

№ 2267

Э.Л. Дзидзигури
Е.Н. Сидорова

Методы исследования характеристик и свойств металлов

Исследование металлов
на рентгеновском дифрактометре
«Дифрей»

Лабораторный практикум

№ 2267

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РФ

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ АВТОНОМНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
ВЫСШЕГО ПРОФЕССИОНАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ
«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ «МИСиС»

Кафедра функциональных наносистем
и высокотемпературных материалов

Э.Л. Дзидзигури
Е.Н. Сидорова

Методы исследования характеристик и свойств металлов

Исследование металлов
на рентгеновском дифрактометре
«Дифрей»

Лабораторный практикум

Рекомендовано редакционно-издательским
советом университета



Москва 2013

УДК 669.02/9
Д43

Рецензент
д-р физ.-мат. наук, проф. *А.Л. Петелин*

Дзидзигури, Э.Л.

Д43 Методы исследования характеристик и свойств металлов : исследование металлов на рентгеновском дифрактометре «Дифрей» : лаб. практикум / Э.Л. Дзидзигури, Е.Н. Сидорова. – М. : Изд. Дом МИСиС, 2013. – 138 с.
ISBN 978-5-87623-751-4

В лабораторном практикуме изложено описание устройства дифрактометра «Дифрей» и его программного обеспечения. В отдельной главе приведены лабораторные работы по исследованию материалов методами рентгеновской дифрактометрии. Представленный материал является руководством к практической работе по съёмке дифрактограмм на дифрактометре «Дифрей» и определению фазового состава, параметров кристаллической структуры, размеров областей когерентного рассеяния (ОКР) у порошковых материалов, а также решению разнообразных задач материаловедения.

Лабораторный практикум предназначен для бакалавров и магистров, обучающихся по направлениям 150100 «Материаловедение и технологии материалов», 150400 «Металлургия», 152100 «Наноматериалы», а также для студентов, магистрантов и аспирантов других направлений и слушателей курсов повышения квалификации. Может быть полезен преподавателям, инженерам и научным работникам, не имеющим специальной подготовки для работы на рентгеновском дифрактометре с позиционно-чувствительным детектором.

УДК 669.02/9

ISBN 978-5-87623-751-4

© Э.Л. Дзидзигури,
Е.Н. Сидорова, 2013

СОДЕРЖАНИЕ

Введение	4
1 Устройство дифрактометра	8
2 Модуль <i>Съёмка</i>	22
3 Модуль <i>Обработка</i>	30
Вкладка <i>Калибровка</i>	36
Вкладка <i>Анализ</i>	38
Вкладка <i>Сшивка</i>	40
Вкладка <i>Lwave + обраб</i>	43
4 Модуль <i>Анализ</i>	48
Вкладка <i>Список</i>	57
Окно <i>Расчёт параметров элементарной ячейки</i>	62
Окно <i>База данных</i> для проведения ручного поиска фаз по базе данных	63
Окно <i>Окно поиска</i> для проведения автоматического поиска фаз по базе данных	69
Вкладка <i>Предварительная обработка (Пред.обр.)</i>	74
Вкладка <i>Расчёт ОКР</i>	78
5 Проведение калибровки	81
6 Съёмка дифрактограмм	88
7 Сшивка рентгенограмм	91
8 Вычитание фона	97
Ручное вычитание фона	97
Автоматическое вычитание фона	100
9 Качественный фазовый анализ	102
Качественный фазовый анализ в ручном режиме	103
Автоматический поиск фаз для качественного фазового анализа	104
10 Расчёт межплоскостных расстояний	109
Расчёт межплоскостных расстояний по максимумам пиков	109
Расчёт межплоскостных расстояний по центру тяжести пика	114
11 Расчёт параметров элементарной ячейки	118
12 Расчёт среднего размера ОКР и распределения ОКР по размерам	121
13 Лабораторные работы	131
Список использованных источников	137

Введение

В настоящее время рентгеновская дифрактометрия является одним из наиболее мощных и распространенных инструментов исследования материалов. Метод позволяет определять фазовый качественный и количественный составы вещества, параметры элементарной ячейки кристаллов, величину макро- и микроискажений, дефекты кристаллической решётки, размеры областей когерентного рассеяния, ориентировку монокристаллов и уровень упругих деформаций кристаллической решётки, исследовать текстуры. Рентгеновская дифрактометрия является методом неразрушающего контроля. Кроме того, популярность и распространённость рентгеновского анализа для исследования структуры вещества обусловлена его простотой и экономичностью по сравнению с другими дифракционными методами.

