

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РФ
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«ПЕНЗЕНСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»
ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ

Факультет
машиностроения и транспорта
(наименование)

Кафедра
Сварочное, литейное производство
и материаловедение
(наименование)

Направление подготовки

22.03.01 «Материаловедение и
технология материалов»
(код и наименование)

Профиль

«Материаловедение и технология
новых материалов»
(наименование)

БАКАЛАВРСКАЯ РАБОТА

на тему

«Рентгенофазовый анализ композиционных материалов»

Студент

 22.06.2020
(подпись, дата)

Абдырахманов Нурбек
Эмилович
(ф.и.о. полностью)

Научный руководитель
к.т.н., доцент

 22.06.2020
(подпись, дата)

Недорезов В.Г.
(фамилия, инициалы)

Нормоконтролёр
к.т.н., доцент

 22.06.2020
(подпись, дата)

Хорин А.В.
(фамилия, инициалы)

Работа допущена к защите (протокол заседания кафедры от 15.06.2020 № 12)

Заведующий кафедрой

 22.06.2020
(подпись, дата)

Розен А.Е.
(фамилия, инициалы)

Работа защищена с отметкой удовл. (протокол заседания ГЭК от 25.06.2020 № 6)

Секретарь ГЭК
к.т.н., доцент

 25.06.2020
(подпись, дата)

Гуськов М.С.
(фамилия, инициалы)

Пенза 2020

ФГБОУ ВО «ПЕНЗЕНСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»
ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ
ФАКУЛЬТЕТ МАШИНОСТРОЕНИЯ И ТРАНСПОРТА
КАФЕДРА «Сварочное, литейное производство и материаловедение»

«Утверждаю»

Заведующий кафедрой СЛПиМ
д.т.н., профессор А.Е. Розен
подпись

« 10 » февраль 2019 г.

ЗАДАНИЕ

на выпускную квалификационную работу

Студенту гр. 16МТ1 Факультета машиностроения и транспорта
Политехнического института ПГУ, очной формы обучения по направлению
подготовки 22.03.01 «Материаловедение и технологии материалов»

Абдырахманова Нурбека Эмиловича.

Научный руководитель работы: д.т.н., доцент Недорезов В.Г.

Время выполнения ВКР: с 10.02.2020 г. по 8.07.2020 г.

Место преддипломной практики: кафедра «Контроль и испытания материалов» ПГУ.

Тема работы: «Рентгенофазовый анализ композиционных материалов».

Тема утверждена приказом ректора ПГУ № 1477/О от 30.12.2019.

Техническое задание на работу (назначение устройства, условия применения, внешние воздействия, специальные требования и т.п.): *аналитический обзор, основы рентгеноструктурного анализа поликристаллических материалов, исследование фазового состава композиционных материалов полученных сваркой взрывом*

Объём и содержание основной части работы

Пояснительная записка (перечень вопросов, подлежащих разработке, расчетов, обоснований, описаний):

- введение с обоснованием актуальности темы исследования, установления объекта и предмета, постановкой цели и задач исследования;
- аналитический обзор основ рентгеноструктурного анализа поликристаллических материалов;
- методики исследования – обоснование применяемых методов исследования, оборудование, использование методов рентгеноструктурного анализа в материаловедении;

- экспериментальный раздел – описание результатов исследования, обработка экспериментальных данных и их анализ;
- заключение – выводы и обоснования по теме работы и полученным результатам.

Презентация бакалаврской работы (перечень и содержание плакатов)

- Основы рентгеновской дифракции, (метод порошков)

- методика исследования
- режимы исследования
- результаты исследований
- результаты замеров и расчетов
- Расшифровка рентгенограмм с помощью пакета JCPDS PDF2
- Заключение по ВКР

- тема ВКР

1л А4;

- цели и задачи выпускной работы 1л

А4;

- актуальность работы 1л

А4;

- структура пьезоматериалов и пьезоэффект 1л

А4;

- сегнетожесткие материалы, их свойства и области применения 1л

А4;

- основные методы исследования 1л

А4;

- влияние легирования на базовые характеристики пьезоматериалов 1л

А4;

- результаты исследования 1л

А4;

- основные выводы 1л

А4.

Рекомендуемая литература:

1. Горелик С.С., Расторгуев Л.Н., Скаков Ю.А. Рентгенографический и электроннооптический анализ. Изд. 3-е, доп. И переработ. – М., МИСИС, 1994, 328 с.

2. Русаков А.А. Рентгенография металлов. - М., Атомиздат, 1977, 480 с.

3. Каталог рентгенографических порошковых стандартов JCPDS PDF2

4. Недорезов В.Г. Учебное пособие Установление вещества по данным о межплоскостных расстояниях. Изд. ПГУ Пенза, 2018

Дата выдачи задания: 10.12.2019 г.

Руководитель ВКР:

д.т.н, доцент



В.Г. Недорезов

Задание к исполнению принял студент

гр. 16МТ1

10 декабря 2019 г.

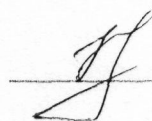


Н.Э. Абдырахманов

Выпускную квалификационную работу к защите допустить

Декан факультета машиностроения и транспорта

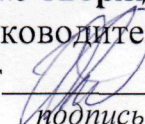
Политехнического института ПГУ



С.Ю. Киреев

ОПОП освоена в полном объеме.
К государственной итоговой
аттестации допустить

ФГБОУ ВО «ПЕНЗЕНСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»
ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ
ФАКУЛЬТЕТ МАШИНОСТРОЕНИЯ И ТРАНСПОРТА
Кафедра «Сварочное, литейное производство и материаловедение»

«Утверждаю»
Руководитель ВКР
к.т.н., доцент  В.Г. Недорезов
подпись
«10» февраля 2019 г.

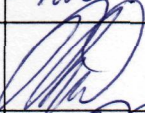
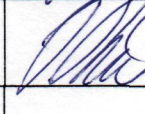
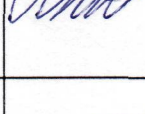
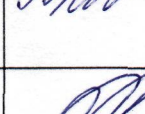
КАЛЕНДАРНЫЙ ПЛАН

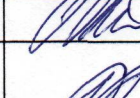
на выпускную квалификационную работу

Студента гр. 16MT1 Факультета машиностроения и транспорта Политехнического института ПГУ, очной формы обучения по направлению подготовки 22.03.01 «Материаловедение и технологии материалов»

Абдырахманова Нурбека Эмиловича.

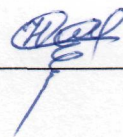
Тема работы: Рентгенофазовый анализ композиционных материалов.

