потенциалы возбуждения (для спектра атомов) или потенциалы возбуждения и потенциалы ионизации атомов (для спектра ионов), называются гомологичными и составляют аналитическую пару. Учитывая также и условия регистрации спектров, условия гомологичности при выборе аналитической пары формулируют следующим образом:

1) длины волн линий примеси и сравнения должны быть близкими;
2) потенциалы возбуждения линий, принадлежащих аналитической паре, должны быть близкими. При использовании дугового разряда $\Delta E \leq 0,06$ эВ на 1 % ошибки. При использовании искрового разряда $\Delta E \leq 0,09$ эВ;

3) линии аналитической пары должны принадлежать одному типу спектра (либо спектру атомов, либо спектру ионов).

Итак, мерой концентрации в количественном спектральном анализе является относительная интенсивность аналитической пары.

Методы количественного спектрального анализа различаются способами регистрации спектров, измерения относительной интенсивности и построения градуировочного графика. Различают визуальные, фотографические и фотоэлектрические методы. В зависимости от способа построения градуировочных графиков различают методы: трех эталонов, постоянного графика, фотометрического интерполирования, добавок и др.

В данном разделе предлагаются лабораторные работы, по которым студенты приобретут навыки проведения качественного и количественного анализа визуальным и фотографическим методами, научатся фотометрировать с помощью микрофотометра и других фотометрических устройств, ознакомятся с действием электрических дугowych и искровых генераторов, изучат характеристики современных спектральных аппаратов.

Оптические свойства материалов. В этом разделе рассмотрены явления, происходящие при взаимодействии света с веществом, в частности, с полупроводниковыми материалами. Исследования подобных явлений дают сведения об основных свойствах полупроводников, металлов, диэлектриков, поскольку оптические константы (такие, как показатель преломления, коэффициенты поглощения и отражения) связаны с

другими электронными свойствами твердого тела — диэлектрической постоянной, электропроводностью, эффективной массой носителей, их подвижностью и пр. Связи между оптическими константами и другими электронными свойствами получены на основании уравнений Френеля и решения кинетических уравнений Максвелла при граничных условиях.

Для диэлектриков показатель преломления $n = \sqrt{\epsilon}$ определяется высокочастотной диэлектрической постоянной, а для металлов имеет комплексный характер и определяется как $N = n - ik$, где k — показатель поглощения, причем $k = \sigma\lambda/2\pi c$; n — действительная часть комплексного показателя преломления; σ — электропроводность при высокой частоте; λ — длина волны света; c — скорость света. Отражательная способность поверхности задается как

$$R = [(n - 1)^2 + k^2] / [(n + 1)^2 + k^2]. \quad (\text{Е})$$

Прозрачность пластины T толщиной x с учетом многократных отражений определяется согласно зависимости

$$T = (1 - R)^2 \exp(-\alpha x) / [1 - R^2 \exp(-2\alpha x)], \quad (\text{Ж})$$

где α — коэффициент поглощения, см^{-1} , связанный с показателем поглощения k соотношением

$$\alpha = (4\pi\nu/c) k = 4\pi k/\lambda. \quad (\text{И})$$

Здесь ν — частота электромагнитного излучения; λ — длина волны света, см .

Поглощение света в твердом теле обусловлено различными факторами: взаимодействием фотонов со свободными электронами (рассеяние на носителях) — преимущественный механизм для металлов и сильно легированных полупроводников; межзонным взаимодействием фотонов с электронами, определяющим собственное поглощение полупроводников и диэлектриков; рассеянием фотонов на микронеоднородностях (Рэлеевское рассеяние); поглощением света примесными атомами (примесное поглощение) и пр.

В данном разделе предлагается несколько работ по изучению краевого поглощения полупроводников и сопутствующих этому поглощению процессов, в частности — фотопроводимости.

55. ЭКСПРЕССНЫЙ СПЕКТРАЛЬНЫЙ АНАЛИЗ МЕТОДОМ СПЕКТРОСКОПИЧЕСКИХ ПРИЗНАКОВ

Краткие общие и теоретические сведения. В основу количественного спектрального анализа положена зависимость относительной интенсивности аналитической пары линий от концентрации. Относительную интенсивность двух линий, расположенных вблизи друг от друга, можно оценить визуально. Это основано на способности глаза с достаточной степенью точности установить равенство или неравенство двух световых полей. Но измерить визуально, без каких-либо фотометрических устройств относительную интенсивность при непрерывном изменении концентрации невозможно. Поэтому относительную интенсивность

не измеряют, а задают равной единице. С помощью эталонов для каждой аналитической пары линий определяют концентрацию, при которой интенсивности обеих линий равны. Эти данные — основа для составления таблиц спектроскопических признаков. При анализе находят равноинтенсивную аналитическую пару, а по таблицам спектроскопических признаков определяют, какой концентрации это условие соответствует.

Цель работы: 1. Ознакомиться со спектром железа.

2. Получить навыки в отождествлении спектров и визуальной оценке интенсивности спектральных линий.

3. Провести количественный спектральный анализ стали на наличие легирующих примесей по методу спектроскопических признаков.

Содержание работы. Среди набора аналитических пар линий для каждого элемента находят равноинтенсивную пару и по таблицам спектроскопических признаков определяют концентрацию, соответствующую данному равенству. Для наглядности схема метода изображена на рис. 134. Кривые 1, 2, 3, 4 соответствуют I_1 — линиям примеси, кривые 5 и 6 — линиям основы сплава I_0 , удовлетворяющим условиям гомологичности. При концентрации C_1 равноинтенсивными в спектре будут линии 1 и 5. При концентрации $C > C_1$ интенсивность $I_{1,1} > I_{0,5}$, а при $C = C_2$ интенсивность $I_{1,1} = I_{0,5}$ и т. д. Для упрощения линии в спектре пронумерованы, а в таблицах спектроскопических признаков даны указания подобно следующим: $C = 0,01\%$ при $1 = 5$; $C = 0,05\%$ при $1 > 5$; $1 = 6$; $C = 0,01 \div 0,05\%$ при $1 > 5$; $1 < 6$, где 1, 5, 6 — номера, присвоенные аналитическим линиям примеси и линиям сравнения в спектре сплава.

Подобные таблицы градуировки линий сравнения в концентрациях примеси и представляют собой спектроскопические признаки. В одну группу спектроскопических признаков может входить одна или две линии примеси и несколько линий сравнения. Внутри аналитической группы интервал концентраций разбит на несколько подынтервалов. Точность определения концентрации больше в случае оценки «равно» и меньше в случае оценки «больше» или «меньше». В среднем относительная погрешность стилоскопических определений составляет 25—50%. Это позволяет назвать марку сплава.

Работу выполняют с помощью стилоскопа СЛ-11 — призмного спектрального аппарата для визуального наблюдения спектра. Аппарат имеет три основные части (рис. 135): коллиматор, состоящий из объектива с фокусным расстоянием f_1 и щели, расположенной в его фокусе; диспергирующую систему (одна или несколько призм); камеру, которая состоит из камерного объектива с фокусным расстоянием f_2 и регистрирующего устройства, расположенного в его фокальной плоскости F — F' . Если в фокальной плоскости объектива располагается окуляр

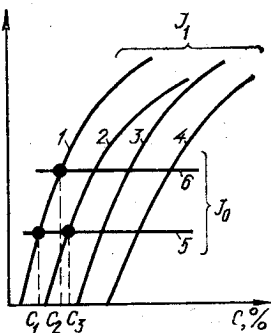


Рис. 134. Схема метода спектроскопических признаков:

1—4 — линии примеси (I_1);
5, 6 — линии основы (I_0)

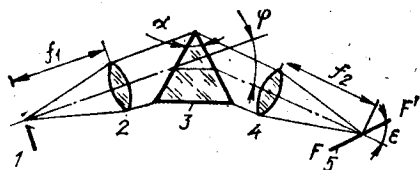


Рис. 135. Принципиальная схема призмменного спектрального аппарата:

1 — щель; 2 — коллиматорный объектив; 3 — диспергирующая система; 4 — камерный объектив; 5 — регистрирующее устройство

(для визуального наблюдения), то аппарат носит название стилоскопа. Если же осуществляют регистрацию на фотопластинку, то прибор называют спектрографом.

Падающий на призму параллельный пучок белого света, сформированный коллиматором, вследствие дисперсии света разделяется призмой на монохроматические параллельные пучки. Камерный объектив собирает их в фокальной плоскости, создавая монохроматические изображения щели, называемые спектральными линиями, если источник света имеет дискретный характер.

Зависимость $d\varphi/d\lambda = \theta$, характеризующую изменение угла отклонения φ с изменением длины волны λ , называют угловой дисперсией призмы. Параметрами призмы она определяется следующим образом:

$$d\varphi/d\lambda = [2 \sin(\alpha/2) / \sqrt{1 - n^2 \sin^2(\alpha/2)}] (dn/d\lambda),$$

где α — преломляющий угол призмы; n — показатель преломления материала призмы.

Линейной дисперсией спектрального аппарата называется величина $dl/d\lambda$ мм/нм. Она определяет линейное расстояние в фокальной плоскости прибора, приходящееся на единичный спектральный интервал. Линейная дисперсия связана с угловой дисперсией и параметрами оптической схемы:

$$D = dl/d\lambda = (d\varphi/d\lambda) (f^2/\sin \epsilon),$$

где ϵ — угол наклона фокальной поверхности к оптической оси. Для практических расчетов обычно используют обратную линейную дисперсию $D' = d\lambda/dl$ нм/мм, которая характеризует степень сжатия спектра.

Стилоскоп СЛ-11А построен по автоколлимационной схеме (рис. 136). Свет от дуги через трехлинзовую систему освещает щель. Отражательная призма направляет пучок на объектив (в фокусе которого помещена щель). Полученный параллельный пучок попадает на диспергирующую систему призм. Большой катет призмы с преломляющим углом 30° посеребрен. Поэтому лучи, отражаясь от этого катета, проходят через призмы в обратном направлении на объектив, который выполняет теперь функции камерного объектива, и фокусируются в фокальной

Рис. 136. Оптическая схема стилоскопа СЛ-11А:

1 — источник света; 2 — трехлинзовая система освещения щели; 3 — щель; 4 — отражательная призма; 5 — фотометрический клин; 6 — окуляр; 7 — зеркало; 8 — поворотная 45° -ная призма; 9 — объектив; 10 — диспергирующая призмная система

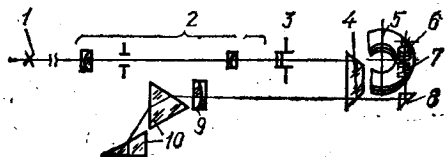
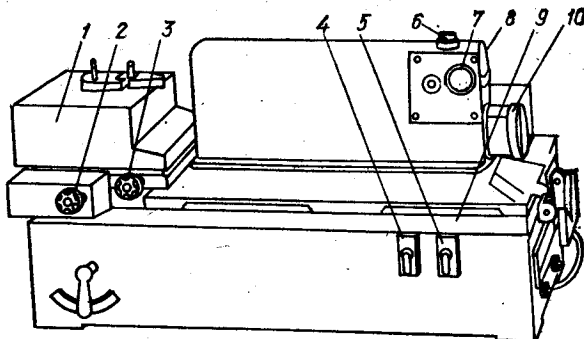


Рис. 137. Общий вид стилоскопа СЛ-11А:

1 — предметный столик; 2, 3 — винты регулировки дискового электрода и образца; 4 — тумблер включения дуги; 5 — тумблер переключения тока; 6 — маховичок поворота фотометрического клина; 7 — окуляр; 8 — корпус стилоскопа; 9 — дуговой генератор; 10 — барабан поворота призмы



плоскости окуляра. Призмы 10 (рис. 136) поворачивают с помощью равнономерно проградуированного барабана 10 (рис. 137).

Возбуждают вещество электрической дугой от дугового генератора. Образец кладут на предметный столик стилоскопа. Дуговой разряд возникает между образцом и нижним электродом в виде медного или железного диска, регулируемым винтами. Включают генератор тумблером 4, а ток дуги 2 или 4А устанавливают тумблером 5. Спектр наблюдают через окуляр.

Порядок выполнения работы: 1. Проградуировать шкалу барабана стилоскопа в длинах волн:

а) на предметный столик стилоскопа против нижнего электрода положить образец из чистого железа;

б) зажечь дугу и по атласу спектральных линий железа найти в спектре, который наблюдается в окуляре стилоскопа, линии, обозначенные в табл. 76. Устанавливая в поле зрения окуляра против стрелки каждую подчеркнутую линию, записать соответствующее ей значение на шкале барабана стилоскопа. Данные измерений занести в табл. 77;

в) по данным табл. 77 построить дисперсионную кривую стилоскопа в координатах λ нм — l дел., где l — положение барабана.

Таблица 76

Область спектра	Длины волн, нм	Картина спектра	Область спектра	Длины волн, нм	Картина спектра
Фиолетовая	404,581		Желто-зеленая	549,747	
	406,359			550,147	
	407,174			550,678	
Синяя	438,355		Желтая	576,301	
	440,475				
	441,542				
Зеленая	485,974		Красная	613,662	

Таблица 77

Длина волны, нм	404,58				
Деление барабана стилоскопа	41				

Таблица 78

Длина волны линии примеси, нм	Положение барабана	
	на дисперсионной кривой	по стилоскопу
$\lambda_{Cr_4} = 540,95$		

2. Определить содержание легирующих примесей в стали методом спектроскопических признаков:

а) положить на столик стилоскопа образец из стали, зачищенный наждачной бумагой;

б) по атласу спектроскопических признаков выбрать для определяемого элемента аналитическую группу со средней чувствительностью. Например, для хрома удобнее начинать с группы Cr_4 . Длина волны аналитической линии в этой группе 540,95 нм. По дисперсионной кривой стилоскопа найти положение барабана, соответствующее данной длине волны, и установить в окуляре картину спектра группы Cr_1 , отождествив ее с картиной этой же группы, изображенной в атласе. Данные положения барабана для всех линий примесей занести в табл. 78;

в) среди спектральных линий, обозначенных цифрами 1; 2 и т. д. (в аналитической группе атласа спектроскопических признаков), найти равноинтенсивную аналитическую пару в данной группе и записать соответствующую этому равенству концентрацию из таблицы условий в атласе. Если линия примеси в силу ее низкой чувствительности слаба или отсутствует совсем, следует обратиться к более чувствительной группе и повторить операцию отождествления спектра и нахождения равноинтенсивной пары. Если интенсивность линии примеси больше интенсивности всех линий сравнения в первой группе, следует перейти к менее чувствительной группе;

г) по каждому из определяемых элементов (Cr, Mn, V, W, Mo, Ti, Ni) зарисовать в отчет аналитические группы с указанием длин волн, по которым оценивалась концентрация. Записать значения концентраций, соответствующие реализуемой равноинтенсивной аналитической паре.