Главными компонентами дифрактометра являются рентгеновская трубка и детектор. Они размещаются на гониометре – устройстве прецизионной установки геометрических параметров съёмки. Гониометр позволяет точно задать угол облучения образца рентгеновским лучом и определить угол брэгговского отражения θ излучения от образца.

На рисунке 1 представлена схема гониометра от плоского образца по методу Брэгга – Брентано. Источник излучения (рентгеновская трубка) и счётчик (детектор) рентгеновского излучения располагаются на одной окружности, в центре которой находится плоский образец. В процессе измерения счётчик перемещается по окружности и регистрирует в каждой точке интенсивность отражённого рентгеновского излучения в течение определённого интервала времени. При изменении положения детектора на угол 2θ образец поворачивается на угол θ , в 2 раза меньший угла поворота счётчика.

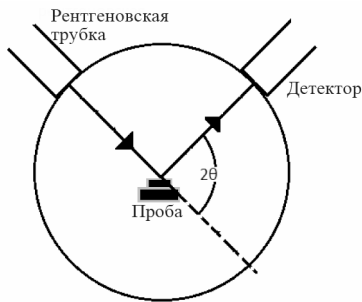


Рисунок 1 – Схема гониометра при пошаговой съёмке по методу Брэгга – Брентано

Наиболее известные рентгеновские дифрактометры, например «ДРОН» или Rigaku, осуществляют анализ в пошаговом режиме. Это означает, что детектор в процессе измерений производит регистрацию количества импульсов от начального до конечного угла съёмки последовательно через определённый интервал (шаг) и в течение заданного времени экспозиции в каждой точке.

Однако в пошаговом режиме съёмки заложен большой недостаток – длительность эксперимента. Для уменьшения времени одного анализа возникает необходимость использования рентгеновских трубок мощностью от 1000 до 3000 Вт. Это, в свою очередь, требует применения серьёзных мер защиты окружающей среды от ионизирующего излучения.

Хорошо известно, что рентгеновское излучение способно негативно воздействовать на ткани живых организмов. Это может быть причиной возникновения многих тяжёлых заболеваний. Рентгеновское излучение является также мутагенным фактором. Непосредственному влиянию рентгеновского излучения подвергаются научно-технические работники, обслуживающие и использующие исследовательскую рентгеновскую аппаратуру. Вследствие этого персоналу, работающему с рентгеновским излучением, необходимо обеспечить специальные меры защиты.

Решением проблемы длительности эксперимента является применение координатно-чувствительных детекторов, которые позволяют регистрировать дифракционную картину одновременно в большом интервале углов. Использование координатно-чувствительных детекторов реализовано в линейке рентгеновских дифрактометров «Дифрей».

Дифрей 401 – это настольный рентгеновский дифрактометр, предназначенный для решения широкого круга аналитических, технологических и научно-исследовательских задач материаловедения. Основное назначение прибора – качественное и количественное определение фазового состава порошковых проб, проволоки, пластин, монокристаллов и т.д. Достоинствами прибора является компактность, лёгкость перестройки режимов съёмки (замена рентгеновской трубки, детектора), экспрессность съёмки, простота эксплуатации, экологическая безопасность, невысокая стоимость.

Использование координатно-чувствительных детекторов обеспечивает высочайшую скорость проведения эксперимента и одновременно очень большое по сравнению с пошаговой съёмкой время экспозиции. Например, для пошаговой съёмки интервала 50° с шагом $0,05^\circ$ и экспо-

зией 5 с требуется $50/0,05 \cdot 5 = 1,4$ ч. Этот же угловой интервал дифрактометр с координатно-чувствительным детектором регистрирует за 5...15 мин, при этом продолжительность экспозиции в каждой точке этого интервала составляет 120, 300, 600 и более секунд.