Наименование этапа работы	Срок исполнения		Отметка о выполнении
	начало	окончание	
1 Получение задания, его уяснение, беседа с руководителем. Подготовка к выполнению ВКР.	10.02.20	13.02.20	
2 Подбор и изучение рекомендованной литературы.	14.02.20	29.02.20	
3 Изучение объекта исследования, постановка цели и задачи работы. Написание введения.	01.03.20	05.03.20	
4 Литературный и патентный поиск по теме исследования. Теоретический анализ проблемы получения сегнетожестких пьезочувствительных материалов и их применения в производстве. Написание первого раздела работы.	06.03.20	15.03.20	
5 Обоснование применяемых методов исследования, оборудование и методика планируемых экспериментов. Разработка программы эксперимента и его осуществление. Написание второго раздела работы.	16.03.20	31.03.20	
6 Экспериментальный раздел – описание результатов исследования и выявленных зависимостей. Написание третьего раздела.	01.04.20	21.04.20	
7 Завершение оформления пояснительной записки, схем и рисунков.	22.04.20	26.05.20	

8 Представление завершенной ВКР нормо-контролеру	27.05.20	04.06.20	
9 Представление ВКР руководителю на просмотр и проверку на плагиат.	04.06.20	14.06.20	
10 Предварительная защита ВКР	08.06.20	12.06.20	
11 Полное завершение всех работ и представление зав. кафедрой на подпись пояснительной записки (совместно с графической частью, протоколом проверки на плагиат и отзывом руководителя)	15.06.20	21.06.20	
12 Защита выпускной квалификационной работы	22.06.20	08.07.20	

Прохождение каждого этапа подготовки ВКР подтверждается подписью руководителя.

Студент учебной группы 16МТ1
"10" Февраля 2020 г.



Абдырахманов Н.Э

Отзыв руководителя

на выпускную квалификационную работу, выполненную Абдырахмановым Нурбеком Эмиловичем на тему «Рентгенофазовый анализ композиционных материалов».

Целью работы является рентгенофазовый анализ композиционных материалов на основе меди и алюминия, полученных методом сварки взрывом.

Для исследования фазового состава использовался метод рентгеновской дифрактометрии.

При выполнении и оформлении выпускной квалификационной работы Абдырахманов Н. Э. показал себя как специалист, который может грамотно решить поставленную перед ним задачу, Спланировать и провести экспериментальные исследования и проанализировать полученные результаты.

При оформлении квалификационной работы Абдырахманов Н. Э. использовал различные пакеты прикладных компьютерных программ, показав себя как грамотный пользователь.

Выводы по работе, сформированные Абдырахмановым Н. Э., достаточно полно характеризуют результаты исследования фазового состава композиционных материалов на основе меди и алюминия, полученных методом сварки взрывом

Выполненная Абдырахмановым Н. Э. выпускная квалификационная работа, оценивается отметкой хорошо.

Руководитель работы,

доцент



Недорезов В.Г.

Ректору Пензенского
государственного университета
А.Д. Гулякову
студента 4 курса Факультета
машиностроения и транспорта

ЗАЯВЛЕНИЕ

Я, Абдырахманов Нурбек Эмилович, студент 4 курса ФМТ направления подготовки 22.03.01 – «Материаловедение и технологии материалов» профиля подготовки «Материаловедение и технологии новых материалов», прошу провести проверку с использованием системы «Антиплагиат» выпускной квалификационной работы на тему: «Рентгенофазовый анализ композиционных материалов», выполненной мной самостоятельно, на содержание элементов плагиата.

Все прямые заимствования из печатных и электронных источников, а также из защищенных ранее выпускных квалификационных работ, кандидатских и докторских диссертаций имеют соответствующие ссылки.

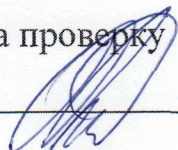
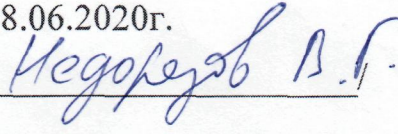
Я ознакомлен с действующим Стандартом университета «Выпускная квалификационная работа обучающихся по образовательным программам высшего образования – программам бакалавриата, программам специалитета и программам магистратуры», согласно которому обнаружение плагиата является основанием для недопуска ВКР к защите и отчисления из университета.



18.06.2020г.

ВКР представлена на проверку 18.06.2020г.

Руководитель ВКР

 / 

Протокол

Проверки на оригинальность в системе «Антиплагиат ВУЗ» выпускной квалификационной работы на тему: «Рентгенофазовый анализ композиционных материалов».

Студента 4 курса Абдырахманов Н.Э

Направление подготовки 22.03.01 «Материаловедение и технологии материалов»

Профиль «Материаловедение и технологии новых материалов».

Руководитель ВКР Недорезов Валерий Григорьевич, д.т.н., профессор каф. «Сварочное литейное производство и материаловедение»

Результат проверки на плагиат бакалаврской работы Абдырахманова Нурбека Эмиловича составляет 75,54 % оригинальности, что соответствует существующим требованиям стандарта СТО ПГУ 3.12-2018. Выпускная квалификационная работа может быть рекомендована к защите.

	АНТИПЛАГИАТ ТВОРИТЕ СОБСТВЕННЫМ УМОМ	Пензенский государственный университет
СПРАВКА о результатах проверки текстового документа на наличие заимствований		
Проверка выполнена в системе Антиплагиат.ВУЗ		
Автор работы	Абдырахманов Нурбек	
Подразделение	СЛПМ	
Тип работы	Выпускная квалификационная работа	
Название работы	Абдырахманов diplom_NA_PROVERKU-5	
Название файла	diplom_NA_PROVERKU-5.pdf	
Процент заимствования	21.41 %	
Процент самоцитирования	0.00 %	
Процент цитирования	3.03 %	
Процент оригинальности	75.54 %	
Дата проверки	21.04.19 23 июня 2020г.	
Модули поиска	Модуль поиска ИПС "Адвент"; Модуль выделения библиографических записей; Сводная коллекция ЭБС; Модуль поиска "Интернет Плюс"; Коллекция ЕББ; Цитирование; Модуль поиска переводных заимствований; Модуль поиска переводных заимствований по eLIBRARY.RU; Модуль поиска переводных заимствований по интернет (EnRu); Коллекция eLIBRARY.RU; Коллекция ГАРАНТ; Коллекция Медицина; Диссертации и авторефераты ИББ; Модуль поиска перефразирований eLIBRARY.RU; Модуль поиска перефразирований Интернет; Коллекция Патенты; Модуль поиска "ПГУ"; Модуль поиска общепотребительных выражений; Кольцо вузов	
Работу проверил	Дурина Т. А. ФГУ "Промисловый С"	
Дата подписи		
Головка проверки		
Чтобы убедиться в подлинности справки, используйте QR-код, который содержит ссылку на отчет		Ответ на вопрос, является ли обнаруженное заимствование корректным, система оставляет на усмотрение проверяющего. Предоставленная информация не подлежит использованию в коммерческих целях.