3. Оформить отчет согласно предложенной схеме:

а) основные положения количественного спектрального анализа и сущность метода спектроскопических признаков;

б) цель и порядок выполнения работы;

в) оптическая схема стилоскопа СЛ-11А;

г) табл. 76—78;

д) дисперсионная кривая стилоскопа;

е) результаты анализа с зарисовкой картин аналитических групп.

Вопросы для самопроверки: 1. Чем определяются абсолютная и концентрационная чувствительность спектральных линий?

2. От каких факторов зависит интенсивность спектральных линий?

3. Что является мерой концентрации в количественном спектральном анализе?

4. Каковы условия гомологичности при выборе аналитической пары?

5. Какой источник возбуждения используют в данной работе?
 6. Назовите рабочий диапазон стилоскопа СЛ-11А.
 7. Какие частицы возбуждаются в межэлектродном промежутке?
 8. Какова точность метода спектроскопических признаков?
 9. Назначение всех элементов оптической схемы стилоскопа СЛ-11А.
- Список литературы: [35], с. 117—120; с. 152—155; с. 263—265; [43], с. 253—261; [53], с. 40—49; [62], с. 9—16; с. 30—32; с. 57—59; с. 111—158.

56. КАЧЕСТВЕННЫЙ АНАЛИЗ НА ДИФРАКЦИОННОМ СПЕКТРОГРАФЕ ДФС-8

Краткие общие и теоретические сведения. Возможность определять состав вещества по его спектру основана на индивидуальности и аддитивности спектров химических элементов. Поэтому в принципе любая спектральная линия элемента, присутствующая в спектре, может быть доказательством наличия его в анализируемой пробе.

Интенсивность линий элемента на спектрограммах сильно зависит от многих факторов: концентрации атомов соответствующего элемента, способов возбуждения и фотографирования спектров, интенсивности всех линий в спектре анализируемого элемента и др. При неблагоприятных условиях анализа выбранная линия может получиться очень слабой или совсем отсутствовать, она может маскироваться близкими по длине волны линиями других элементов. В связи с этим выбирают оптимальные условия возбуждения и фотографирования спектров. Регистрируемый спектральный диапазон подбирают в зависимости от того, в какой области спектра находится резонансная (наиболее чувствительная) линия элемента. Если нужно определить, какому элементу соответствует спектр, то в принципе не важно, какую линию его спектра взять для отождествления. Тогда задача сводится к определению длины волны одной из линий в спектре элемента и определению с помощью таблиц спектральных линий, какому элементу она принадлежит.

Цель работы: 1. Изучить дифракционный спектрограф ДФС-8, определить его дисперсию и разрешающую способность

2. Провести качественный анализ сплава, измеряя длину волны спектральной линии и отождествляя спектр.

Содержание работы. Для возбуждения спектров используют генератор дуги ДГ-2, для фотографирования — дифракционный спектрограф ДФС-8.

В дифракционном спектральном аппарате диспергирующим элементом служит дифракционная решетка, которая имеет ряд преимуществ по сравнению с призмой. Главное из них — возможность использовать ее в тех областях оптического спектра, где нет прозрачных материалов для изготовления призм.

Угловая дисперсия решетки

$$d\varphi/d\lambda = m/b \cos \varphi, \quad (1)$$

где m — порядок спектра; b — постоянная решетки; φ — угол отклонения монохроматического луча. При использовании спектра одного порядка ($m = 1$) $\cos \varphi$ изменяется очень мало. Поэтому линейная дисперсия $D = (d\varphi/d\lambda) \cdot (f_2/\sin \epsilon)$ — величина постоянная для всей рабочей

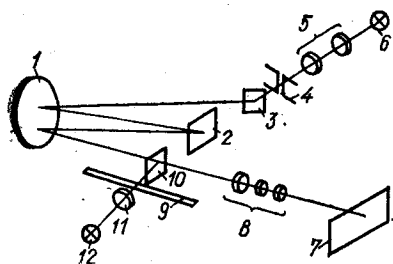


Рис. 138. Оптическая схема дифракционно-го спектрографа ДФС-8:

1 — коллиматорное зеркало; 2 — решетка; 3 — поворотное зеркало; 4 — щель; 5 — осветительная трехконденсорная система; 6 — источник света; 7 — фотопластинка; 8 — проецирующие линзы; 9 — шкала длин волн; 10 — поворотное зеркало; 11 — линза; 12 — лампочка для освещения шкалы

области спектрографа. Это второе преимущество дифракционных аппаратов.

Чтобы оценить способность прибора разделять спектральные линии близких длин волн, используют характеристику, называемую разрешающей способностью:

$$R = \lambda / \delta \lambda, \quad (2)$$

где $\delta \lambda$ — предел разрешения прибора; определяется шириной контура спектральной линии. Теоретическая разрешающая способность спектрографа зависит от параметров оптической схемы:

$$R_r = d \cdot d\varphi / d\lambda, \quad (3)$$

где d — действующее отверстие прибора. Реальная разрешающая способность $R_p < R_r$, так как ограничивается дифракцией света на щели. Она может быть вычислена по формуле (2), где вместо $\delta \lambda$ использовать $\Delta \lambda$ — практический предел разрешения (т. е. разность длин волн двух близких линий с провалом по интенсивности между ними около 20%). Максимально приблизить R_p и R_r можно при «нормальной» ширине щели

$$s_n = f_1 \lambda / d, \quad (4)$$

полученной из равенства геометрической и дифракционной ширины щели. Знать ее важно для каждого конкретного спектрографа при практическом выборе рабочей ширины щели.

Спектрограф ДФС-8 (рис. 138) с плоской дифракционной решеткой предназначен для фотографирования спектра участками по 100 нм на фотопластинку 13 × 18 см в диапазоне спектра 200—1000 нм. Прибор выпускают в двух вариантах: с решеткой 600 и 1200 штр./мм, что обеспечивает среднюю обратную линейную дисперсию 0,6 и 0,3 нм/мм соответственно. Построен прибор по автоколлимационному принципу. Основные данные спектрографа: фокусное расстояние зеркального объектива — 2650 мм; световой диаметр — 264 мм; относительное отверстие прибора 1 : 35.

Длину волны линии в спектре определяют по эталонному спектру (например, по спектру железа), сфотографированному вплотную к спектру исследуемому. Чтобы спектр железа можно было использовать в качестве шкалы длин волн, оба спектра фотографируют без перемещения кассеты, пользуясь диафрагмой Гартмана (рис. 139). Последняя ограничивает щель прибора по высоте, помещаясь в насадке

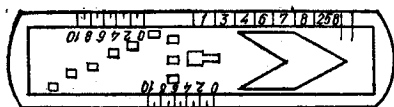


Рис. 139. Диафрагма Гартмана

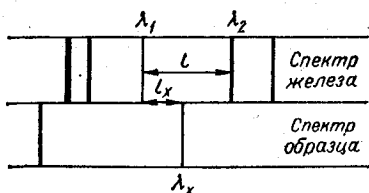


Рис. 140. Расположение нормалей (линий спектра железа) и измеряемых линий в исследуемом спектре для случая линейной интерполяции

перед щелью спектрографа. С помощью диафрагмы на фотопластинке можно получить девять соприкасающихся спектров одинаковой высоты. Обычно фотографируют два спектра железа на 1-й и 2-й ступеньках, а между ними — спектр неизвестного образца (рис. 140). Тогда длину волны линии в спектре неизвестного образца определяют по интерполяционной формуле

$$\lambda_x = \lambda_1 + (\lambda_1 - \lambda_2) l_x / l. \quad (5)$$

Здесь коэффициент при l_x — средняя линейная дисперсия на участке спектральных линий нормалей λ_1 и λ_2 . Такой способ вычисления длины волны вполне пригоден для приборов с дифракционными решетками. Для призмённых приборов этот способ можно применять, если $(\lambda_1 - \lambda_2) \leq 5$ нм.

Расстояния между линиями измеряют микроскопом МИР-12 или компаратором ИЗА-2. Погрешность при измерении длины волны

$$\Delta \lambda_x = (d\lambda/dl) \Delta l,$$

где Δl — погрешность измерения расстояния на спектрограмме. Так, при работе на измерительном микроскопе МИР-12 $\Delta l = 0,01$ мм. Если $D' = 0,6$ нм/мм, то $\Delta \lambda_x = 0,006$ нм. Длина волны измеренной линии определится как $\lambda_x \pm \Delta \lambda_x$, т. е. она будет находиться в некотором интервале длин волн от $(\lambda_x - \Delta \lambda_x)$ до $(\lambda_x + \Delta \lambda_x)$.

«Хозяина» спектральной линии находят по таблицам спектральных линий элементов, построенным в порядке убывания длин волн. Если погрешность измерения длины волны составляет 0,006 нм, то интервал, в котором находится «хозяин», определится величиной 0,012 нм, а в этом интервале может быть несколько спектральных линий. Какому из элементов отдать предпочтение, решают, логически анализируя вошедшие в группу линии. Например, по представленным в табл. 79 данным в числе претендентов на «хозяина» спектральной линии остались два элемента — Ni и Mn. Для точного отождествления нужно в спектрах Ni и Mn найти линии, обладающие относительной интенсивностью, большей чем 75 и 400 ед. соответственно или по крайней мере такой же, и установить наличие этих линий в исследуемом спектре. Если это не сплав на основе Ni—Mn, то одна из дополнительных присутствующих линий укажет истинного «хозяина».

Порядок выполнения работы. 1. Ознакомиться с описанием и инструкцией по использованию спектрографа ДФС-8. Проверить равно-

λ, нм	Элемент	Интенсивность		Вывод исследователя
		в дуге	в искре	
305,444	Ce	8	—	Исключается из претендентов как очень слабая линия или исходя из предположения, что редкоземельного элемента не может быть
305,4362	Mn	75	40	Можно оставить среди претендентов
305,4316	Ni	400	100	
305,4270	Se	—	20	
				Исключается из претендентов как искровая

Примечание. Возбуждается спектр в дуге.

мерность освещения коллиатора при полностью открытой щели спектрографа.

2. Рассчитать и установить соответствующую ширину щели прибора.

3. Установить положение решетки, соответствующее рабочей области 400—500 нм. В окне спектрографа должна быть середина указанного диапазона (450 нм).

4. Зарядить кассету и установить ее в кассетную часть прибора.

5. Открыть шторку кассеты и сфотографировать шкалу длин волн, включив на 30 с лампочку подсвета шкалы. При этом на приборе должна загореться сигнальная красная лампочка.

6. Зачистить торцы железных электродов и образцов для анализа.

7. В конденсорной насадке перед щелью закрепить диафрагму Гартмана.

8. В штатив установить по очереди железные электроды и образцы для анализа с расстоянием в межэлектродном промежутке 3 мм.

9. Делая пробное включение генератора ДГ-2, установить режим горения дуги при токе 5А.

10. Спектры железа и анализируемых образцов сфотографировать через соседние прорези 1, 3, 4, 5, 6 в диафрагме Гартмана, сделав по две пары пробных спектров. Условия фотографирования: фотопластинки СП-1 чувствительностью 5—9 ед., диафрагма револьверного типа в осветительной системе — 3 мм, время экспозиции — 30 с.

11. Проявить, зафиксировать, промыть и высушить фенон спектрограммы. Проявляющий раствор — на основе стандартного рецепта УП-2.

12. Уложить спектрограмму на столик микроскопа МИР-12 и с помощью атласа спектра железа для дифракционного спектрографа и шкалы длин волн на фотопластинке ознакомиться со спектром железа, отождествив спектр на фотопластинке со спектром в атласе.

13. Найти в спектре железа пару спектральных линий средней или слабой интенсивности, находящихся на пределе разрешения, и определить их длины волн, отождествляя с атласом. Определить разрешающую способность прибора.

14. Найти в спектре железа пары линий 400,5—404,5; 438,3—440,4; и 485,9—487,1 нм. Измерить между ними линейное расстояние и определить среднее значение линейной дисперсии спектрографа.

15. Найти тонкую, но четкую линию в спектре анализируемой пробы. Найти длину волны линии неизвестного спектра, определив для этого сначала длины волн в спектре железа в ближайшем окружении линии $\lambda_{\text{ж}}$.

16. Провести качественный анализ и дать заключение о составе.

17. Оформить отчет по предлагаемой схеме:

а) цель и порядок выполнения работы, основные материалы и оборудование;

б) оптическая схема и параметры дифракционного спектрографа ДФС-8;

в) увеличенный отпечаток спектров, условия фотографирования;

г) результаты определения разрешающей способности;

д) результаты измерения линейных расстояний между линиями в спектре железа и определения обратной линейной дисперсии прибора;

е) результаты проведения качественного анализа. Таблица на примере табл. 79;

ж) вывод.

Вопросы для самопроверки: 1. Каковы рабочий диапазон и средняя величина линейной дисперсии спектрографа ДФС-8?

2. В чем проявляются преимущества дифракционных спектрографов перед призмными?

3. Что называется «нормальной» шириной щели?

4. От каких параметров оптической схемы зависят разрешающая способность и светосила прибора?

5. В чем состоит качественный спектральный анализ? Назовите условия проведения качественного анализа.

6. Каковы способы отождествления спектров?

7. Чем определяется точность измерения длины волны? Какая точность достигается при выполнении данной работы?

Список литературы: [24]; [29]; [38], с. 232—263; [11], с. 7—39; с. 61—66; с. 289—290.

57. СПЕКТРАЛЬНЫЙ АНАЛИЗ СТАЛИ НА СОДЕРЖАНИЕ ХРОМА ПО МЕТОДУ ТРЕХ ЭТАЛОНОВ

Краткие общие и теоретические сведения. Метод трех эталонов относится к группе фотографических методов количественного спектрального анализа. В этих методах сначала по эталонам устанавливают зависимость относительной интенсивности аналитической пары линий от концентрации определяемой примеси в образце. Для этого спектры эталонов и анализируемых проб фотографируют на пластинку. Интенсивность спектральных линий I на спектрограмме измеряют через оптическую плотность — почернение S . Оптическую плотность эмульсии S (или просто почернение) измеряют микрофотометрами.