Большие возможности по набору статистических данных позволяют, в свою очередь, снизить мощность используемой рентгеновской трубки. В рентгеновских дифрактометрах «Дифрей» применяются трубки мощностью 100 Вт, что в 10–30 раз меньше, чем в приборах с пошаговой регистрацией. В свою очередь, резко сокращается продолжительность одного исследования, которая составляет в приборах «Дифрей» для фазового анализа 10...15 мин против 1,5...2 ч в традиционных дифрактометрах. Малая мощность источника позволяет использовать более мягкое рентгеновское излучение, например, хрома. Данные усовершенствования в совокупности с применением защитного корпуса и автоматического отключения (блокировки) рентгеновского источника при открывании прибора обеспечивают полную радиационную безопасность рентгеновских дифрактометров «Дифрей».

Радиационная безопасность прибора подтверждена «Санитарно-эпидемиологическим заключением», на основании которого прибор освобождён от радиационного контроля и учета, а также от необходимости оформления специального разрешения (лицензии) на право работы с ним. Благодаря высокой радиационной безопасности для размещения рентгеновского дифрактометра «Дифрей» не требуется специального помещения, а рядом с ним могут находиться другие приборы и персонал, не связанный с работой с источниками ионизирующего излучения.

Таким образом, использование прибора, в котором регистрация дифракционной картины осуществляется координатно-чувствительным детектором, позволяет проводить исследования студентам и аспирантам, не имеющим специальной подготовки, без угрозы для здоровья. Можно надеяться, что в ближайшие годы дифрактометры «Дифрей» станут привычным средством исследования материалов в высших учебных заведениях.

Лабораторный практикум предназначен для приобретения практических навыков работы на дифрактометре: съёмке дифрактограмм, обработке полученных графиков и расчёту по экспериментальным данным различных характеристик исследуемых материалов. Принята следующая методика изложения материала: вначале

приведены сведения по устройству и программному обеспечению дифрактометра «Дифрей», затем даны лабораторные работы и примеры решения материаловедческих задач.

Авторы выражают благодарность сотрудникам ЗАО «Научные приборы» С.Н. Архипову, А.В. Богомазову, В.И. Николаеву, Л.А. Пянквой, А.Г. Сатарову и П.К. Шульженко за неоценимую помощь в подготовке рукописи.

1 Устройство дифрактометра

Установка «Дифрей-401» (рисунок 2) состоит из настольного приборного корпуса 1, персонального компьютера IBM PC 2, системы водяного охлаждения источника рентгеновского излучения 3 и системы газоснабжения детектора рентгеновского излучения 4.

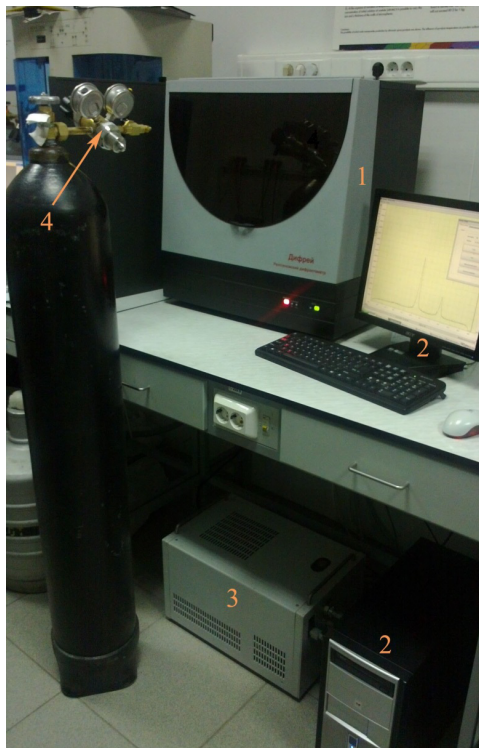


Рисунок 2 – Установка «Дифрей-401»:
1 – приборный корпус; 2 – компьютер;
3 – система водяного охлаждения;
4 – система газоснабжения детектора

В приборном корпусе располагается дифрактометр. От воздействия рентгеновского излучения операторов предохраняет дюралевый кожух и защитная крышка, изготовленная из просвинцованного стекла. Передняя стенка кожуха может подниматься (рисунок 3). Если в момент поднятия крышки включён источник рентгеновского излучения, то срабатывает блокировка и рентгеновская трубка выключается.