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РФ
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования
«ПЕНЗЕНСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»
ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ

Факультет
машиностроения и транспорта
(наименование)

Кафедра
Сварочное, литейное производство
и материаловедение
(наименование)

Направление подготовки

22.03.01 «Материаловедение и технологии материа-
ЛОВ»

(код и наименование)

Профиль

«Материаловедение и технологии новых материа-
ЛОВ»

(наименование)

БАКАЛАВРСКАЯ РАБОТА

на тему

«Рентгенофазовый анализ композиционных материалов»

Студент

(подпись, дата)

Абдырахманов Нурбек Эмилович

(фио полностью)

Научный руководитель

к.т.н., доцент

(подпись, дата)

Недорезов В.Г.

(фамилия, инициалы)

Нормоконтролёр

к.т.н., доцент

(подпись, дата)

Хорин А.В.

(фамилия, инициалы)

Работа допущена к защите (протокол заседания кафедры от _____ № _____)

Заведующий кафедрой

(подпись, дата)

Розен А.Е.

(фамилия, инициалы)

Работа защищена с отметкой _____ (протокол заседания ГЭК от _____ № _____)

Секретарь ГЭК

к.т.н., доцент

(подпись, дата)

Гуськов М.С.

(фамилия, инициалы)

Пенза 2020

Аннотация

Выпускная квалификационная работа содержит 52 с., 17 рис., 1 табл., 10 использованных источников, 1 прил.

РЕНТГЕНОВСКИЕ ЛУЧИ, ДИФРАКЦИЯ РЕНТГЕНОВСКИХ ЛУЧЕЙ,
УРАВНЕНИЕ ЛАУЭ, МЕТОД ПОРОШКОВ, РЕНТГЕНОВСКИЙ
ДИФРАКТОМЕТР, ФАЗА, РЕНТГЕНОВСКАЯ ДИФРАКТОГРАММА

Объектом исследования являются сварное соединение на основе меди и алюминия, полученное методом сваркой взрывом.

Предметом исследования является исследование фазового состава сварного соединения.

Целью работы является использование рентгеноструктурного анализа для исследования структуры сварного соединения.

Полученные результаты – отработана методика исследования образцов методом рентгеновской дифрактометрии.

Область применения – для проведения структурного анализа металлов и сплавов.

					<i>ПГУ.ВКР.22.03.01.02.16МТ101.ПЗ</i>				
<i>Изм.</i>	<i>Лист</i>	<i>№ докум.</i>	<i>Подпись</i>	<i>Дата</i>					
<i>Разраб.</i>		<i>Абдырахманов</i>			<i>Рентгенофазовый анализ композиционных материалов</i>	<i>Лит.</i>	<i>Лист</i>	<i>Листов</i>	
<i>Провер.</i>		<i>Недорезов В.Г</i>					<i>3</i>	<i>52</i>	
						<i>Каф. «СЛПуМ», ГР.16МТ1</i>			
<i>Н. контр.</i>		<i>Хорин А.В</i>							
<i>Утв.</i>		<i>Розен А.Е</i>							

Содержание:

1. Аналитический обзор	6
1.1 Открытие рентгеновских лучей и рентгеновской дифракции	6
1.2 Рентгеновская дифракция – метод исследования структуры твердых тел	13
1.3 Графическая и аналитическая интерпретация дифракции рентгеновских лучей на твердом кристаллическом теле.....	16
1.4 Построения Эвальда.....	31
1.5 Методы, используемые в рентгеноструктурном анализе.....	33
2. Методическая часть.....	35
3.	Экспериментальная часть.....42
4. Обработка экспериментальных данных и их анализ	44
Список использованных источников.....	47
Приложение А.....	48

Введение

Редкий человек не проходил через рентгеновский кабинет. Снимки, сделанные в рентгеновских лучах, знакомы каждому. В 1995 году исполнилось сто лет этому открытию. Трудно представить, какой огромный интерес вызвало оно век назад. В руках человека оказался аппарат, с помощью которого удалось увидеть невидимое. Это невидимое излучение, способное проникать, хотя и в разной степени, во все вещества, представляющее собой электромагнитное излучение с длиной волны порядка $10 - 8$ см называли рентгеновским излучением, в честь открывшего его Вильгельма Рентгена. Как и видимый свет, рентгеновское излучение вызывает почернение фотопленки. Это его свойство имеет важное значение для медицины, промышленности и научных исследований. Проходя сквозь исследуемый объект и падая затем на фотопленку, рентгеновское излучение изображает на ней его внутреннюю структуру. Поскольку проникающая способность рентгеновского излучения различна для разных материалов, менее прозрачные для него части объекта дают более светлые участки на фотоснимке, чем те, через которые излучение проникает хорошо. Так, костные ткани менее прозрачны для рентгеновского излучения, чем ткани, из которых состоит кожа и внутренние органы. Рентгеновская съемка используется также в стоматологии для обнаружения кариеса и абсцессов в корнях зубов, а также в промышленности для обнаружения трещин в литье, пластмассах и резинах, в химии для анализа соединений и в физике для исследования структуры кристаллов. За открытием Рентгена последовали эксперименты других исследователей, обнаруживших много новых свойств и возможностей применения этого излучения. Большой вклад внесли М. Лауэ, В. Фридрих и П. Книппинг, продемонстрировавшие в 1912 дифракцию рентгеновского излучения при прохожде-

					<i>ПГУ.ВКР.22.03.01.16МТ101. ПЗ</i>	Лист
						5
Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата		

нии его через кристалл; У. Кулидж, который в 1913 изобрел высоковакуумную рентгеновскую трубку с подогретым катодом; Г. Мозли, установивший в 1913 зависимость между длиной волны излучения и атомным номером элемента; Г. и Л. Брэгги, получившие в 1915 Нобелевскую премию за разработку основ рентгеноструктурного анализа.

1. Аналитический обзор

1.1. Открытие рентгеновских лучей и рентгеновской дифракции

Открытие рентгеновских лучей (X-лучи) Вильгельмом Конрадом Рентгеном в конце 19 века часто приводят в качестве примера роли случайности в науке.