Связь между почернением фотоэмульсии и интенсивностью, вызывающей это почернение, описывается зависимостью

$$S = \gamma \lg I - \gamma j, \quad (1)$$

где γ — тангенс угла наклона кривой, называемый коэффициентом контрастности; j — инерция фотопластины. Графически представленная, эта зависимость (рис. 141) называется характеристической кривой

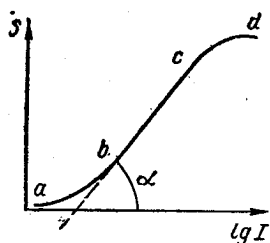


Рис. 141. Характеристическая кривая эмульсии

эмульсии. Участки ab и cd — области соответственно недодержек и передержек, на которых угол наклона непрерывно меняется. Прямолинейный участок bc называют областью нормальных почернений.

Почернение спектральной линии отражает ее интенсивность. Для линий анализируемого элемента и элемента сравнения соответственно

$$S_1 = \gamma_1 \lg I_1 - \gamma_1 j;$$

$$S_0 = \gamma_0 \lg I_0 - \gamma_0 j.$$

Для далеко расположенных линий вследствие неоднородности эмульсии и зависимости $\gamma = f(\lambda)$ коэффициент $\gamma_1 \neq \gamma_0$. Для линий, расположенных в одном спектре близко друг от друга, $\gamma_1 = \gamma_0 = \gamma$ и тогда разность почернений

$$\Delta S = \gamma \lg (I_1/I_0). \quad (2)$$

Поскольку относительная интенсивность аналитической пары зависит от концентрации (формула Шейбе—Ломакина):

$$I_1/I_0 = aC^b,$$

то разность почернений также зависит от концентрации:

$$\Delta S = \gamma b \lg C + A. \quad (3)$$

При условии $\gamma b = \text{const}$ выражение (3) является уравнением прямой линии, т. е. это математическое выражение градуировочного графика в координатах ΔS — $\lg C$ с угловым наклоном $\lg \alpha = \gamma b$. Коэффициент контрастности γ зависит от сорта эмульсии, величины экспозиции, времени и температуры проявления фотопластинки.

Цель работы: 1. Ознакомиться со спектрографом ИСП-28 и методом трех эталонов.

2. Определить содержание хрома в сталях, получить навыки фотометрирования микрофотометром МФ-2.

Содержание работы. Спектры эталонов и анализируемых проб фотографируют на одной пластинке. Градуировочный график (рис. 142) строят в масштабе $0,1 \Delta S = 0,1 \lg C = 10$ мм на миллиметровой бумаге по результатам фотометрирования аналитических пар в спектрах эталонов (не менее трех). Тогда концентрацию примеси можно найти по этому графику после определения ΔS_x по результатам фотометрирования аналитической пары в спектре анализируемой пробы.

Основное требование метода — подобрать такие условия фотографирования спектров, при которых во всем концентрационном диапазоне значения почернений спектральных линий не выходили бы за пределы участка нормальных почернений: 0,2—1,2 ед. Этого добиваются, выбирая соответствующее время экспозиции.

Спектрограф ИСП-28 относится к группе призмных аппаратов с кварцевой оптикой (рис. 143). Лучи света от источника излучения

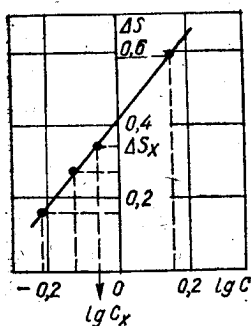


Рис. 142. Градуировочный график

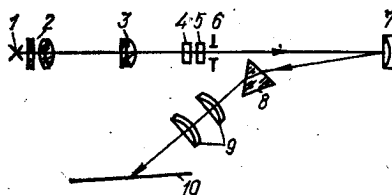


Рис. 143. Оптическая схема спектрографа ИСП-28:

1 — источник света; 2—5 — трехлинзовый осветитель; 6 — щель; 7 — зеркальный коллиматорный объектив; 8 — кварцевая призма Корню; 9 — объектив; 10 — фотопластинка

проходят трехлинзовый осветитель, щель и попадают на зеркальный коллиматорный объектив, который, отражая, отклоняет их на угол $2^{\circ} 17'$. Кварцевой призмой Корню этот параллельный пучок света разлагается в спектр. Кварцевый объектив камеры собирает монохроматические пучки и в фокальной плоскости формирует изображение спектра. Фокальная плоскость, совпадающая с плоскостью фотопластинки, наклонена к оптической оси объектива под углом 40° . Этот наклон обеспечивает четкое изображение спектральных линий во всем рабочем диапазоне спектрографа. Основные данные прибора: рабочий диапазон спектра — 200...600 нм; фокусное расстояние зеркального коллиматора — 703 мм; диаметр коллиматора — 40 мм; фокусное расстояние объектива камеры для $\lambda = 257,3$ нм — 930 мм.

Внимание! Оптическую систему не трогать во избежание разъюстировки прибора.

Порядок выполнения работы: 1. Зачистить торцы эталонных образцов наждачной бумагой.

2. Зарядить кассету фотопластинкой типа СП-1, положив ее в центр кассеты.

3. Установить кассету в кассетную часть и поднять шторку.

4. Проверить включение генератора ИГ-3 по схеме, изображенной на внутренней панели его дверцы.

5. По очереди зажимая в электродержателе штатива ШТ-9 эталонные образцы и образцы для анализа и соответственно перемещая кассету на 2 мм, сфотографировать спектры в следующих условиях: ток искры — 2 А; время предварительного обыскривания — 30 с; время экспозиции — 45 с; ширина щели спектрографа — 0,015 мм; искровой промежуток — 2,5 мм; диаграмма револьверного типа — 5 мм; диафрагма Гартмана ограничивает высоту щели на 1,5 мм.

6. Проявить, зафиксировать, промыть и высушить феном фотопластинку.

7. Используя измерительный микроскоп МИР-12, найти и отметить аналитическую пару Cr 267,7 — Fe 268,9 нм.

Деления на барабане механизма перемещения кассеты	№ образца и эталона	$C_{Cr} \%$	$\lg C_{Cr}$	Результаты фотометрирования			
				S_{Cr}	S_{Fe}	ΔS	$\overline{\Delta S}$
2 4 6	201						
10 12 14	202						
18, 20, 22	203						
26, 28, 30	204						
34, 36, 38	205						
42, 44, 46	образец						

8. Профотометрировать аналитическую пару линий микрофотометром и занести результаты в табл. 80.

9. По результатам фотометрирования построить градуировочный график. Проводить прямую по методу наименьших квадратов.

10. Определить по графику содержание хрома C_x в исследуемом образце.

11. Оценить погрешность измерений по формуле

$$\delta = [(C_x - C_{ист})/C_{ист}] 100 \%$$

Значение $C_{ист}$ выяснить у преподавателя в конце занятия, после определения C_x .

12. Оформить результаты по следующей схеме:

а) краткий обзор теоретических основ количественного спектрального анализа;

б) картина участка спектра с аналитической парой;

в) оптическая схема спектрографа ИСП-28;

г) таблица с результатами измерений;

д) градуировочный график;

е) результаты расчета коэффициента a и b в уравнении $P = ax + b$ для проведения градуировочного графика;

ж) градуировочный график;

з) оценка точности определения концентрации хрома.

Вопросы для самопроверки: 1. В чем состоит метод трех эталонов?

2. Каких условий фотографирования спектров нужно придерживаться, чтобы удовлетворить требованиям метода?

3. Объясните выбор аналитической пары при анализе стали на содержание хрома с помощью спектрографа ИСП-28. Какая гарантированная точность обеспечивает при выборе данной аналитической пары?

4. Чем руководствуются, выбирая время предварительного обесквивания?

5. Объясните процессы, происходящие на электродах в искровом промежутке.
6. Каков характер поступления хрома из стали в искровой разряд? Чем объясняется характер кривых обескисливания?

Список литературы: [38], с. 298—351; [43], с. 189—228; с. 261—262; с. 278—279; [53], с. 40—49.

58. КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ СПЕКТРАЛЬНЫЙ АНАЛИЗ С ПОМОЩЬЮ СТИЛОСКОПА СЛ-11А

Краткие общие и теоретические сведения. Визуальные методы наблюдения и фотометрирования спектров наиболее просты и быстры. Особенности этого метода определяются свойствами глаза, служащего приемником света. Спектральная чувствительность глаза (рис. 144) максимальна для желто-зеленого цвета (с длиной волны около 550 нм), а с изменением длины волны в сторону фиолетового и красного цветов резко уменьшается. Поэтому визуальный метод можно использовать только в области 400—700 нм.

Визуально (без фотометра) измерить относительную интенсивность спектральных линий невозможно. На глаз можно только с достаточной точностью установить равенство интенсивностей или определить, какая из линий ярче. Фотометр — это устройство, позволяющее определить, во сколько раз одна линия ярче другой. Стилоскоп, снабженный фотометрическим устройством, превращается в стилометр. Стилоскоп СЛ-11А можно преобразовать в стилометр, если в фокальную плоскость ввести фотометрический клин (см. рис. 136 и 137).

Фотометрический клин (рис. 145) представляет собой устройство, в котором на стеклянный диск большого диаметра (~ 150 мм) нанесена полупрозрачная кольцевая полоска платиновой пленки переменной толщины. Пропускание $T\%$ света

$$T = i/i_0 = e^{-\alpha d_r}, \quad (1)$$

где α — коэффициент поглощения платины; d_r — толщина слоя на расстоянии r от края кольца (рис. 145); i_0 и i — интенсивность света, падающего на пленку и прошедшего через нее соответственно.

Таким образом, величина пропускания зависит от толщины платиновой пленки. Клин выполнен в виде узкого кольца шириной 0,2 мм, чтобы иметь возможность затенить одну спектральную линию, не затронув другую. Градуировка клина в процентах пропускания нанесена на стеклянном диске, в непосредственной близости от полоски клина.

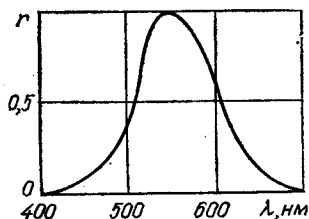


Рис. 144. Средняя спектральная чувствительность глаза

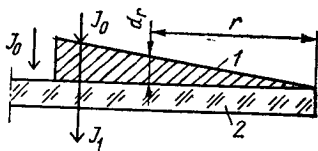


Рис. 145. Фотометрический клин:
1 — платиновая пленка; 2 — стеклянный диск

Визуальное фотометрирование с помощью фотометрического клина состоит в следующем.

Допустим, что аналитическая пара спектральных линий с λ_1 и λ_0 имеет интенсивности I_1 и I_0 , причем $I_1 > I_0$. С помощью фотометрического клина можно ослабить первую линию и добиться равенства интенсивностей. Клин прикрывает первую линию и ослабляет ее на $T_i\%$. Вторая линия не прикрыта, и поэтому ей соответствует 100%-ное пропускание стекла. Тогда

$$I_1 T_i = I_0 \cdot 100\%; \quad (2)$$

$$I_1/I_0 = 100\%/T_i; \quad \lg(I_1/I_0) = 2 - \lg T_i. \quad (3)$$

Согласно уравнению Шейбе — Ломакина $R = I_1/I_0 = aC^b$, относительная интенсивность, определенная как разность логарифмов пропускания клина и стекла, связана с концентрацией следующим образом:

$$\lg R = \lg(I_1/I_0) = 2 - \lg T_i = b \lg C + A. \quad (4)$$

Градуировочный график с помощью эталонов строят в координатах $\lg R - \lg C$. По этому графику определяют концентрацию примеси, если определена относительная интенсивность аналитической пары по формуле (3).

Цель работы: 1. Ознакомиться с действием фотометрического устройства стилоскопа СЛ-11А.

2. Приобрести навыки визуального фотометрирования спектральных линий.

3. Провести количественный спектральный анализ стали на содержание Mn, Cr, W, Ti и Ni.

Содержание работы. Содержание примесей определяют с помощью стилоскопа СЛ-11А (см. работу 55), работающего в режиме стилосметра. Для этого поворотом маховичка (см. рис. 137) фотометрический клин (см. рис. 136) вводят в поле зрения окуляра. Полностью введенный фотометрический клин в поле зрения окуляра виден узкой черной вертикальной полоской. Рядом с ней видны цифры, обозначающие пропускание T клина в процентах. Измеряют относительную интенсивность, ослабляя более яркую линию аналитической пары до равенства их интенсивностей и оценивая интенсивность по формуле (3).

Порядок выполнения работы: 1. Зачистить поверхность эталонных образцов и образцов для анализа. Получить у преподавателя данные о содержании в эталонах Cr, Ni, Mn, Ti и W.

2. Пользуясь полученной в работе 55 дисперсионной кривой и атласом спектральных линий или таблицами спектроскопических признаков, найти аналитические пары Cr 540,979 — Fe 541,5 нм; Ni 471,4 — Fe 471,029 нм; Si 634,701 — Fe 635,829 нм; Mn 482,35 — Fe 485,975 нм; Mo 603,066 — Fe 602,706 нм; Ti 499,107 — Fe 499,43 нм. Все элементы, за исключением кремния, анализировать при дуговом возбуждении. Кремний анализировать, используя низковольтную искру. При этом ручку генератора поставить в положение «искра».

Установить визуально, какая из линий аналитической пары ярче для данного образца.

№ образца	С%	lg C	Оценка интенсивности			
			$T_{\text{пр}}$	T_{Fe}	lg R	lg $\bar{R}$

3. Маховичком (см. рис. 137) ввести фотометрический клин и полностью прикрыть им (нулевое пропускание) более интенсивную линию, передвигая спектр барабаном поворота призмы. Вращая маховичок поворота клина, добиться равенства яркостей линий аналитической пары и записать показания клина в табл. 81 соответственно для каждого эталона и для каждой аналитической пары. По данным табл. 81 построить градуировочные графики для каждого элемента в координатах $\lg R - \lg C$. Измерения провести по три раза и результат записать по среднему значению.

4. Оформить отчет по предлагаемой схеме:

- краткое изложение принципа метода;
- цель работы;
- картина участков спектров вблизи аналитических пар;
- таблицы с результатами фотометрирования для каждого элемента;
- градуировочные графики;
- результаты анализа с указанием точности.

Вопросы для самопроверки: 1. Каковы требования, предъявляемые при выборе аналитических пар для стилоскопического анализа?

2. В чем принцип визуального фотометрирования?

3. Какова техника работы с фотометрическим клином?

4. В каких единицах градуирован фотометрический клин?

5. Какой способ используют для возбуждения спектра Cr, Ni, W, V, Mo, Mn?

6. Какой способ возбуждения нужен для анализа стали на содержание кремния? Почему?

7. Поясните устройство фотометрического клина.

8. Какие типы фотометров Вам известны?

Список литературы: [35], с. 117—120; с. 154—157; [43], с. 256—265; [62], с. 15—45; с. 57—65; с. 115—163.

59. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ШИРИНЫ ЗАПРЕЩЕННОЙ ЗОНЫ ПОЛУПРОВОДНИКОВЫХ ПЛЕНОК ПО СПЕКТРУ ПОГЛОЩЕНИЯ

Краткие общие и теоретические сведения. Ширину запрещенной зоны полупроводника можно получить из спектрального распределения коэффициента поглощения α см⁻¹, который является частью выражения для комплексного показателя преломления:

$$N = n - ik, \quad (1)$$

где n — показатель преломления; k — показатель поглощения, связанный с коэффициентом поглощения α формулой (И):

$$\alpha = 4\pi k/\lambda,$$

где λ — длина волны света.

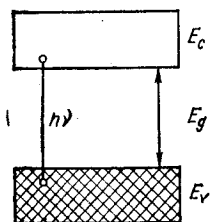


Рис. 146. Схема энергетического спектра полупроводника

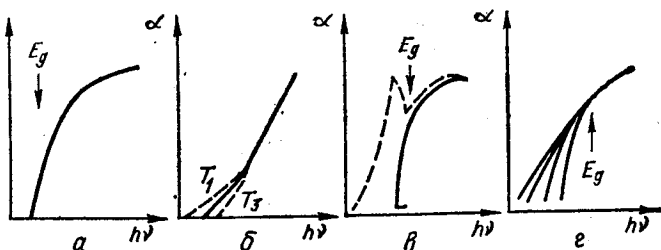


Рис. 147. Формы краевого поглощения для различных типов (а—г) электронных переходов

Для полупроводников в спектральном распределении коэффициента поглощения $\alpha(\lambda)$ имеется ярко выраженный край. Положение этого края обусловлено шириной E_g запрещенной зоны полупроводника (рис. 146), так как при $h\nu < E_g$ показатель $k \gg 0$ ($h\nu$ — энергия фотона). Форма краевого поглощения определяется конфигурацией энергетических зон в полупроводнике. Если

$$\alpha \sim (h\nu - E_g)^{1/2}, \quad (2)$$

то поглощение обязано прямым разрешенным переходам электронов из валентной зоны в зону проводимости (рис. 147, а).

Если

$$\alpha \sim (h\nu - E_g \mp E_p)^2, \quad (3)$$

то реализуются не прямые электронные переходы с участием фононов (здесь E_p — энергия фонона). В случае непрямых переходов наблюдается влияние температуры на величину E_g (рис. 147, б).

При наличии электронно-дырочного взаимодействия с образованием экситонов край полосы поглощения смещается в сторону коротких волн и в области краевого поглощения образуется острый максимум (рис. 147, в).

Для щелочно-галогидных кристаллов, CdSe или тетрагонального селена характерен экспоненциальный край — так называемый край Урбаха. Форма края в этом случае описывается эллиптической зависимостью

$$\alpha \sim \exp[\gamma^*(h\nu - E_g)/kT], \quad (4)$$

где γ^* — некоторая константа; T — совпадает с абсолютной температурой, пока температура выше некоторой величины $T_0 \approx 100$ К. Здесь край поглощения не зависит от температуры при $T < T_0$; при высоких температурах ($T \gg T_0$) он становится более размытым (рис. 147, г).

Коэффициент поглощения обычно получают, измеряя отражение $R = I_r/I_0$ и пропускание $T = I_x/I_0$. Здесь I_0 — интенсивность первичного пучка света; I_r и I_x — интенсивность отражения и пропускания соответственно. Если нет отражения, коэффициент поглощения α

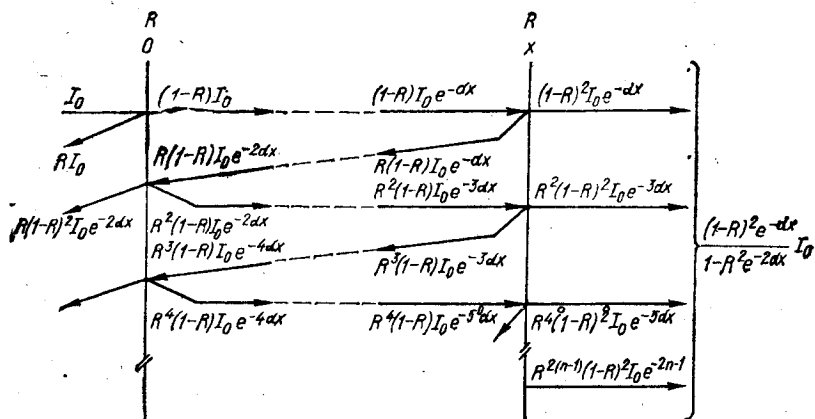


Рис. 148. Потоки энергии в системе с многократным внутренним отражением

определяется из выражения

$$I_x/I_0 = e^{-\alpha x}. \quad (5)$$

Обычно же, проходя слой толщиной x , свет претерпевает поглощение, внутренние многократные отражения (рис. 148) и выходит наружу значительно ослабленным. Коэффициент пропускания с учетом этих эффектов

$$T = I_x/I_0 = (1 - R)^2 \exp(-\alpha x) / [1 - R^2 \exp(-2\alpha x)]. \quad (6)$$

Если αx велико, то, пренебрегая вторым членом в знаменателе, записывают

$$T = (1 - R)^2 \exp(-\alpha x). \quad (7)$$

Когда R и T измерены, а x известно, из уравнения (7) определяют α . Если R неизвестно, то коэффициент поглощения определяют по методу двух толщин. Измерив пропускание T_1 и T_2 для толщины x_1 и x_2 , определяют α из выражения

$$T_1/T_2 = \exp[\alpha(x_2 - x_1)]. \quad (8)$$

Поскольку $T_1 = I_1/I_0$; $T_2 = I_2/I_0$, то совсем не обязательно знать I_0 . Отношение T_1/T_2 можно заменить отношением I_1/I_2 и записать

$$I_1/I_2 = \exp[\alpha(x_2 - x_1)]. \quad (9)$$

Отсюда

$$\alpha = \ln(I_2/I_1)/(x_1 - x_2). \quad (10)$$

Цель работы: 1. Изучить форму краевого поглощения полупроводника.

2. Определить ширину запрещенной зоны для реализуемых электронных переходов.

3. Ознакомиться с техникой измерения коэффициента поглощения по методу двух толщин.

Содержание работы. Ищут форму краевого поглощения, т. е. зависимость $\alpha(\lambda)$ вблизи энергии фотона, соответствующей ширине

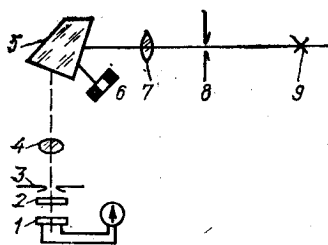


Рис. 149. Оптическая схема монохроматора УМ-2: 1 — фотоэлемент; 2 — пленка полупроводника; 3 — выходная щель; 4 — камерный объектив; 5 — поворотная стеклянная призма; 6 — маховичок; 7 — объектив коллиматора; 8 — входная щель; 9 — осветитель (или ртутная лампа)

запрещенной зоны полупроводника. Для этого применяют спектрофотометр или монохроматор с приемником излучения. Спектр поглощения пленки получают, измеряя интенсивность света, прошедшего через образцы двух толщин, для каждой длины волны. Показания приемного устройства пропорциональны интенсивности действующего на него света.

Предлагаемый для работы монохроматор УМ-2 представляет собой призмный спектральный аппарат со стеклянной оптикой (рис. 149). Диспергирующая система монохроматора УМ-2 состоит из поворотной стеклянной призмы (Аббе), двух объективов — коллиматорного и камерного, входной и выходной щелей. Рабочий диапазон монохроматора УМ-2 — 360...900 нм. Поворачивают призму маховичком. Шкала его проградуирована в градусах. По спектру ртути (рис. 150) эту шкалу преобразуют в шкалу длин волн. Гальванометр М-100 (или микроамперметр) присоединяют к фотоэлементу (сурьмяноцезиевому). Отброс гальванометра прямо пропорционален ответу фотоэлемента, а следовательно, величинам $I_1(\lambda)$ и $I_2(\lambda)$.

Образцы для исследования — это пленки полупроводникового соединения (например, CdS), полученные на стекле в одинаковых технологических условиях и имеющие толщины x_1 и x_2 .

Порядок выполнения работы. 1. Установить вместо выходной щели монохроматора окуляр. Наблюдая через окуляр спектр ртути, построить дисперсионную кривую монохроматора по линиям Hg 404,7; 435,8; 456,1; 577,0 нм. Для этого, вращая маховичок призмы, совмещать соответствующую по цвету линию ртути с рисккой в окуляре монохроматора.

2. Заменить окуляр выходной щелью.

3. Ртутную лампу заменить осветителем ОИ-12 с лампой накаливания — источником сплошного спектра.

4. Закрепить в специальном держателе между выходной щелью монохроматора и фотоэлементом два измеряемых образца с толщиной

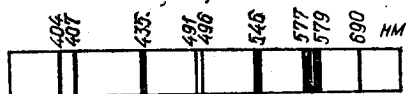


Рис. 150. Спектр ртути в видимой области

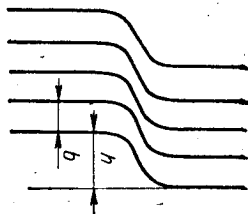


Рис. 151. Интерференционная картина в окуляре микроинтерферометра МИИ-4

Таблица 82

λ нм	$I_1 (\lambda)$	$I_2 (\lambda)$	$\alpha = \frac{\ln I_2/I_1}{x_1 - x_2}$
400			
410			
420			
430			
...			
600			

Таблица 83

λ нм	$h\nu$ эВ	α см ⁻¹	α^2 см ⁻²	$\alpha^{1/2}$ см ^{-1/2}

x_1 и x_2 . Измерить толщину микроинтерферометром Линника МИИ-4 по полосам равной толщины (рис. 151). В этом случае толщина пленки

$$x = (h/b) (\lambda/2),$$

где b — расстояние между полосами; h — величина изгиба полосы; λ — длина световой волны; $\lambda = 550$ нм.

5. Определить коэффициент поглощения в диапазоне длин волн 400—600 нм, пользуясь формулой (10). Для этого снять показания гальванометра и занести их в табл. 82, считая, что они пропорциональны интенсивности света I_1 и I_2 , прошедшего через образцы.

6. Построить спектральное распределение коэффициента поглощения для пленок CdS или CdTe в координатах α см⁻¹ — λ нм.

7. Заполнить табл. 83, пересчитав длины волн на энергию фотона $h\nu$ по формуле $h\nu = 1235/\lambda$ эВ · нм/нм.

8. Построить зависимости α^2 — $h\nu$ эВ и $\alpha^{1/2}$ — $h\nu$ эВ. Определить ширину запрещенной зоны полупроводника и охарактеризовать тип межзонных переходов, реализуемых в данном полупроводнике.

9. Оформить отчет по следующей схеме:

а) краткие теоретические сведения о межзонных электронных переходах в полупроводниках и определении ширины запрещенной зоны;

б) оптическая схема монохроматора УМ-2;

в) изображение спектра ртути;

г) дисперсионная кривая монохроматора;

д) результаты измерения толщины пленок;

е) результаты измерений в виде табл. 83 и 84;

ж) определение ширины запрещенной зоны и вывод о типе реализуемых электронных переходов.

Вопросы для самопроверки: 1. Чем объясняется полосовой характер спектра поглощения полупроводников и диэлектриков?

2. Чем определяются форма и положение длинноволнового края собственного поглощения полупроводников?

3. Какие методы определения коэффициента поглощения Вы знаете?

4. В чем состоит метод двух толщин?

5. Что мешает использовать формулу Бугера — Ламберта — Бэра для определения коэффициента поглощения?

6. На основании каких зависимостей определяют ширину запрещенной зоны полупроводников?

7. Краевое поглощение каких полупроводников можно исследовать с помощью монохроматора УМ-2?

Список литературы: [48], с. 44—56; с. 99—106; [88], с. 123—131; с. 262—263.

60. ИССЛЕДОВАНИЕ СПЕКТРОВ КРАЕВОГО ПОГЛОЩЕНИЯ УЗКОЗОННЫХ ПОЛУПРОВОДНИКОВ В ИНФРАКРАСНОЙ ОБЛАСТИ

Краткие общие и теоретические сведения. Ширина запрещенной зоны для узкозонных полупроводников менее 1 эВ. Следовательно, край собственной полосы поглощения у них расположен в инфракрасной области. В этой же области расположены и полосы поглощения большинства молекул, в том числе и молекул, составляющих воздух и растворенные в нем пары различных летучих соединений. В связи с этим, чтобы избежать наложения спектров паров воды, CO_2 и других, инфракрасные спектрофотометры строят по двухлучевым схемам.

В двухлучевом спектрометре (рис. 152) на входную щель монохроматора попеременно подаются два потока излучения: один — прошедший через исследуемый образец, другой — через фотометрический клин. Это достигается с помощью двухлучевой осветительной системы и полукруглого зеркала-модулятора, вращающегося с частотой 5—10 об/с. Оба потока со сдвигом по фазе на 180° действуют на один и тот же приемник, в котором, если потоки не равны, возбуждается переменный ток. Этот сигнал с учетом смещения фаз усиливается, детектируется и заставляет действовать фотометрический клин, жестко связанный с пером самописца. Клин перемещается до тех пор, пока не установится равновесие, т. е. равенство интенсивностей пучков света, прошедших через рабочий канал и канал сравнения.

Если фотометрический клин «линеен», т. е. если его перемещение линейно связано с коэффициентом ослабления пучка: $\mu(I) = \beta I$, то при нормальной работе этой следящей системы перемещение клина будет пропорционально отношению I_1/I_0 , где I_1 — интенсивность света в канале образца; I_0 — интенсивность падающего на образец света. Действительно, интенсивности пучков согласно закону Бугера — Лам-

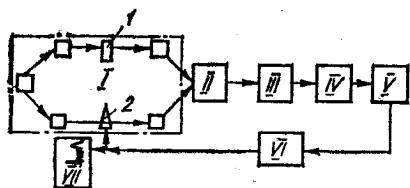


Рис. 152. Функциональная схема двухлучевого спектрометра:

1 — образец; 2 — клин; 3 — двухлучевая осветительная система; 4 — модулятор; 5 — монохроматор; 6 — приемник; 7 — усилитель; 8 — детектор; 9 — самописец

берте — Бэра без учета многократных отражений в обоих каналах можно записать следующим образом: $I_1 = I_0 e^{-\alpha d}$; $I_2 = I_0 \beta l$, где d — толщина образца; α — коэффициент его поглощения. При $I_1 = I_2$ $\beta l = I_1/I_0 = e^{-\alpha d}$, т. е. $l \sim I_1/I_0$. Полученную зависимость можно использовать для реализации метода двух толщин на двухлучевом спектрометре. Если в рабочий канал поместить образец большей толщины d_1 , а в канал сравнения — меньшей d_2 , то тогда $I_2 = I_0 \mu e^{-\alpha d_2}$, $I_1 = I_0 e^{-\alpha d_1}$. Из условия равновесия системы ($I_1 = I_2$) получим

$$\alpha = \ln \mu / (d_1 - d_2).$$

Поскольку $\mu = \beta l$, причем $\beta = \text{const}$, то

$$\alpha = C - \ln l / (d_1 - d_2),$$

где C — постоянное смещение стрелки, не влияющее на характер спектрального распределения $\alpha(\lambda)$. Соотношение толщин d_1 и d_2 должно быть таким, чтобы стрелка самописца находилась в пределах 10—90% пропускания. Отсюда коэффициент поглощения $\alpha(\lambda)$ можно определить как логарифм перемещения стрелки самописца, деленный на разность толщин образцов.

