

Элементы и устройства электронно-вычислительных средств

Руководитель программы д.т.н., проф. Брусенцов Ю. А.

Богданов Д. В.

МЕТОДОЛОГИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ФАЗОВОГО СОСТАВА ВЫСОКОКОЭРЦИТИВНЫХ МАТЕРИАЛОВ РЕНТГЕНОСТРУКТУРНЫМ АНАЛИЗОМ

Работа выполнена под руководством к.т.н., проф. Ю. А. Брусенцова

ТГТУ, Кафедра «Материалы и Технологии»

В методе рентгеновского фазового анализа используется явление дифракции рентгеновских лучей на кристаллической решетке, применяется излучение с длиной волны λ порядка величины межатомных расстояний в кристалле. Если любая точка (узел) кристаллической решетки способна рассеивать падающее рентгеновское излучение, то при определенных условиях между волнами, рассеянными отдельными электронами за счет разности фаз, возникает суммарная амплитуда рассеяния атомами.

Поскольку каждая фаза поликристаллического образца имеет кристаллическую решетку с характерным набором расстояний d между параллельными кристаллографическими плоскостями, рентгеновские лучи отражаются от кристаллографических плоскостей с характерным только для данной фазы набором брэгговских углов q (угол между падающим лучом и отражающей плоскостью) и относительных интенсивностей дифракционных отражений. Последние регистрируют с помощью дифрактометров или, реже, на рентгеновской пленке (рентнограммы). Дифракционная картина многофазного образца представляет собой наложение дифракционных картин отдельных фаз. По положению дифракционных максимумов определяют углы q , а затем значения d рассчитывают в соответствии с условием Брэгга-Вульфа по уравнению: $2d/\sin q = l$, где l - длина волны рентгеновского излучения; или из таблиц, в которых приводятся значения $d(q)$ при различных l .

Высококоэрцитивные материалы имеют поликристаллическую структуру. Это приводит к тому, что рентгеновский луч отражается от образца в разных точках по-разному, кроме того, он сильнее рассеивается, что приводит к ослаблению сигнала. Для исследования таких материалов образцы вращают. Вращение образца приводит к увеличению эффективного объёма, участвующего в формировании дифракционной картины и уменьшению влияния текстуры.

Образцы магнитных материалов изготавливают в форме параллелепипеда. Для того, что бы исследовать такие образцы рентгеновским дифрактометром ДРОН-2, был спроектирован и изготовлен специальный держатель, который сажается на крепёжное кольцо рабочего стола гониометра с натягом. Образец помещается в специальное окошко на держателе. Схема крепления образца показана на рисунке 1.

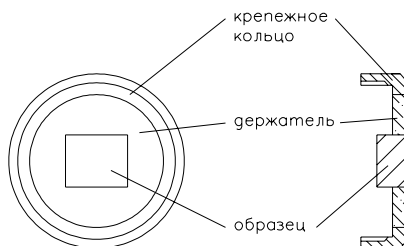


Рис. 1. Кювета для крепления образца в гониометрической приставке ГП-4

Такой способ крепления позволяет точно закрепить и исследовать образцы магнитных материалов.

На ленте самописца в дифрактометре фиксируется кривая зависимости интенсивности дифракционной картины от угла отражения 2θ .

Расчёт рентгенограммы состоит из следующих этапов:

1. Нумерация всех линий на рентгенограмме. Фиксируются все линии, у которых отношение $I_{\text{сигн}}/I_{\text{шум}}$ больше
2. Определение в градусах $2q$ положения максимума интенсивности каждой линии.
3. Определение интенсивности I линий.
4. Определение относительной интенсивности I/I_0 линий.

Каждая фаза обладает своей кристаллической решёткой и характеризуется только ей присущим набором межплоскостных расстояний d_{hkl} .

Рентгенограмма многофазной системы представляет собой результат наложения линий различных фаз. Определение фазового состава изучаемого вещества производится путём сравнения экспериментально-го набора значений $2q$ и I/I_0 , найденных из рентгеновских спектров, с

табличными значениями d_{hkl} и I/I_0 , которые представлены в картотеке ASTM.

Список литературы:

1. Васильев Е.К., Нахмансон М.М. Качественный рентгенофазовый анализ. Новосибирск: Наука, 1986.
2. Недома И.Н. Расшифровка рентгенограмм порошков. М.: Металлургия, 1975.
3. Горелик С.С., Расторгуев Л.Н., Скаков Ю.А. Рентгенографический и электронно-оптический анализ. М.: Металлургия, 1970.
4. Кристаллохимия и структурная минералогия. / Под ред. Франк-Каменецкого, Л.: Наука, 1979. стр.Ш - 121.