В январе 1896 г. мировая научная общественность узнала о сенсационном открытии профессора Вюрцбургского университета (Германия) Вильгельма Конрада Рентгена. Ни одно открытие в науке до этого не имело такого общественного резонанса как это открытие. Об этом открытии стало известно практически мгновенно во всем мире.

Немецкий физик Вильгельм Конрад Рентген (1845-1923) в научных кругах того времени снискал репутацию «тонкого классического физика- экспериментатора». В 1894 г. получил должность профессора и приступил к экспериментальным исследованиям электрического разряда в стеклянных вакуумных трубках. В своих экспериментах он использовал современное на то время оборудование: искровой индуктор с прерывателем, газоразрядную трубку и флюоресцирующий экран приведено на рисунке 1

					ПГУ.ВКР.22.03.01.16МТ101. ПЗ	Лист
						6
Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата		

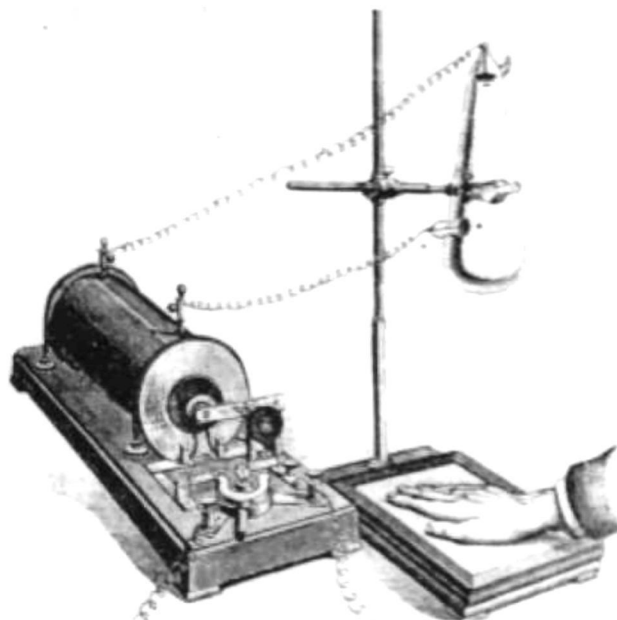


Рисунок 1 – Рентгеновский аппарат конца XIX в

Вечером 8 ноября 1895 г. Рентген, как обычно, работал в своей лаборатории, занимаясь изучением катодных лучей. Он обернул вакуумную трубку светонепроницаемой черной бумагой, которая задерживала все видимые и ультрафиолетовые лучи. Когда он подал высокое напряжение на трубку в темной лаборатории он заметил странные вспышки маленьких кристалликов, лежащих на лабораторном столе и бумажной ширмы, покрытой платиносинеродистым барием.

Анализируя свои эксперименты, он написал «Флюоресценция видна при достаточном затемнении и не зависит от того, какой стороной подносить бумагу с флюоресцирующим слоем покрытой платиносинеродистым барием. Флюоресценция наблюдается не зависимо от положения бумаги и на расстояния до двух метров от трубки».

Ни каких очевидцев открытия Рентгена не было, а сам Рентген мало говорил о предыстории своего великого открытия. День открытия X-лучей 8 ноября он указывал точно, но процесс открытия он не описывал детально, в этот вечер он понял, что от трубки действительно исходят невидимые лучи, о существовании которых не сообщалось учеными ранее.

Рентген, как и многие ученые 18 и 19 веков был исследователем – одиночкой, но в его крайней форме. Он работал практически всегда без помощников до

глубокой ночи, чтобы ему никто не мешал заниматься его экспериментами. В 1895 году он уже был ректором Вюрцбургского университета, и днем ему приходилось много времени тратить на административную работу.

Большинство ученых немедленно опубликовали бы такое открытие. Он никому из коллег не рассказал о своем открытии. И даже своей жене, которую он обычно посвящал в свои научные опыты, он ничего не сказал о своих пионерских исследованиях. Рентген считал, что его работа произведет большее впечатление, если удастся привести какие-то данные о природе открытых им лучей, измерив их свойства.

После 8 ноября он в течение семи недель в одиночестве и тайно напряженно работал в своей лаборатории над исследованием новых лучей, проверяя все предположения, которые только приходили ему в голову. Для наглядности все свои результаты он фиксировал при помощи фотопластинок. Рентген установил, что лучи исходили от трубки, а не от какой-либо другой части аппаратуры.

Для того чтобы не тратить время на бытовые проблемы он велел приносить ему пищу в институт и поставить кровать в своей лаборатории, это позволило ему практически непрерывно работать на научной проблемой. Только в конце своего «заточения» он открыл тайну своей жене Берте, сделав снимок кисти ее руки и это сегодня один из шедевров научного «искусства». Этот снимок наряду с другими фотографиями вошел в первую публикацию, представленную Рентгеном научному сообществу 28 декабря 1895 г. Показано на рисунке 2

					<i>ПГУ.ВКР.22.03.01.16МТ101. ПЗ</i>	Лист
						8
Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата		



Рисунок 2 – Рентгеновский снимок кисти руки жены рентгена

Перед самым Новым годом, 28 декабря 1895 г., Рентген решил ознакомить своих коллег с проделанной работой. На 30 страницах он описал выполненные опыты, отпечатал статью в виде отдельной брошюры и разослал ее вместе с фотографиями ведущим физикам Европы [1].

В марте 1896 г. Рентген выступил со вторым сообщением [2]. В нем он описал опыты по ионизирующему действию лучей и по изучению возбуждения X -лучей различными телами. В результате этих исследований он констатировал, что «не оказалось ни одного твердого тела, которое под действием катодных лучей не возбуждало бы X -лучей». Это привело Рентгена к изменению конструкции трубки для получения интенсивных рентгеновских лучей,

Открытие Рентгена вызвало огромный резонанс не только в научном мире, но и во всем обществе. Несмотря на скромное название, которое дал своей статье Рентген: «О новом роде лучей. Предварительное сообщение», она вызвала огромный интерес в разных странах. В Санкт-Петербурге уже 22 января 1896 г. опыты Рентгена были повторены во время лекции в физической аудитории университета.

Свыше 1200 публикаций появилось только в 1896 г по X -лучам. История науки еще не знала подобного бума. Имя Рентгена стало сразу известно всему

					ПГУ.ВКР.22.03.01.16МТ101. ПЗ	Лист
						9
Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата		

миру. Но он не изменил ни своим занятиям, ни своему относительно замкнутому образу жизни

Он отклонил место президента научного общества, звание академика Прусской Академии наук, предложения дворянства и различных орденов, а сами лучи до последних лет жизни называл *X*-лучами. Он отказался от патента, предложенного Берлинским всеобщим электрическим обществом, заявив, что его открытие принадлежит всему миру и не может быть закреплено за одним предприятием.