Цель работы: 1. Ознакомиться с прибором ИКС-14 и методикой градуировки прибора по спектрам эталонных веществ.

2. Получить спектры поглощения пленок сернистого свинца по методу двух толщин и определить ширину запрещенной зоны полупроводника.

Содержание работы. Получая спектры пропускания (поглощения) по методу двух толщин на двухлучевом спектрометре, в оба его канала (рабочий и сравнения) устанавливают два образца разных толщин d_1 и d_2 . Записав спектр, логарифмируют значения l на кривой $l(\omega)$ для волновых чисел, заданных интервалом $\Delta\omega$, и строят зависимость $\alpha(h\nu)$, где $h\nu$ эВ — энергия фотона, связанная с волновым числом ω см⁻¹ соотношением

$$h\nu = \omega/8066.$$

Работу выполняют на спектрометре ИКС-14 (рис. 153). В нем свет от источника гиперболическими и сферическими зеркалами направляется в каналы I и II осветителя. В каждом канале (образца и эталона) увеличенное вдвое изображение источника локализовано в плоскости установки компенсирующего и фотометрического клиньев. Далее свет плоскими зеркалами 8, 8', 9, 9' направляется на торические зеркала 10 и 10', которые создают второе изображение источника с двух противоположных сторон зеркального модулятора. Попеременно пропускаемые модулятором пучки из обоих каналов фокусируются торическим зеркалом 12 и плоским зеркалом 13 на входной щели монохроматора. Объективом монохроматора служит параболическое зеркало. Излучение, дважды разложенное в спектр призмой, поворотным отражающим зеркалом направляется на выходную щель. Затем, отразившись от поворотного плоского зеркала, изображение выходной щели фокусируется эллиптическим зеркалом на приемной площадке болометра.

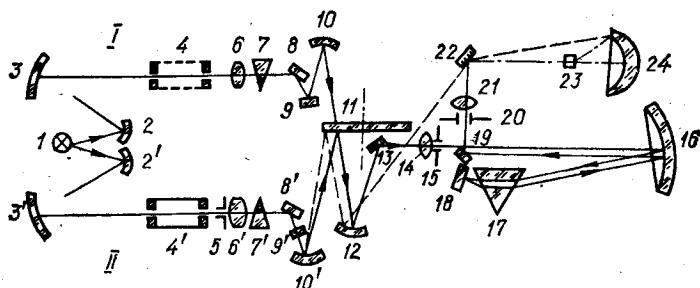


Рис. 153. Оптическая схема двухлучевого спектрометра ИКС-14:

1 — источник инфракрасного излучения (глобар); 2, 2' — гиперболические зеркала; 3, 3' — сферические зеркала; 4, 4' — кюветы для эталона и образца; 5 — ослабитель; 6, 6', 14, 21 — коллективные линзы; 7 — компенсирующий клин; 7' — фотометрический клин; 8, 8', 9, 9', 13 — плоские зеркала; 10, 10', 12 — торические зеркала; 11 — зеркальный модулятор; 15 — входная щель монохроматора; 16 — параболическое зеркало; 17 — призма; 18 — поворотное отражающее зеркало; 19 — отражающее плоское зеркало; 20 — выходная щель монохроматора; 22 — поворотное плоское зеркало; 23 — болометр; 24 — эллиптическое зеркало; I — канал образца; II — канал эталона

Для создания равномерного освещения щелей по высоте применяют сменные коллективные линзы из LiF или KBr. Источником излучения служит глобар, находящийся внутри кожуха с водяным охлаждением. При напряжении 32—40 В и токе 8—9 А его цветовая температура составляет 1300—1400 °С.

Приемником служит висмутовый болометр с двумя чувствительными полосками — рабочей и компенсационной, включенными последовательно. Болометр составляет одну ветвь моста, другую образуют две проволоочки по 40 Ом, между которыми включен реохорд для измерения разбаланса моста. При неравенстве световых потоков рабочая полоска болометра меняет сопротивление в такт импульсам светового потока, что приводит к разбалансу моста. Одновременно кулачок, кинематически связанный с механизмом сканирования спектра, раскрывает щели монохроматора. Электродвигатель отработки при поступлении сигнала от усилителя одновременно перемещает фотометрический клин. Клин вводится в канал эталона до тех пор, пока световой поток через него не станет равным световому потоку через исследуемый образец и сигнал от усилителя не станет равен нулю.

Световые потоки, проходящие либо через канал с образцом, либо через каналы сравнения, с помощью модулятора попадают поочередно на болометр. Сигнал на выходе болометра пропорционален падающему излучению: $W = CI$. Разложение в ряд Фурье выражения для энергии имеет вид

$$W = \frac{1}{2} C (I_1 - I_2) + (2C/\pi) (I_2 - I_1) \sum_{m=1}^{\infty} (-1)^m \sin m\omega t/m. \quad (1)$$

С болометра сигнал подается на резонансный усилитель, настроенный на частоту ω . На выходе усилителя получается сигнал, пропорциональный разности $(I_2 - I_1)$, причем фаза сигнала зависит от величины I_1 и I_2 , так как

Таблица 84.

$\omega \text{ см}^{-1}$	$h\nu \text{ эВ}$	$\frac{(-I)}{(100 - T)} \%$	$\alpha = \frac{\ln I}{d_1 - d_2}$

$$U = -\gamma (2C/\pi) (I_2 - I_1) \sin \omega t, \quad (2)$$

где γ — коэффициент усиления усилителя. С выхода усилителя сигнал поступает на синхронный детектор, который управляет работой исполнительного механизма — мотора, приводящего в действие фотометрический клин.

Порядок выполнения работы: 1. Ознакомиться с содержанием рекомендуемой литературы и заводским описанием прибора.

2. Согласно методике, прилагаемой к описанию, включить прибор и записать спектр поглощения полиэтилена или полистирола с использованием призм Ф-1 или LiF соответственно. Частоты, соответствующие полосам поглощения, определить, сопоставляя полученный спектр с атласом эталонных спектров. По результатам отождествления эталонных спектров проградуировать барабан развертки спектра в волновых числах.

3. Записать спектры поглощения пленок PbS, осажденных на пластинках фтористого лития, предварительно измерив толщину образцов микроинтерферометром Линника МИИ-4 (методику см. в работе 59).

4. С помощью градуировочного графика линейную миллиметровую шкалу диаграммной бумаги со спектрами PbS преобразовать в шкалу волновых чисел.

5. Пересчитать спектр пропускания $T\%$ — $\omega \text{ см}^{-1}$ в спектр поглощения α — $\omega \text{ см}^{-1}$ или α — $h\nu \text{ эВ}$ по методу двух толщин. Результаты представить в виде табл. 84 и графика. Начало отсчета для I брать по шкале от $T = 100\%$.

6. Определить ширину запрещенной зоны E_g для прямых разрешенных переходов, экстраполируя линейную зависимость α^2 — $(h\nu)$.

7. Оформить отчет по следующей схеме:

- а) дать функциональную и оптическую схему спектрометра ИКС-14;
- б) представить спектр полистирола и градуировочную кривую призмы Ф-1;
- в) спектр пропускания пленок PbS (толщиной d_1 и d_2 со шкалой волновых чисел);
- г) спектр поглощения пленки PbS, полученный по методу двух толщин в координатах $\alpha \text{ см}^{-1}$ — $h\nu \text{ эВ}$;
- д) таблица по типу табл. 84;
- е) графики α^2 — $h\nu \text{ эВ}$;
- ж) результат определения ширины запрещенной зоны и выводы.

Вопросы для самопроверки: 1. Каков принцип действия спектрометра ИКС-14?

2. Какой полный рабочий диапазон спектрометра ИКС-14?

3. Какие оптические диапазоны охватывают призмы Ф-1, LiF, NaCl, KBr?

4. Краевые спектры каких полупроводников можно исследовать с помощью ИКС-14?

5. С какой целью в приборе предусмотрены кулачки изменения входной щели?

6. Что используется в качестве приемника инфракрасного излучения?

7. Какие приемники излучения Вам известны? На каких принципах они работают?

8. Объясните механизм краевого поглощения в PbS.

Список литературы: [40], с. 214—216; с. 227—235; [45], с. 363—372; с. 396—402.

61. ИЗУЧЕНИЕ СПЕКТРАЛЬНОГО РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ФОТОЧУВСТВИТЕЛЬНОСТИ ПЛЕНОК

Краткие общие и теоретические сведения. Фотопроводимостью называют добавочную проводимость полупроводника, вызванную внутренним фотоэффектом. Чтобы осуществился внутренний фотоэффект, необходимо поглощение фотона с энергией, достаточной для перевода электрона в зону проводимости (рис. 154 — переход I) или на локальные уровни в запрещенной зоне полупроводника (рис. 154 — переходы II и III). Переходы I приводят к образованию пары носителей заряда — свободного электрона и свободной дырки. В результате переходов II и III образуются либо один свободный электрон и связанная дырка, либо одна свободная дырка и связанный электрон, т. е. носители одного знака.

Появление свободных электронов (или дырок) изменяет проводимость полупроводника. Проводимость образца без освещения σ_0 называют темновой; она обусловлена равновесными носителями за счет теплового возбуждения. Добавочная проводимость σ_{ϕ} , вызванная освещением, называется фотопроводимостью; $\sigma_{\phi} = e(n\mu_n + p\mu_p)$, где n и p — изменение концентрации электронов и дырок соответственно; μ_n и μ_p — соответственно подвижности.

Фоточувствительность

$$S = (\sigma_{\phi} - \sigma_0) / \sigma_0 = \Delta\sigma_{\phi} / \sigma_0. \quad (1)$$

Если оптическое возбуждение электронов происходит из валентной зоны в зону проводимости, то наблюдается собственная фотопроводимость, которую создают носители обоих знаков. При этом, очевидно, энергия фотона $h\nu$ должна быть не меньше ширины запрещенной зоны полупроводника: $h\nu \geq E_g = E_c - E_v$.

Собственная полоса поглощения, всегда имеющая отчетливо выраженную длинноволновую границу, в принципе может иметь и коротковолновую. Однако во многих случаях зона проводимости перекрывается вышележащими разрешенными зонами, образуя сплошной спектр. Поэтому спектр поглощения и спектральная зависимость внутреннего фотоэффекта простираются далеко в коротковолновую область. Вместе с тем при больших энергиях фотонов ($h\nu \geq 2E_g$) фотопереход электрона в зону проводимости может сопровождаться эффектом ударной ионизации, приводящей к освобождению нескольких электронов и дырок. Таким образом, теория внутреннего фотоэффекта сводится к теории поглощения лишь в некоторой области спектра вблизи длинноволнового края собственной полосы поглощения.

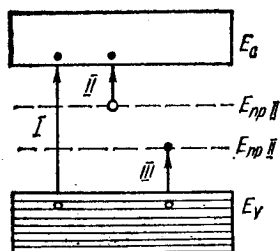


Рис. 154. Схема возможных электронных переходов при фотовозбуждении полупроводников

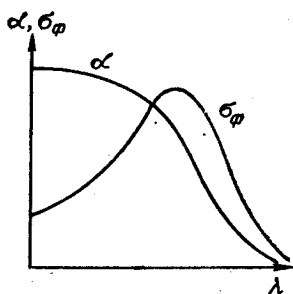


Рис. 155. Спектральное распределение коэффициента поглощения $\alpha(\lambda)$ и фотопроводимости $\sigma_\phi(\lambda)$ вблизи края фундаментального поглощения

На величину фотопроводимости и ее спектральное распределение влияют процессы поверхностной рекомбинации (рис. 155). В области края фундаментального поглощения, где $\alpha(\lambda)$ сильно возрастает (до $10^4 - 10^5 \text{ см}^{-1}$), действуют два конкурирующих процесса. В результате одного из них фотопроводимость увеличивается за счет роста поглощения и усиления генерации свободных носителей. Во втором с увеличением поглощения при уменьшении λ глубина поглощающего слоя уменьшается и вклад в проводимость вносит только приповерхностный слой. Вблизи же поверхности время жизни носителей значительно меньше, чем в объеме, из-за наличия всевозможных дефектов и, следовательно, фотопроводимость падает. Действие этих двух процессов приводит к тому, что в области края фундаментального поглощения в спектральной зависимости фотопроводимости наблюдается максимум.

При наличии в полупроводнике примесей могут реализоваться переходы типа II и III (см. рис. 154). Поглощение и фотопроводимость, обусловленные такими переходами, называют примесными. Энергия ионизации примеси, уровни энергии которой расположены в запрещенной зоне, естественно, меньше, чем ширина запрещенной зоны E_g .

Поэтому длинноволновая граница примесного поглощения и фотопроводимости сдвинута в длинноволновую сторону спектра по отношению к собственному поглощению и фотопроводимости (рис. 155).

Цель работы: 1. Ознакомиться с аппаратурой для фотоэлектрических исследований.

2. Получить спектральное распределение фоточувствительности пленок сульфида кадмия.

3. Научиться интерпретировать характер спектра фоточувствительности.

Содержание работы. Спектральное распределение фоточувствительности полупроводника получают, освещая образец монохроматическим светом от монохроматора УМ-2 (см. рис. 149) и измеряя при этом его сопротивление.

λ нм	Ширина входной щели, мм	λ нм	Ширина входной щели, мм
480	1,000	540	0,357
490	0,820	550	0,310
500	0,685	560	0,275
510	0,562	570	0,245
520	0,480	580	0,225
530	0,400	590	0,215

Щель монохроматора проградуирована на равную выходящую энергию света в связи с тем, что фотоответ пленок пропорционален интенсивности действующего света (при малых значениях интенсивности), а излучательная способность лампы накаливания имеет спектральное распределение согласно закону Вина — Планка. Кроме того, пленки различных полупроводниковых соединений могут иметь люкс-амперные характеристики с отклонением от линейности. Чтобы избежать ошибок, связанных с этими факторами, нужно интенсивность света во всей исследуемой области спектра сделать одинаковой. Это достигают, изменяя ширину щели монохроматора в зависимости от длины волны (табл. 85).