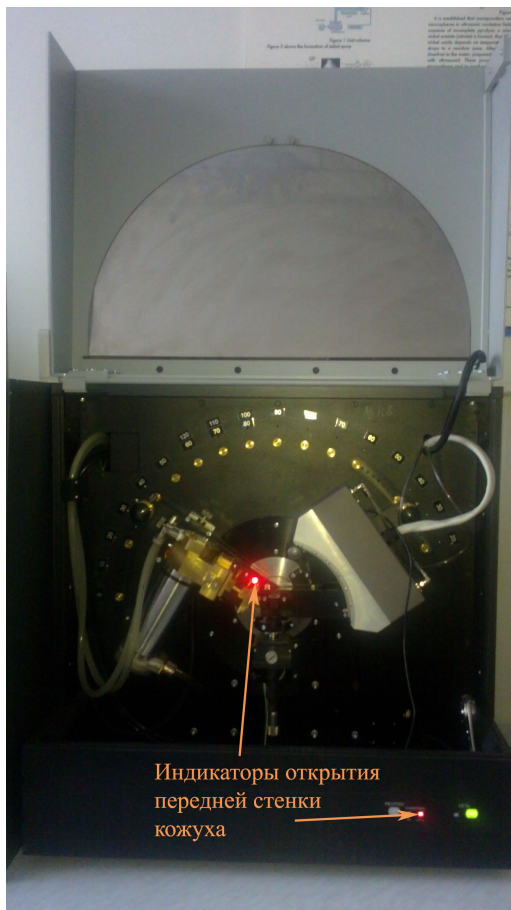


Рисунок 3 – Дифрактометр
с открытой передней стенкой кожуха

Подъём металлического кожуха необходим при осуществлении различного рода наладочных работ, например, юстировке или замене рентгеновской трубки. Для смены образцов достаточно поднимать стеклянную крышку (рисунок 4).

Если стеклянная крышка открывается, когда включена рентгеновская трубка, то срабатывает блокировочный выключатель (рисунок 5), внутри рентгеновской трубки закрывается специальная шторка и рентгеновское излучение перестаёт попадать в рабочее пространство дифрактометра.



Рисунок 4 – Дифрактометр
с открытой защитной стеклянной крышкой

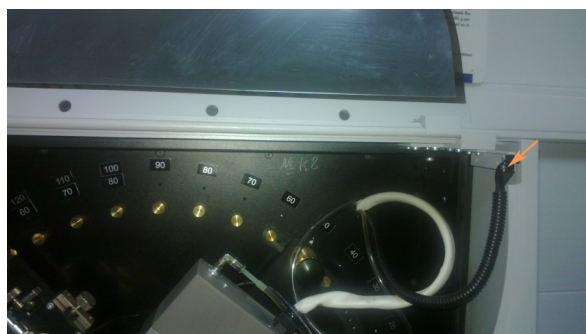


Рисунок 5 – Блокировочный выключатель (указан стрелкой)

На внешней стенке корпуса (рисунок 6) установлены переключатели и индикаторы работы дифрактометра.

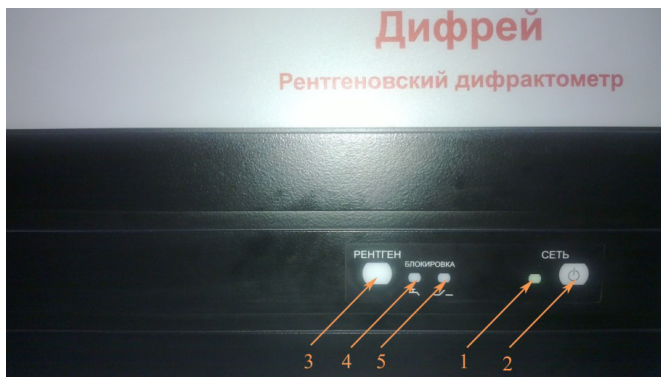


Рисунок 6 – Переключатель и индикаторы работы дифрактометра:

- 1 – индикатор сети; 2 – кнопка включения электропитания;
- 3 – кнопка включения высокого напряжения на рентгеновской трубке;
- 4 – индикатор подачи воды; 5 – индикатор открытия передней стенки кожуха

Зелёный цвет индикатора 1 показывает, что прибор включён в сеть электропитания. При нажатии сенсорной кнопки «СЕТЬ» 2 включается электропитание дифрактометра, сама кнопка начинает светиться зелёным цветом, индикатор 1 выключается. Кнопка «РЕНТГЕН» 3 включает высокое напряжение на источнике рентгеновского излучения, при этом она начинает светиться красным цветом. Если индикаторы 4 и 5 загораются красным цветом, то это означает, что сработала блокировка работы дифрактометра вследствие нарушения условий безопасного функционирования. Индикатор 4 загорается красным цветом, когда нарушена подача воды. Индикатор 5 загорается красным цветом, когда открывается металлический кожух прибора (см. рисунок 3). В случае срабатывания какой-либо блокировки источник рентгеновского излучения выключается автоматически.

Внутри корпуса установлен двухосевой гониометр (рисунок 7), закреплённый на массивной разделительной плите 1. За плитой размещаются источники питания, плата управления, двигатели держателя образцов и преобразователь выходного сигнала детектора.

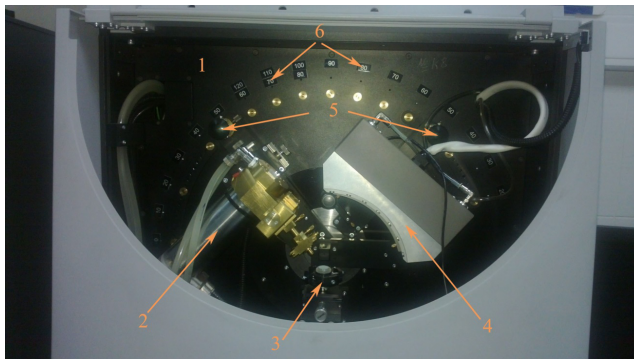


Рисунок 7 – Гониометр: 1 – плита; 2 – источник рентгеновского излучения (рентгеновская трубка); 3 – держатель образцов; 4 – изогнутый координатно-чувствительный детектор; 5 – винты закрепления источника и детектора; 6 – шкалы

Гониометр включает в себя источник рентгеновского излучения (рентгеновская трубка) 2, держатель образцов 3 и изогнутый координатно-чувствительный детектор 4. Фокусировка в дифрактометре осуществляется по схеме Брегга – Брентано. Радиус гониометра 114 мм. Диапазон углов 2θ , в котором возможно проведение съёмки, составляет от 0 до 154° .

В центре дифрактометра расположен держатель образцов (рисунок 8).

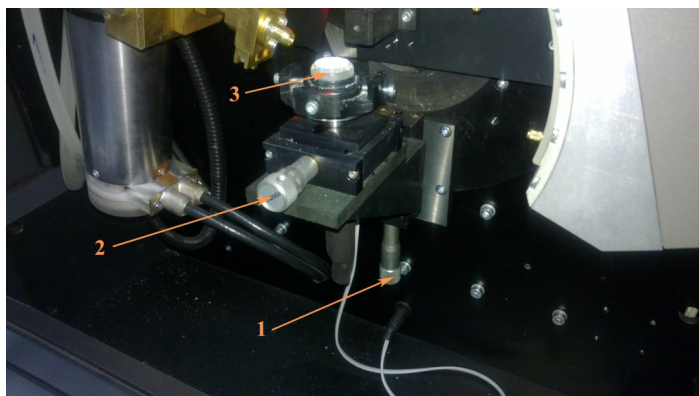


Рисунок 8 – Держатель образцов:
1 – винт вертикальной регулировки; 2 – винт горизонтальной регулировки; 3 – кювета с образцом