В 1901 г. ему была присуждена первая Нобелевская премия по физике. Ее денежную часть – 50 000 крон – Рентген передал на нужды Вюрцбургского университета.

Подводя основные итоги, по исследованию открытого эффекта, Иоффе в своей работе [3] проанализировал результатов этих классических исследований и отметил их основные положения.

Отражение. Рентген заметил, что «*X*-лучи» не отражаются заметно даже от хорошо полированной поверхности. Рентген дает механизм описания рассеяния и поглощения рентгеновских лучей, сравнивая тело с комнатой в которой полно табачного дыма, сквозь который проходит свет. Рентген ставит вопрос, о идентичности рассеянного пучка с первичным и совершенно точно предполагает, что наряду с отклоненными первичными пучками появляются еще другие более мягкие, созданные рассеянными атомами тела.

Ионизация. Рентген обнаружил эффект ионизации разряда на электризованного тела и связал это с явлением ионизации воздуха. «*X*-лучи» направленные на ионизированное тело или рядом разряжают его за счет ионизации воздуха данными лучами.

Конструкция рентгеновской трубки. В результате выполненных исследований Рентген пришел к оптимальному варианту рентгеновской трубки с наклонным анодом.

Дифракция рентгеновских лучей. Рентген пытался обнаружить дифракционные явления «*X*-лучей», однако из-за отсутствия необходимых рентгеночув-

					<i>ПГУ.ВКР.22.03.01.16МТ101. ПЗ</i>	Лист
						10
Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата		

ствительных материалов и методического обеспечения не позволили выявить дифракционные явления. Он исходил из того, что атомы в кристаллах располагаются упорядоченным образом (симметрично), то рассеяние и поглощение на них должно зависеть от направления.

Единственное предположение, высказанное Рентгеном, которое оказалось не верным, это вопрос о природе рентгеновского излучения. Он предположил, что открытые им лучи являются продольными колебаниями в эфире, в противовес поперечным колебаниям света. Сегодня однозначно установлено, что рентгеновское излучение является электромагнитной волной, которая занимает свое соответствующее положение в шкале электромагнитных волн показано на рисунке 3.

Впрочем, Рентген высказал только предположение по этому поводу и вопрос о природе света не стоял для него на первом месте. Он решал задачу по изучению свойств выявленного эффекта.

Рентген быстро осознал значимость своего открытия и в первую очередь для медицины, как инструмента диагностики. Причиной применения рентгеновского излучения в диагностике послужила их высокая проникающая способность и ее зависимость от плотности вещества. В первое время после открытия, рентгеновское излучение использовалось по большей части, для исследования переломов костей и определения местоположения инородных тел (например, пуль) в теле человека. В настоящее время применяют несколько методов диагностики с помощью рентгеновских лучей (рентгенодиагностика).

					ПГУ.ВКР.22.03.01.16МТ101. ПЗ	Лист
						11
Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата		

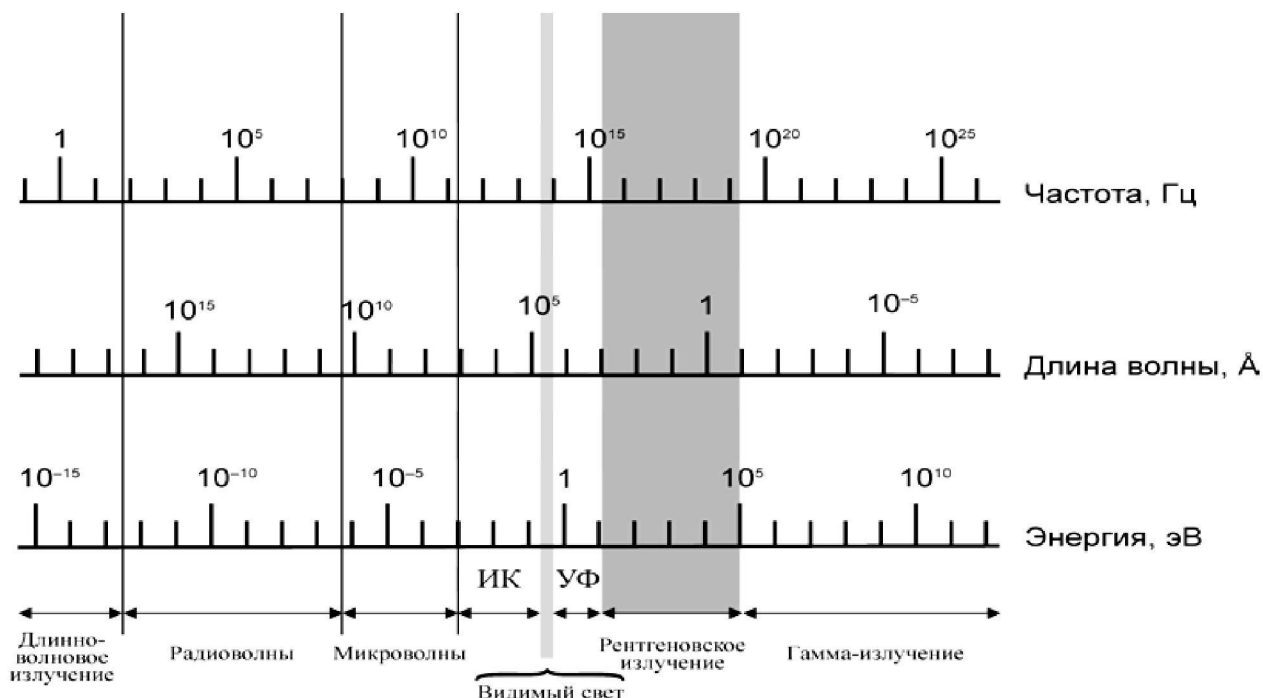


Рисунок 3 – Характеристики электромагнитных волн и положение рентгеновских лучей в шкале электромагнитных волн

Причиной применения рентгеновского излучения в диагностике послужила их высокая проникающая способность и ее зависимость от плотности вещества. В первое время после открытия, рентгеновское излучение использовалось по большей части, для исследования переломов костей и определения местоположения инородных тел (например, пуль) в теле человека. В настоящее время применяют несколько методов диагностики с помощью рентгеновских лучей (рентгенодиагностика).

Рентгеноскопия. Рентгеновский прибор состоит из источника рентгеновских лучей (рентгеновской трубки) и флуоресцирующего экрана. После прохождения рентгеновских лучей через тело пациента врач наблюдает теневое его изображение на экране, что дает возможность изучить функциональное состояние некоторых органов. Недостатки этого метода – недостаточно контрастные изображения и сравнительно большие дозы излучения, получаемые пациентом во время процедуры.