Предлагаемые для исследования пленки CdS получены методом вакуумной конденсации. В зависимости от условий их получения пленки могут иметь различный фазовый состав, т. е. содержать кубическую и гексагональную модификации в различных соотношениях. При осаждении CdS на слюду и температуре конденсации выше 200 °C формируются монокристалльные пленки гексагональной модификации. При осаждении CdS на стекло в зависимости от температуры подложки изменяется степень совершенства кристаллической решетки и ее отклонение от стехиометрии. Ширина запрещенной зоны стабильной гексагональной модификации CdS составляет $E_g^r = 2,53$ эВ, метастабильной кубической — $E_g^k = 2,3$ эВ.

Образцы для исследования помещают в камеру (рис. 156), представляющую собой герметичный ящик с окном для засветки, электродами и осушителем (силикагелем). Стекланную или слюдяную подложку с пленкой помещают на плату и прижимают контактными пружинами (электродами) в местах индиевых контактных напаек.

Измерительным прибором служит тераомметр ЕЗ-6 (инструкция к применению — на щитке прибора), который подключают к электродам образца. Диапазон измеряемых сопротивлений 10^6 — 10^{12} Ом.

Порядок выполнения работы: 1. Поместить образец в камеру, закрепить электроды и закрыть крышку винтами.

2. Подсоединить электроды к измерительному прибору, включить его и дать прогреться в течение 10—15 мин. За это время образец в камере стабилизируется, т. е. силикагель отберет на себя влагу, адсорбированную пленкой CdS.

3. Измерить темновое сопротивление R_0 образца до его засветки и записать в табл. 86.

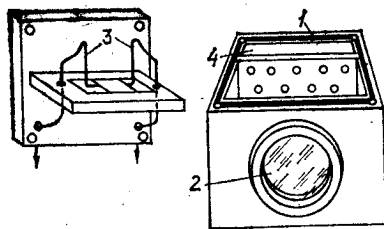


Рис. 156. Камера для засветки образца:

1 — герметичный ящик; 2 — окно; 3 — электроды; 4 — осушитель

Таблица 86

$$R_0 = \dots; \sigma_0 = \dots$$

λ нм	$h\nu$ эВ	R_λ См	σ_λ Ом ⁻¹	$S = \frac{\sigma_\lambda - \sigma_0}{\sigma_0}$
480				
490				
...				
590				

4. Установить камеру с образцом перед выходной щелью монохроматора и включить освещение. Устанавливая на барабане различные длины волн от 480 до 590 нм и значения щели, соответствующие табл. 85, измерить сопротивление образца для каждого значения и записать в табл. 86. При этом пользоваться дисперсионной кривой монохроматора, полученной в работе 59.

5. Произвести расчеты, предлагаемые в табл. 86, и построить спектральное распределение fotocувствительности пленки CdS.

6. Определить ширину запрещенной зоны пленки CdS и объяснить характер полученной зависимости $S = f(\lambda)$.

7. Оформить отчет согласно приведенной схеме:

- краткая теория фотопроводимости;
- функциональная схема измерительной установки;
- табл. 85;
- таблица по типу табл. 86;

д) спектр fotocувствительности, полученной на основании табл. 86;

е) заключение о ширине запрещенной зоны пленки.

Вопросы для самопроверки: 1. Каково определение фотопроводимости и fotocувствительности?

2. Чем определяется длинноволновая граница спектра fotocувствительности?

3. Почему темновое сопротивление до первой засветки образца больше «квазитемнового», т. е. в промежутках между засветками?

4. Чем объясняется наличие максимума в спектре fotocувствительности?

5. Почему засветка осуществляется при разных значениях входной щели монохроматора?

6. Что Вам известно о фазовом составе образца для исследования? Как это отразится на спектре fotocувствительности?

7. В чем смысл помещения образца в осушительную камеру? Как отразится наличие влаги на поверхности пленки на величине фотоответа?

Список литературы: [5], с. 81—117; [68], с. 400—443; [87], с. 291—301; [88], с. 101—103; с. 123—138; с. 227—238.

Раздел 10. МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЯ

Масс-спектрометрия — это современный метод определения элементного состава вещества независимо от его агрегатного состояния. Особо важное значение этот метод имеет при изучении процессов формирования тонких конденсированных слоев, так как позволяет

одновременно контролировать составы осаждаемого молекулярного пучка и образовавшегося конденсата, изменение состава и парциальных давлений остаточных газов, а также термодинамические характеристики процессов сорбции, испарения и конденсации. Развитие в последние годы масс-спектрометрии вторичных ионов дало возможность получать информацию об элементарных актах взаимодействия частиц на поверхности твердых тел.

В масс-спектрометрическом методе процессы испарения обычно изучают, анализируя молекулярные пучки, истекающие через эффузионное отверстие ячейки Кнудсена, которая содержит твердое вещество в равновесии с его паром при определенной температуре. Знание термодинамических характеристик необходимо не только для понимания процессов испарения и конденсации, но и для создания, например, физико-технологических основ изготовления тонких конденсированных пленок из сложных соединений, а также прогнозирования их свойств.

Для анализа состава молекулярного пучка, остаточных газов и определения термодинамических характеристик обычно используют масс-спектрометры, обладающие достаточно высокой чувствительностью ($\sim 10^{-8}$ А/Па) и разрешающей способностью ($M/\Delta M > 1000$) [58]. Высокотемпературная масс-спектрометрия в качестве источников молекулярных пучков частиц исследуемых соединений применяет кнудсеновский (испарение из эффузионной ячейки) и лентгмюровский (испарение с открытой поверхности) методы.

Зависимость между парциальным давлением p_i частиц испаряемого вещества и ионным током I_i определяется следующим соотношением:

$$P_i = I_i (E_{\max} - E_n) / S \sigma_i \gamma_i (E_i - E_n) q_i, \quad (1)$$

где q_i — распространенность регистрируемого изотопа; S — чувствительность прибора; E_n — потенциал появления данного иона; E_i — энергия ионизирующих электронов; $E_{\max}$ — энергия электронов, соответствующая максимуму ионизации частиц данного вида; γ_i — коэффициент усиления прибора; σ_i — эффективное сечение ионизации [17, 71, 79].

В предлагаемых лабораторных работах рассмотрены простейшие масс-спектрометрические задачи. Эти работы позволят ознакомиться с использованием масс-спектрометрических методов для решения некоторых проблем физики, физики тонких пленок, в частности, сорбционных явлений, протекающих при формировании тонких конденсированных слоев на начальных стадиях осаждения.

62. МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОЕ ИЗУЧЕНИЕ СОСТАВА ОСТАТОЧНЫХ ГАЗОВ

Краткие общие и теоретические сведения. Масс-спектрометрический метод использует основное физическое свойство вещества — массу молекул (атомов), а точнее — отношение массы к заряду: m/e . С помощью масс-спектрометра можно получить информацию о составе

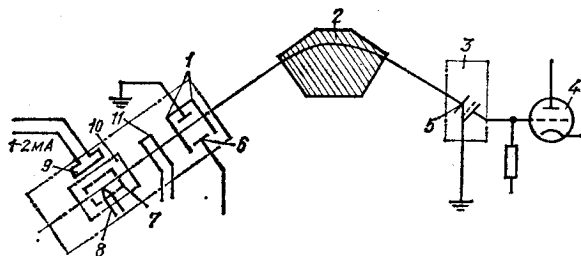


Рис. 157. Принципиальная схема масс-спектрометра МИ-1305:

1 — ускоряющий электрод; 2 — электромагнит; 3 — приемник ионов; 4 — усилитель; 5 — входная щель приемника; 6 — отклоняющий электрод; 7 — подложка; 8 — испаритель; 9 — катод; 10 — ионизационная камера; 11 — вытягивающий электрод

как остаточных газов, так и молекулярного пучка испаряемых веществ.

Под действием электронов молекулы остаточных газов или пары исследуемого вещества ионизируются. Для идентификации образовавшихся ионов используется разделение в пространстве или во времени частиц анализируемого вещества в соответствии с отношением m/e массы к заряду в условиях высокого вакуума.

В масс-спектрометре МИ-1305 (рис. 157) молекулы анализируемого вещества ионизируются в ионизационной камере под действием электронов, эмитируемых с катода. Образовавшиеся ионы ускоряются в электростатическом поле U и фокусируются в узкий пучок в ионно-оптической системе масс-спектрометра. Затем ионы проходят через камеру анализатора, которая помещена в поперечное однородное магнитное поле секторного типа, создаваемое электромагнитом с полюсными наконечниками трапециевидальной формы.

Если пренебречь начальными скоростями ионов, то можно считать, что у всех ионов после ускорения одинаковая энергия:

$$eU = mv^2/2, \quad (2)$$

где m — масса иона; e — его заряд; v — скорость иона на выходе из ионного источника; U — ускоряющая разность потенциалов. В поперечном магнитном поле ионы испытывают силу Лоренца, искривляющую их прямолинейную траекторию под действием центростремительной силы:

$$evH = mv^2/R, \quad (3)$$

где H — индукция магнитного поля; R — радиус ионной траектории. Из выражений (2) и (3) получаем

$$R = (\sqrt{2U/H}) (\sqrt{m/e}). \quad (4)$$

Таким образом, в магнитном поле ионный пучок разделяется на несколько траекторий, в каждой из которых есть ионы только с одним значением m/e .

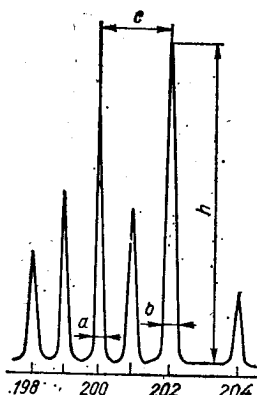


Рис. 158. Масс-спектр ртути

В масс-спектрометре МИ-1305 радиус основной траектории ионов постоянен и равен 200 мм. Ионы с разным отношением m/e можно вводить последовательно (т. е. разделяя во времени и пространстве) в щель коллектора, изменяя ускоряющую разность потенциалов U или величину магнитного поля H . Обычно при неизменном ускоряющем напряжении ($U = \text{const}$) меняют индукцию магнитного поля. Пройдя камеру анализатора, ионный луч через узкую щель в приемнике ионов попадает на коллектор, образуя в его цепи электрический ток. Меняя индукцию магнитного поля $\vec{H}$, из всего множества ионов можно выбрать ионы, имеющие нужное отношение m/e массы к заряду, и, таким обра-

зом, по величине магнитного поля судить о массовом числе изотопа.

Мерой содержания данного изотопа в анализируемом веществе является сила тока в цепи коллектора (обычно 10^{-18} — 10^{-9} А). Такие малые токи измеряются после предварительного усиления их усилителем постоянного тока с линейной характеристикой или используются счетчики ионов.

Если непрерывно изменять индукцию магнитного поля (изменяя ток питания электромагнита), можно записать спектр масс на самопишущем электронном потенциометре. Такая результирующая диаграмма называется масс-спектром. Чтобы удобно было определять массовые числа анализируемых компонентов, в масс-спектрометре установлен индикатор массовых чисел.

Во избежание значительного рассеивания ионов анализируемого вещества при столкновении с молекулами газа остаточное давление в камере, где проходит ионный пучок, равно 10^{-3} — 10^{-5} Па.

Сила ионного тока I_i связана с парциальным давлением пара следующим соотношением:

$$I_i = Kp, \quad (4)$$

где p — парциальное давление, созданное данным видом частиц; K — коэффициент пропорциональности, зависящий от эффективного сечения ионизации и геометрии прибора.

Разрешающая способность масс-спектрометра характеризуется возможностью отдельно регистрировать ионы, близкие по массовым числам исследуемых веществ, и определяется величиной $M_m/\delta M$, где M_m — верхний предел диапазона измерений по массовым числам для однозарядных ионов; δM — минимальная разность масс ионов, разрешенно регистрируемых прибором.

Величина разрешающей силы определяется по масс-спектру (рис. 158):

$$\xi = c(M_1 + M_2)/(a + b)(M_1 - M_2), \quad (5)$$

где c — расстояние между пиками; a и b — ширина пика на высоте 0,1 h , для массовых чисел M_1 и M_2 соответственно.

Величина разрешающей силы масс-спектрометра зависит от качества фокусировки «изображения». Качество же характеризуется уширением ионного пучка в плоскости входной щели приемника ионов за счет аббераций и угла отклонения от параллельности «объекта» и «изображения». Кроме того, разрешающая сила зависит от режима работы прибора: величины остаточного давления в камере анализатора, стабильности ускоряющего напряжения, стабильности и однородности магнитного поля, точности юстировки магнита, а также от напряженности и конфигурации рассеянных магнитных полей на пути движения ионов и др.

Чтобы получить наиболее высокое разрешение, нужно использовать возможно более узкие выходную S_1 и входную S_2 щели (несколько тысячных долей миллиметра), а также устанавливать их строго параллельно. Теоретический предел разрешения прибора при условии, что интенсивность между пиками мгновенно понижается до нуля,

$$M_m/\delta M = R/(S_1 + S_2). \quad (6)$$

Несовершенная форма пика делает такое теоретическое определение разрешения непригодным, поскольку различные абберации приводят к уширению пика, рассеяние на молекулах газа вызывает образование «хвостов» с каждой стороны пика (т. е. с каждой стороны пика интенсивность асимптотически приближается к нулю).

Цель работы: определить состав и относительное содержание остаточных газов при давлениях в камере масс-анализатора $p_1 \approx 10^{-5}$ и $p_2 \approx 10^{-4}$ Па.

Содержание работы. Работу выполняют на масс-спектрометре МИ-1305 или МИ-1201, который конструктивно состоит из двух основных частей — аналитической (вакуумной) и измерительной. В аналитической части масс-спектрометра ионизируются молекулы и атомы анализируемого вещества, формируется и разделяется ионный пучок, принимается и усиливается ионный ток.

Чтобы создать и поддерживать высокий вакуум в камере анализатора, источника и приемника ионов, применяют вакуумную систему, состоящую из двух ступеней — предварительного разрежения и высокого вакуума. Предварительное разрежение создается форвакуумным насосом, откачивающим систему через форвакуумный баллон. Форвакуумная ловушка препятствует попаданию паров масла из насоса в форвакуумный баллон, который допускает одно-, двухчасовую работу диффузионных насосов при отключенном форвакуумном насосе.