Флюорография. Этот метод состоит в получении фотографии с изображением части тела пациента. Используют, как правило, для предварительного иссле-

дования состояния внутренних органов пациентов с помощью малых доз рентгеновского излучения.

Рентгенография. (Радиография рентгеновских лучей). Это метод исследования с помощью рентгеновских лучей, в ходе которого изображение записывается на фотографическую пленку. Фотографии делаются обычно в двух перпендикулярных плоскостях. Этот метод имеет некоторые преимущества. Рентгеновские фотографии содержат больше деталей, чем изображение на флуоресцентном экране, и потому они являются более информативными. Они могут быть сохранены для дальнейшего анализа. Общая доза излучения меньше, чем применяемая в рентгеноскопии.

Компьютерная рентгеновская томография. Оснащенный вычислительной техникой осевой томографический сканер является наиболее современным аппаратом рентгенодиагностики, который позволяет получить четкое изображение любой части человеческого тела, включая мягкие ткани органов.

Компьютерная томография имеет множество преимуществ по сравнению с более ранними методами рентгенодиагностики. Она характеризуется высоким разрешением, которое дает возможность различать тонкие изменения мягких тканей. компьютерная томография позволяет обнаружить такие патологические процессы, которые не могут быть обнаружены другими методами. Кроме того, использование компьютерная томография позволяет уменьшить дозу рентгеновского излучения, получаемого в процессе диагностики пациентами.

В течение следующих 20...25 лет после открытия Рентгена были проведены многочисленные исследования в направлении использования рентгеновского излучения в науке и технике. Сегодня существуют три значимых направления по использованию рентгеновского излучения: рентгеновская дефектоскопия, рентгеновская спектроскопия и рентгеноструктурный анализ.

1.2. Рентгеновская дифракция - метод исследования структуры твердых тел

					<i>ПГУ.ВКР.22.03.01.16МТ101. ПЗ</i>	Лист
						13
Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата		

Более подробно остановимся на рентгеноструктурном анализе. Если открытие рентгеновских лучей в большей степени считается случайным, поиск дифракции рентгеновских лучей на кристаллических телах является закономерным целенаправленным процессом. Открытие рентгеновской дифракции было выполнено большим коллективом ученых, в 20 столетии время ученых одиночек прошло и в настоящее время наука является коллективным процессом.

Открытие дифракции рентгеновских лучей состоялась в Мюнхенском университете в 1912 г. В то время этот университет был не только ведущим университетом Германии, но и одним из лучших университетов мира. В то время в университете уже работал Рентген, возглавляя институт (кафедру) экспериментальной физики. Зоммерфельд известный физик теоретик и математик создал в университете экспериментальную лабораторию для связи теории с практикой. В 1909 г. в университете начал работать ученик Планка Макс фон Лауэ. В тоже время у Зоммерфельда учился Эвальд, который также внес значительный вклад в теорию и практику рентгеновской дифракции.

В тоже время были созданы теоретические предпосылки для проведения опытов по дифракции рентгеновских лучей на твердом теле. Это стало возможным благодаря работам Г. Хага и К.Х. ВИНА, которые обнаружили слабый дифракционный эффект, пропуская рентгеновский пучок через узкую щель. Из этого они сделали вывод о волновой природе рентгеновских лучей и оценили длину волны этого излучения, которая составила около одного ангстрема. В пользу волновой природы свидетельствовали и опыты физика Чарлз Баклана, подтвердившего поляризацию рентгеновских лучей.

Так же в Мюнхенском университете работал известный специалист в области минералогии и кристаллографии Пауль фон Грот, убежденный сторонник упорядоченного симметричного расположения атомов в твердых телах.

Таким образом, твердое тело можно рассматривать как трехмерную упорядоченную структуру, при взаимодействии рентгеновских лучей с которыми должна наблюдаться их дифракция, при условии, что расстояниях между атомами и длины волн излучения соизмеримы.

					<i>ПГУ.ВКР.22.03.01.16МТ101. ПЗ</i>	Лист
Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата		14

Теория дифракционных взаимодействий для одномерных и двумерных решеток была разработана Макс фон Лауэ еще в 1911 г. Лауэ связал волновую теорию рентгеновских лучей и гипотезу о пространственных решетках кристаллов и приступил к проверке данных предположений. К экспериментальной работе он подключил двух молодых ученых. Вальтера Фридриха, работавшего ассистентом у Зоммерфельда и ему помогал другой молодой физик Пауль Книппинга. Он закончил свою докторскую диссертацию и собирался через несколько недель покинуть институт Зоммерфельда

Фридрих и Книппинг использовали в своих опытах первый попавший под руку материал, кристаллы медного купороса, который просвечивали в произвольном направлении, без учета положений осей кристалла и его кристаллических особенностей. В первом опыте кассету они поставили перед кристаллом, как это делается с оптической отражательной решеткой – результат был отрицательным. Во втором опыте кассету установили за образцом, как в опытах дифракции на прохождение и ими была зафиксирована на фотопластинке первая рентгеновская дифракция (рисунок 4 и 5). На рисунке 4 отчетливо зафиксированы отдельные рефлексy, связанные с дифракцией рентгеновских лучей на упорядоченной структуре твердого тела.

Учитывая предыдущий опыт рентгенофотографической практики, Фридрих выбрал многочасовую выдержку для того чтобы слабые дифракционные отражения были зафиксированы на рентгеновской пластине.

					ПГУ.ВКР.22.03.01.16МТ101. ПЗ	Лист
						15
Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата		