Высокий вакуум создается диффузионными парорутными или паромасляными насосами. При работе насосов с высоковакуумными ловушками на жидком азоте давление в камере достигается $< 10^{-5}$ Па.

Давление в форвакуумной части вакуумной системы контролируется термопарными манометрами, датчики которых установлены на форвакуумном баллоне и на входе форвакуумного насоса. Высокий вакуум в источнике ионов и в камере анализатора контролируется ионизационным или магнитно-ионизационным манометром.

Регистрируется масс-спектр остаточных газов электронным автоматическим потенциометром ЭПП-09МЗ.

Суммарное давление остаточных газов в области ионного источника, Па	Интенсивность ионных токов, мВ					
	I_{Hg^+}	$I_{\text{CO}_2^+}$	$I_{\text{O}_2^+}$	$I_{\text{N}_2^+}$	$I_{\text{H}_2\text{O}^+}$	$I_{\text{H}_2^+}$

Порядок выполнения работы: 1. Откачать форвакуумный баллон и диффузионные насосы до давления 4,0 Па.

2. Диффузионными насосами достичь давления 10^{-5} Па, открыть высоковакуумные вентили и откачать камеру масс-анализатора до 10^{-5} Па. Включить катод, ускоряющее напряжение, электромагнит, индикатор массовых чисел и усилитель ионных токов для прогрева.

3. Отъюстировать масс-спектрометр по изотопам ртути Hg^{198} , Hg^{199} , Hg^{200} , Hg^{201} , Hg^{202} , Hg^{204} [63].

4. Записать масс-спектр ртути и фон остаточных газов при заданных давлениях $p_1 \approx 10^{-5}$ Па и $p_2 \approx 10^{-4}$ Па.

5. Используя уравнение (5), определить разрешающую силу прибора по масс-спектру ртути для давлений p_1 и p_2 .

6. Измерить интенсивности пиков масс-изотопов ртути и сравнить их содержание с табличными данными. Оценить погрешность измерений.

7. Измерить основные пики фона остаточных газов при двух давлениях p_1 и p_2 и сравнить их между собой [44 (CO_2); 32 (O_2); 28 ($\text{N}_2 + \text{CO}$); 18 (H_2O); 16 (O , CH_4); 14 (N , CH_2); 2 (H_2)].

8. Данные измерений привести к единой шкале интенсивности, пронормировать по $I_{\text{H}_2} = 1$ и полученные значения занести в табл. 87.

Вопросы для самопроверки: 1. Какие физические принципы используют при разделении частиц по массам в магнитных масс-спектрометрах?

2. Как определить разрешающую способность масс-спектрометра и от каких параметров она зависит?

3. Какие газы содержатся в остаточной атмосфере вакуумной камеры при $p \approx 10^{-5}$ Па?

Список литературы: [58]; [63], с. 70—125; [71].

63. МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕПЛОТЫ ИСПАРЕНИЯ МЕТАЛЛА

Краткие общие и теоретические сведения. Согласно правилу фаз Гиббса, в однокомпонентной системе с изменением температуры в условиях моновариантного равновесия могут сосуществовать только две фазы. Условия равновесия определяются уравнением Клаузиуса — Клапейрона [70]:

$$dp/dT = Q_{1,2}/T(V_2 - V_1), \quad (1)$$

где $Q_{1,2}$ — теплота фазового перехода; T и p — температура и давление фазового перехода; V_1 и V_2 — молярные объемы сосуществующих фаз.

Для рассматриваемого равновесия «конденсированная фаза — газ» уравнение (1) упрощается, так как молярный объем пара во много раз больше объема конденсированной фазы, а насыщенный пар ведет себя как идеальный газ и теплота фазового перехода не зависит от температуры, т. е. $V_2 - V_1 = V_n$ и $V_n = RT/p$; $Q_{1,2} = \text{const.}$ Поэтому уравнение (1) можно записать в виде

$$dp/dT = -\Delta H p / RT^2, \quad (2)$$

где ΔH — теплота образования 1 моля при испарении или сублимации; R — газовая постоянная. Это уравнение справедливо для равновесия «жидкость — пар» и «твердое тело — пар». Дифференцируя уравнение (2), получим

$$d(\ln p_i)/d(1/T) = -\Delta H/R. \quad (3)$$

Отсюда по температурной зависимости изменения парциального давления пара можно определить теплоту испарения ΔH данного компонента. Парциальное давление пара p_i и ионный ток I_i i -го компонента связаны отношением [17, 79]

$$p_i = K' (I_i T / \sigma_i \beta_i). \quad (4)$$

Интенсивность ионного тока I_i определяется непосредственно на масс-спектрометре — с помощью ионно-электронного умножителя (см. работу 62); σ_i — поперечное сечение ионизации i -го компонента; β_i — коэффициент умножения ионно-электронного умножителя; K' — коэффициент пропорциональности. Заменяя в уравнении (4) $K'/\sigma_i \beta_i = K$, выражение (3) окончательно можно записать в виде

$$d(\ln KIT)/d(1/T) = -\Delta H/R. \quad (5)$$

Уравнение (5) графически изображается прямой линией (рис. 159). По тангенсу угла наклона ее и определяется теплота испарения:

$$\Delta H = R \operatorname{tg} \alpha. \quad (6)$$

Цель работы: по температурной зависимости изменения ионных токов определить теплоту испарения ΔH кадмия.

Содержание работы. См. работу 62.

Порядок выполнения работы: 1. Измерить температуру кнудсеновской ячейки, из которой в масс-спектрометре испаряют исследуемый

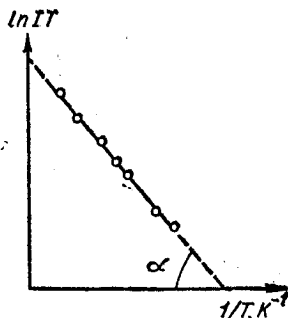


Рис. 159. Зависимость $\ln IT$ от обратной температуры

Таблица 88

Температура испарителя, К	Интенсивность ионного тока, отн. ед.	Делитель шкалы усилителя ионных токов	Приведенное к единой шкале значение I_{Cd+}	IT	$\ln IT$	$1/T$

металл, и соответствующий этой температуре ионный ток I_{Cd+} . Полученные данные занести в табл. 88.

2. По измеренным пяти-шести значениям температур T и токов I_{Cd+} построить график в координатах $\ln IT - 1/T$, из которого по углу наклона [см. уравнение (6) и рис. 159] определить теплоту испарения металла.

Вопросы для самопроверки: 1. Какие законы и термодинамические функции используют при масс-спектрометрическом определении теплоты испарения веществ?

2. Какие параметры частиц нужно знать при масс-спектрометрическом определении парциальных давлений компонентов?

Список литературы: [17], с. 108—122; [70], с. 5—26; [79].

64. МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГАЗОПРОНИЦАЕМОСТИ ТОНКИХ ПЛЕНОК И ФОЛЬГИ ПРИ ОДНОВРЕМЕННОМ ДЕФОРМАЦИОННОМ НАГРУЖЕНИИ

Краткие общие и теоретические сведения. Пленочные материалы широко используются в различных областях новой техники. Нужно уметь определять и изменять их физико-механические характеристики в реальных эксплуатационных условиях [47]. Высокие требования к качеству пленочных материалов и стабильности физико-механических свойств необходимы для обеспечения надежности и прочности систем, в которых такие пленки применяются.

Проникновение газов через пленочные материалы представляет собой сложное физико-химическое явление. Процесс диффузии часто становится определяющим. Скорость диффузии зависит от многих факторов, и в частности, от дефектов структуры и полей упругих напряжений, возникающих в материале при приложении деформирующих нагрузок.

Зависимость газопроницаемости от деформирующих нагрузок следует особенно строго учитывать по отношению к газам с высокой проникающей способностью (гелий, водород).

Цель работы: определить проницаемость гелия через металлизированную полимерную пленку при ее деформационном нагружении.

Содержание работы. В работе газопроницаемость пленочных материалов измеряют на установке ГДНП-2, которая позволяет одновременно определять газопроницаемость и деформацию пленки.

Установка ГДНП-2 (рис. 160) состоит из двух частей — аналитической и измерительной. В аналитическую часть входят измерительная ячейка, датчики перемещений, баллоны с исследуемыми газами (H_2 , O_2 , He), азотная ловушка, диффузионный и форвакуумный насосы, манометр, лампы ЛМ и ЛТ, гелиевая течь, трубопроводы и вентили; в измерительную — масс-спектрометр МХ-7301, потенциометр КСП2-003, вакуумметр ВИТ-2, потенциометр ПДС-021, блок питания датчика перемещений (7,8 В; 2 кГц).

Измерительная ячейка (рис. 161) состоит из основания, вкладыша с сеткой, ограничивающей деформацию пленки и способной перемещаться на расстояние 10 мм, испытуемого образца, тефлоновой прокладки и верхнего фланца.

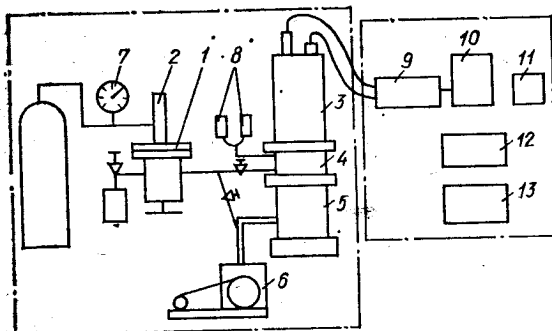


Рис. 160. Схема установки ГДНП-2 для определения газопроницаемости деформационно нагруженных пленок:

1 — измерительная ячейка; 2 — датчик перемещений; 3 — датчик масс-спектрометра МХ-7301; 4 — азотная ловушка; 5 — диффузионный насос; 6 — форвакуумный насос; 7 — манометр; 8 — манометрические лампы ЛМ и ЛТ; 9 — масс-спектрометр МХ-7301; 10 — потенциометр КСП2-003; 11 — вакуумметр ВИТ-2; 12 — потенциометр ПДС-021; 13 — блок питания датчика перемещений

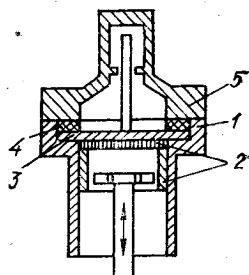


Рис. 161. Измерительная ячейка:

1 — основание; 2 — сетка-ограничитель; 3 — испытуемый пленочный образец; 4 — тефлоновая прокладка; 5 — верхний фланец

Измерительную часть прибора приводят в рабочее состояние согласно инструкциям, прилагаемым к каждому прибору. По достижении высокого вакуума установку ГДНП-2 для определения чувствительности калибруют с помощью гелиевого эталона. Затем объем ниже испытуемого образца соединяют с датчиком масс-спектрометра МХ-7301, а в объем выше образца подают газ (He). Если сетка отведена вниз, то образец деформируется. Прогиб H ее с помощью датчика перемещений записывается по оси x на двухкоординатном потенциометре ПДС-021. Одновременно по оси y записывается ионный ток гелия I_{He^+} , пропорциональный потоку гелия, проходящему при данном перепаде давлений Δp сквозь испытуемый образец. Масс-спектрометр при этом настраивают на максимум интенсивности ионного тока $I_{\text{He}^+ \text{max}}$. Напряженное состояние образца отвечает симметричному двухосному. Напряжение $\sigma_{x,y}$ и деформация $\epsilon_{x,y}$ при малых значениях прогиба пленки H в этом случае описываются зависимостями

$$\sigma_{x,y} = \Delta p R_0 / 4hN; \quad \epsilon_{x,y} = 2H^2 / 3R^2, \quad (1)$$

где h — толщина пленки.

Поскольку существует разность давлений $p_1 > p_2$ по обе стороны испытуемой пленки, одновременно с возникновением диффузионного потока образец подвергается двухосному симметричному растяжению. При деформации существенно меняется структура, а следовательно, и газопроницаемость испытуемого образца.

Коэффициент газопроницаемости можно определить из зависимости

$$\Gamma_x = K \frac{\Delta l}{\Delta \tau} \frac{h}{S} \frac{1}{\Delta p} \frac{\text{кг} \cdot \text{м}}{\text{м}^2 \cdot \text{с} \cdot \text{Па}}, \quad (2)$$

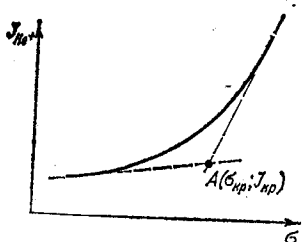


Рис. 162. Изменение интенсивности ионного тока с деформацией пленки:

A — критическая точка; $\sigma_{кр}$, $I_{кр}$ — координаты критической точки

где $\Delta I/\Delta t$ — экспериментально определяемая величина, пропорциональная изменению количества газа, прошедшего сквозь мембрану с площадью S и толщиной h за единицу времени Δt при перепаде давления $\Delta p = 10^4$ Па; K — коэффициент пропорциональности; $K \approx 10^{-9}$.

Если в пленке возникают даже незначительные структурные нарушения из-за ее деформации, интенсивность ионного тока резко возрастает (рис. 162). В случае, когда численное значение коэффициента газопроницаемости Γ не требуется, различные пленочные материалы можно характеризовать величиной и знаком произ-

водной $\partial I/\partial \sigma$ или $\partial I/\partial t$ и $\partial \sigma/\partial t$ за выбранный промежуток времени при раздельной (но одновременной) регистрации σ и I либо по критическим точкам на диаграмме $I = f(\sigma)$ (рис. 162). По превышении критической точки ($\sigma_{кр}$ и $I_{кр}$) начинает разрушаться материал и газопроницаемость его экспоненциально растет.

Порядок выполнения работы: 1. На установке ГДНП-2 измерить σ и I_{He+} при давлениях гелия в верхней камере $p = 1; 2; 3$ и 4×10^4 Па.

2. В координатах $I - \sigma$ построить график и найти критические значения $\sigma_{кр}$, $I_{кр}$. Определить коэффициент газопроницаемости испытуемой пленки, используя уравнение (2).

Вопросы для самопроверки: 1. Почему изменяется газопроницаемость при деформационном нагружении пленок?

2. Как изменится газопроницаемость пленочных композиционных материалов при изменении их толщины ($T = \text{const}$ и $\sigma = \text{const}$)?

3. Как определить коэффициент газопроницаемости для критической точки $\sigma_{кр}$ и $I_{кр}$?

Список литературы: [47], с. 15—160; [63], с. 70—125.