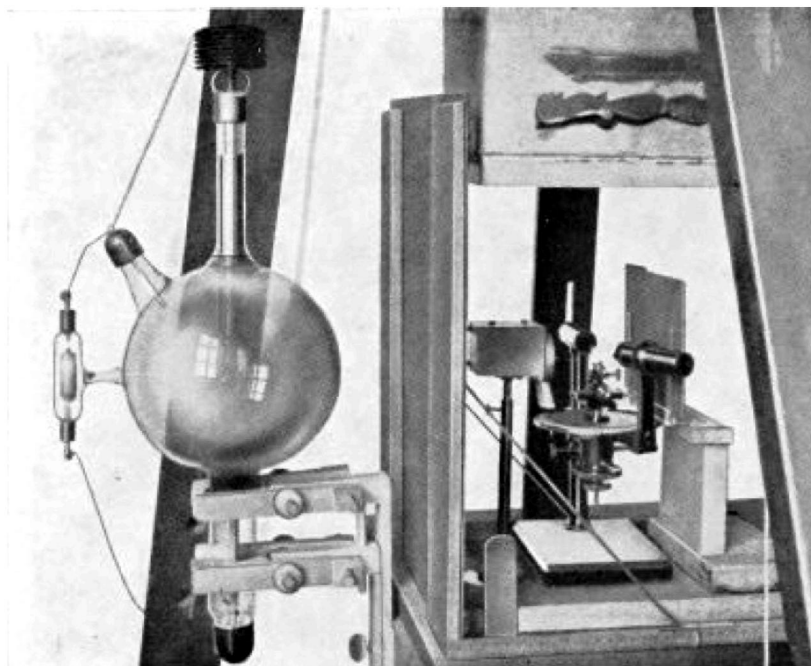


Рисунок 4 – Фотография установки Лауэ



Рисунок 5 – Первая фотография рентгеновской дифракции

Выполненные под руководством Макс фон Лауэ, исследования дифракции рентгеновских лучей на твердом кристаллическом теле является величайшим открытием 20 столетия. Сегодня метод рентгеновской дифракции является, пожалуй, единственным методом, с помощью которого можно исследовать структуру тел на атомарном уровне с высочайшей точностью. С помощью данного метода

Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата

ПГУ.ВКР.22.03.01.16МТ101. ПЗ

Лист

16

сегодня исследована структура около пятидесяти тысяч веществ, включая и расшифровку структуры органических материалов, из которых состоит живая материя. За выдающееся открытие в области физики Макс фон Лауэ была присуждена нобелевская премия в 2014 году за «его открытие дифракции рентгеновских лучей в кристаллах».

1.3. Графическая и аналитическая интерпретация дифракции рентгеновских лучей на твердом кристаллическом теле

Существует два эквивалентных способа, с помощью которых объясняется возникновение дифракции рентгеновских лучей на трехмерных кристаллических структурах. Первый способ был предложен в 1913 г. независимо английскими учеными У.Г. Бреггом и У.Г. Бреггом и профессором Московского университета Ю.В. Вульфом в 1913 г. Второй способ был теоретически обоснован немецким ученым Макс фон Лауэ в 1912 г. и экспериментально подтвержден Вальтером Фридрихом и Паулем Книппингом [4-5].

Подход Лауэ является более универсальным, т.к. позволяет определять не только положение дифракционных максимумов, но и рассчитывать интенсивность этих отражений. Кроме этого метод Лауэ, основывается на современных представлениях физики твердого тела – обратной решетки, позволяющий интерпретировать результаты дифракции с помощью простых геометрических построений. Тем не менее, метод Вульфа-Бреггов и сегодня широко используется в практике рентгеноструктурного анализа, т.к. позволяет решать большое количество задач при исследовании структурных особенностей твердого тела.

Метод Лауэ отличается от метода Вульфа-Бреггов тем, что в нем не выделяется никакой конкретный способ разбиения кристалла на атомные слои не используются специальные заведомо неверные предположения, например, относительно зеркального характера отражения. В кинематическом методе Лауэ считается, что кристалл состоит из гомологичных структурных элементов, размещенных в узлах примитивной элементарной ячейки.

Рентгеновские лучи, проходя через кристаллическое вещество, рассеиваются электронами атомов, которые становятся источниками сферических рент-

					<i>ПГУ.ВКР.22.03.01.16МТ101. ПЗ</i>	Лист
Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата		17

геновских волн. Интерференция этих волн приводит к возникновению дифракционной картины, анализируя которую можно определить атомную структуру вещества. Теория, которая позволяет проводить анализ возникающей дифракционных картин и устанавливать их взаимосвязь с атомной структурой твердого тела, впервые была предложена немецким ученым Макс фон Лауэ.

Рассмотрим в начале вывод уравнения Лауэ в рамках кинематической теории, которая предполагает использование следующих допущений:

- падающие рентгеновские лучи являются плоской волной;
- электроны, принадлежащие атому, сосредоточены в геометрическом центре атома (размерами электронных оболочек пренебрегаем);
- атомы кристалла неподвижны (пренебрегаем тепловыми колебаниями);
- поглощение в веществе отсутствует;
- облучаемый кристалл является идеальным (отсутствует мозаичность);
- размеры кристалла малы по сравнению с расстояниями наблюдения дифракции;
- электроны в атомах являются источниками сферических рентгеновских волн (поляризация отсутствует).

Перечисленные выше допущения не вносят изменения в общую картину расположения дифракционных максимумов, но сказываются на интенсивности отражений.

Конечным результатом интерференции рентгеновских лучей на твердом теле, должен быть закон определяющий взаимодействие всех атомов с электромагнитным излучением. В общем случае облучаемый кристалл можно представить в виде параллелепипеда с размерами сторон $L_1=N_i a$, $L_2=N_j b$, $L_3=N_k c$, где N_i , N_j , N_k – число узлов по главным кристаллографическим направлениям, а a , b , c – периоды трансляций по этим направлениям. Тогда число узлов (рассеивающих центров) принимающих участие в интерференции будет равно $N= N_i N_j N_k$.

При выводе уравнения Лауэ будет использован способ решения задачи от простого к сложному, т.е. вначале рассмотрим гипотетические модели рассеяния от двух рассеивающих центров, затем рассеивание узловым рядом и узловой

					ПГУ.ВКР.22.03.01.16МТ101. ПЗ	Лист
Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата		18

плоскостью и в заключении получим общее уравнение Лауэ для трехмерной кристаллической решетки.

Чтобы найти условия усиления волн за счет интерференции рентгеновских лучей от двух рассеивающих центров, смещенных относительно друг друга на вектор $\mathbf{a}$, рассмотрим на рисунке 6 [6].