Список литературы

1. Амелинкс С. А. Методы прямого наблюдения дислокаций.— М. : Мир, 1968.— 440 с.
2. Балазовский М. Я. Ультразвуковая дефектоскопия.— М.— Свердловск : Машгиз, 1959.— 150 с.
3. Блантер М. Е. Методика исследования металлов и обработки опытных данных.— М. : Metallurgizdat, 1952.— 180 с.
4. Бублик В. Т., Дубровина А. Н. Методы исследования структуры полупроводников и металлов.— М. : Metallurgia, 1978.— 272 с.
5. Бьюб Р. Фотопроводимость твердых тел.— М. : Изд-во иностр. лит., 1962.— 558 с.
6. Вайнштейн Б. К. К теории метода радиального распределения.— Кристаллография, 1957, т. 2, с. 534—536.
7. Вайнштейн Б. К. О нормировке кривой интенсивности в методе радиального распределения.— Докл. АН СССР, 1957, т. 112, с. 640—643.
8. Вайнштейн Б. К. Структурная электронография.— М. : Изд-во АН СССР, 1956.— 314 с.
9. Васильев Д. М. Дифракционные методы исследования структур.— М. : Metallurgia, 1977.— 248 с.
10. Волков Ю. А., Палатник Л. С., Пугачев А. Т. Исследование тепловых свойств тонких пленок алюминия.— Журн. эксперим. и теорет. физики, 1976, 70, № 6, с. 2244—2250.
11. Геллер Ю. А. Инструментальные стали.— М. : Metallurgia, 1958.— 502 с.
12. Гиллер Я. Л. Таблицы межплоскостных расстояний.— М. : Недра, 1966.— Т. 1, 363 с., Т. 2, 362 с.
13. Гилман Дж., Джонстон В. Зарождение и рост полос скольжения в кристаллах фтористого лития.— В кн.: Дислокации и механические свойства кристаллов. М. : Изд-во иностр. лит., 1960, с. 116—163.
14. Гинье А. Рентгенография кристаллов : Пер. с франц. / Под ред. Н. В. Белова.— М. : Изд-во физ.-мат. лит., 1961.— 604 с.
15. Горелик С. С., Расторгуев Н. Н., Скаков Ю. А. Рентгенографический и электроннооптический анализ.— 2-е изд., испр. и доп.— М. : Metallurgia, 1970.— 368 с.
16. Горелик С. С., Расторгуев Н. Н., Скаков Ю. А. Рентгенографический и электроннооптический анализ. Приложения.— М. : Metallurgia, 1970.— 107 с.
17. Горохов Л. Н. Масс-спектрометрические исследования термодинамических свойств труднотлетучих неорганических веществ.— В кн.: Материалы I Всесоюзной конф. по масс-спектрометрии. Л. : Изд-во АН СССР, 1972, с. 108—122.
18. Гуляев А. П. Металловедение.— М. : Metallurgia, 1966.— 494 с.
19. Гурвич А. К., Ермолов Н. Н. Ультразвуковой контроль.— Киев : Техніка, 1972.— 384 с.
20. Денель А. К. Дефектоскопия металлов.— М. : Metallurgia, 1972.— 303 с.
21. Доув Д. Б. Электронно-дифракционный анализ локального атомного упорядочения.— В кн.: Физика тонких пленок. М. : Мир, 1977, 7, с. 7—51.
22. Доценко В. И. Релаксация напряжений в кристаллах : [Препринт 1—79].— Харьков : Изд-во физ.-техн. ин-та низких температур АН УССР, 1979, с. 60.
23. Дубров Н. Ф., Лапшин Н. И. Электротехнические стали.— М. : Metallurgizdat, 1953.— 232 с.
24. Зайдель А. Н., Прокофьев В. К., Райский С. М. Таблицы спектральных линий.— М.— Л. : Гос. изд-во техн.-теор. лит. 1952.— 570 с.

25. Ивенс А., Роуменс Р. Термически активированная деформация кристаллических материалов.— В кн.: Новости физики твердого тела. М.: Мир, вып. 2, 1973, с. 172—206.
26. Иверонова В. И., Ревкевич Г. П. Теория рассеяния рентгеновских лучей.— М.: Изд-во Моск. ун-та, 1972.— 246 с.
27. Ильинский А. И., Палатник Л. С., Сапелкин Н. П. Ползучесть и долговечность высокопрочных пленок меди.— Физика твердого тела, 1973, 15, № 11, с. 3196—3201.
28. Калинин С. К., Явцель А. А., Наймарк Л. Э. Атлас дугового и искрового спектров железа для кварцевого спектрографа.— М.: Metallurgizdat, 1953.— 319 с.
29. Калинин С. К., Марзуванов В. Л. Атлас дугового и искрового спектров железа.— М.: Metallurgizdat, 1958.— 214 с.
30. Кантор М. М. Методы изучения превращений в стали.— М.: Машгиз, 1950.— 189 с.
31. Кифер И. И., Пантюшин В. С. Испытания ферромагнитных материалов.— М.: Госэнергоиздат, 1962.— 239 с.
32. Кример Б. И., Панченко Е. В., Шишко Л. А. и др. Лабораторный практикум по металлографии и физическим свойствам металлов и сплавов.— М.: Metallurgia, 1966.— 215 с.
33. Куделя Е. С. Спектральный анализ металлов и сплавов.— Киев: Гостехиздат, 1961.— 160 с.
34. Кудрявцев И. П. Текстуры в металлах и сплавах.— М.: Metallurgia, 1965.— 294 с.
35. Кустанович И. И. Спектральный анализ.— М.: Высшая школа, 1972.— 352 с.
36. Лившиц Б. Г., Крапошин В. С., Линецкий Я. Л. Физические свойства металлов и сплавов.— М.: Metallurgia, 1980.— 320 с.
37. Липсон Г., Стилл Г. Интерпретация порошковых рентгенограмм: Пер. с англ. / Под ред. Н. В. Белова.— М.: Мир, 1972.— 384 с.
38. Ломоносова Л. С., Фалькова О. Б. Спектральный анализ.— М.: Гостехиздат, 1958.— 420 с.
39. Лютцау В. Г. Рентгеновская теневая микроскопия включений, неоднородностей состава зерен и примесей по их границам.— Заводская лаборатория, 1959, 25, № 3, с. 311—319.
40. Методы спектрального анализа / А. А. Бабушкин, П. А. Бажулин, Ф. А. Королев и др.— М.: Изд-во Моск. гос. ун-та, 1962.— 509 с.
41. Микриков В. Е. Теплопроводность и электропроводность металлов и сплавов.— М.: Metallurgizdat, 1959.— 324 с.
42. Миркин Л. И. Справочник по рентгеноструктурному анализу поликристаллов.— М.: Изд-во физ.-мат. лит., 1961.— 863 с.
43. Нагибина М. И., Прокофьев В. К. Спектральные приборы и техника спектроскопии.— Л.: Машиностроение, 1967.— 323 с.
44. Неразрушающий контроль металлов и изделий. Справочник / Под ред. Г. С. Самойловича.— М.: Машиностроение, 1976.— 456 с.
45. Оптика и атомная физика. Лабораторный практикум по физике / Под ред. Р. И. Солоухина.— Новосибирск: Наука, 1976.— 454 с.
46. Палатник Л. С., Атрощенко В. И., Набока М. Н. и др. Роль субструктуры в сорбционных и каталитических процессах.— В кн.: Активная поверхность твердых тел. М.: Наука, 1976, с. 74—85.
47. Палатник Л. С., Фукс М. Я., Косевич В. М. Механизм образования и субструктура конденсированных пленок.— М.: Наука, 1972.— 485 с.
48. Панков Ж. Оптические процессы в полупроводниках.— М.: Мир, 1973.— 457 с.
49. Петросян П. П. Термическая обработка стали холодом.— М.: Машгиз, 1957.— 206 с.
50. Пинес Б. Я. Лекции по структурному анализу.— 3-е изд., перераб.— Харьков: Изд-во Харьк. гос. ун-та, 1967.— 468 с.
51. Пинскер З. Г. Современная электронографическая аппаратура.— Приборы и техника эксперимента, 1959, № 1, с. 3—16.
52. Пинскер З. Г. Дифракция электронов.— М.: Изд-во АН СССР, 1949.— 404 с.
53. Практикум по спектроскопии / Под ред. Л. В. Левшина.— М.: Изд-во Моск. гос. ун-та, 1976.— 318 с.
54. Практические методы в электронной микроскопии / Под ред. О. М. Глоэр.— Л.: Машиностроение, 1980.— 375 с.

55. Приборы для неразрушающего контроля материалов и изделий. Справочник : В 2-х т. / Под ред. В. В. Клюева. — М. : Машиностроение, 1976. — Т. 2. — 326 с.
56. Пугачев А. Т., Волков Ю. А. Выбор параметров кинематической съемки для регистрации быстро протекающих процессов. — Приборы и техника эксперимента, 1976, № 1, с. 192—193.
57. Рабинович А. И. Автоматический контроль твердости стали. — М. : Гостехиздат, 1957. — 196 с.
58. Рафальсон А. Э., Шерешевский А. М. Масс-спектрометрические приборы. — М. : Атомиздат, 1968. — 235 с.
59. Регель Р. Р., Слуцкер А. И., Томашевский Э. Е. Кинетическая природа прочности твердых тел. — М. : Наука, 1974. — 560 с.
60. Руководство по рентгеновскому исследованию минералов / Под ред. В. А. Франк-Каменецкого. — Л. : Недра, 1975. — 400 с.
61. Русаков А. А. Рентгенография металлов. — М. : Атомиздат, 1977. — 479 с.
62. Свентицкий Н. С. Визуальные методы эмиссионного спектрального анализа. — М. : Гос. изд-во физ.-мат. лит., 1961. — 314 с.
63. Свойства элементов. Справочник : В 2-х ч. / Под редакцией Г. В. Самсонова. — М. : Metallurgizdat, 1976. — Ч. I. — 598 с.
64. Современные методы контроля материалов без разрушения / Под ред. С. Т. Наварова. — М. : Mashgiz, 1961. — 287 с.
65. Скришневский А. Ф. Структурный анализ жидкостей. — М. : Высшая школа, 1971. — 256 с.
66. Соколов В. С. Дефектоскопия материалов. — Л. : Госэнергоиздат, 1957. — 232 с.
67. Старцев В. И., Ильичев В. Я., Пустовалов В. В. Пластичность и прочность металлов и сплавов при низких температурах. — М. : Metallurgiya, 1975. — 328 с.
68. Стильбанс Л. С. Физика полупроводников. — М. : Сов. радио, 1967. — 452 с.
69. Стоянова И. Г., Белаицева Е. М. Исследование термического действия электронов на объект в электронном микроскопе. — Известия АН СССР, сер. физ., 1959, 23, № 6, с. 754—757.
70. Суворов А. В. Термодинамическая химия парообразного состояния. — Л. : Химия, 1970. — 208 с.
71. Сысоев А. А., Чупахин М. С. Введение в масс-спектрометрию. — М. : Атомиздат, 1977. — 302 с.
72. Тарасевич Н. И. Руководство к практикуму по спектральному анализу. — М. : Изд-во Моск. гос. ун-та, 1977. — 136 с.
73. Татаринова Л. И. Электронография аморфных веществ. — М. : Наука, 1972. — 102 с.
74. Тейлор А. Рентгеновская металлография: Пер. с англ. / Под ред. Б. Я. Пинеса. — М. : Metallurgiya, 1965. — 664 с.
75. Темперли Г., Роллинсон Дж., Рашдрук Дж. Физика простых жидкостей. — М. : Мир, 1973. — 400 с.
76. Томас Дж., Томас У. Гетерогенный катализ. — М. : Мир, 1969. — 452 с.
77. Уманский Я. С. Рентгенография металлов. — М. : Metallurgiya, 1967. — 236 с.
78. Уманский Я. С. Рентгенография металлов и полупроводников. — М. : Metallurgiya, 1969. — 496 с.
79. Успехи масс-спектрометрии / Под ред. Н. Тальрозе. — М. : Изд-во иностр. лит., 1968. — 732 с.
80. Утевский Л. М. Дифракционная электронная микроскопия в металловедении. — М. : Metallurgiya, 1973. — 583 с.
81. Федоевский К. К., Войткунский Я. И., Фадеев Ю. И. и др. Гидромеханика. — Л. : Судостроение, 1968. — 566 с.
82. Физическое металловедение : В 3-х ч. / Под ред. Р. Кана. — М. : Мир, 1968. — Ч. 2, 490 с, Ч. 3, 484 с.
83. Хинсли Дж. Методы испытаний материалов без разрушения. — М. : Metallurgizdat, 1962. — 407 с.
84. Хирш П., Хови А., Николсон Р. и др. Электронная микроскопия тонких кристаллов. — М. : Мир, 1968. — 574 с.
85. Хоникомб Р. Пластическая деформация металлов. — М. : Мир, 1972. — 408 с.
86. Черепин В. Т. Экспериментальная техника в физическом металловедении. — Киев : Техніка, 1968. — 186 с.
87. Шалимова К. В. Физика полупроводников. — М. : Энергия, 1971. — 312 с.

88. Шишловский А. А. Прикладная физическая оптика.— М. : Физматгиз, 1961. — 812 с.
89. Шрайбер Д. С. Ультразвуковая дефектоскопия.— М. : Metallurgizdat, 1965. — 460 с.
90. Электрические измерения / Под ред. Е. Г. Шрамкова.— М. : Высшая школа, 1972.— 519 с.
91. Электронно-микроскопические изображения дислокаций и дефектов упаковки. Под ред. В. М. Косевича и Л. С. Палатника.— М. : Наука, 1976.— 223 с.
92. Эндриус К., Датсон Д., Клоун С. Электронограммы и их интерпретация.— М. : Мир, 1971.— 256 с.
93. Эфендиев Г. А., Шари-Заде Р. Б. Кинематическая электронография на прибор ЭГ.— Приборы и техника эксперимента, 1963, № 1, с. 142—145.
94. Эфендиев Г. А., Алиев Ф. И. Электронографическое исследование кинетики кристаллизации аморфных пленок сурьмы.— Докл. АН СССР, 1968, 179, № 1, с. 314—315.
95. Яцимирский В. К., Гиренко Н. И. Всесоюзная конференция по механизму гетерогенно-каталитических реакций.— М. : Изд-во АН СССР, 1974.— 13 с.
96. Meherhoff K. Über Bestimmung von Gitterkonstanten mittel Elektroneninterferenzen.— Z. Naturforschg, 1957, 12a, N 1, p. 23—27.
97. Thun R. New electron diffraction apparatus for continuous recording.— Rev. Sci. Instr., 1959, 30, N 6, p. 399—407.
98. Witt W. Zur absoluten Präzisionsbestimmung von Gitterkonstanten mit Elektroneninterferenzen am Beispiel von Thallium — Chlorid.— Z. Naturforschg, 1964, 19a, N 12, p. 1363—1376.