Пусть на рассеивающие центры падает плоская волна $\mathbf{s}_0$ с длиной волны λ . Рассеянный луч будем наблюдать в направлении $\mathbf{s}$. Усиление будет наблюдаться при разности хода лучей, рассеиваемыми данными центрами, равном целому числу волн. Из рисунка 6. видно, что разность хода лучей можно выразить с помощью

Следующая задача, которую необходимо решить, это просуммировать результаты взаимодействия рентгеновских лучей от всех структурных элементов твердого тела. Для решения этой задачи существует несколько способов, которые в конечном результате дают одинаковый результат. В данной работе будет использован аналитически – графический метод, в котором аналитические методы будут

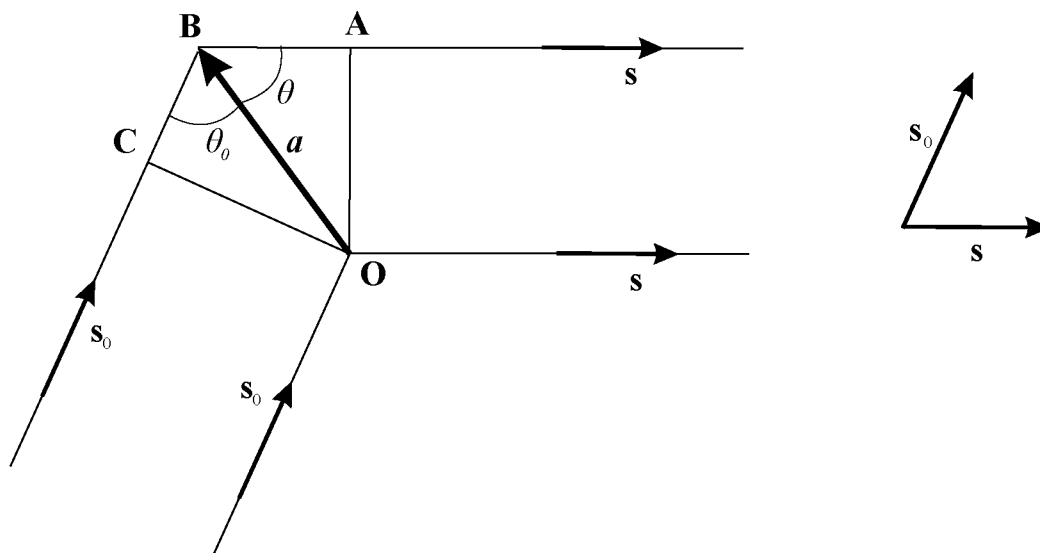


Рисунок 6 – К определению разности хода лучей

$$a \cos \theta + a \cos \theta_0 = a \cdot (\mathbf{s}_0 - \mathbf{s}) \quad (1)$$

Учитывая условия усиления, получим

$$a \cdot (\mathbf{s}_0 - \mathbf{s}) = n\lambda \quad (2)$$

n – целое число.

Умножив правую и левую часть выражения на волновое число $2\pi/\lambda$, получим уравнение, выраженное через волновые векторы падающего (k_0) и рассеянного лучей (k)

$$a \cdot (k - k_0) = 2\pi n \quad (3)$$

После деления правой и левой части выражения (3) на « a », получим условия интерференции, которые будут наблюдаться, если разность волновых векторов будет равна радиус вектору обратной решетки.

Следующая задача, которую необходимо решить, это просуммировать результаты взаимодействия рентгеновских лучей от всех структурных элементов твердого тела. Для решения этой задачи существует несколько способов, которые в конечном результате дают одинаковый результат. В данной работе будет использован аналитически – графический метод, в котором аналитические методы будут иллюстрироваться графическими зависимостями, построение которых будет осуществляться с помощью компьютерных программ.

Представим на основе гомологичных точек узловой ряд, содержащий N_i узлов и пусть этот узловой ряд совпадает с одним из главных кристаллографическим направлением кристаллической решетки. Направим на данный узловой ряд плоскую рентгеновскую волну (рис. 7) с постоянной длиной волны. Найдем интенсивность рентгеновских лучей, рассеянных в произвольном направлении (точка A) [7].

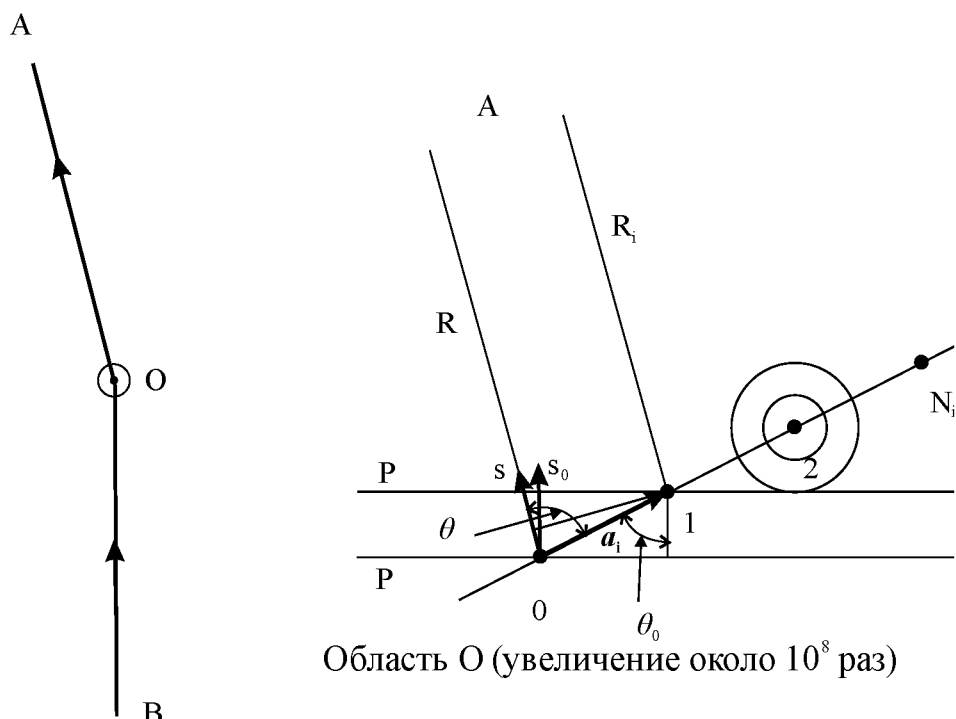


Рисунок 7 – Рассеяние рентгеновских лучей узловым рядом

Пусть плоская электромагнитная волна приходит к узлу 0, с учетом начальных условий, имеет напряженность, величина которой определится уравнением

$$E_0 = A_0 \cdot \exp(i\omega t) \quad (4)$$

где E_0 – изменение напряженности электрического поля;

A_0 – амплитуда напряженности электрического поля;

t – время;

ω – циклическая частота электромагнитного колебания.

Фронт падающей волны (P) будет достигать различные элементы узлового ряда с запаздыванием по фазе. В узел i волна придет с запаздыванием по фазе относительно узла 0, величину которой можно определить с помощью соотношения

$$\varphi = \left(2\pi/\lambda\right) D = \chi D, \quad (5)$$

где D – разность хода лучей;

χ – волновое число

С учетом геометрических соотношений (рисунок 7) разность хода лучей будет равна

$$D = |\mathbf{r}_{ai}| \cos(\widehat{\mathbf{r}_{ai}\mathbf{s}_0}) = (\mathbf{r}_{ai} \cdot \mathbf{s}_0), \quad (6)$$

где $\mathbf{s}_0$ – единичный вектор падающей волны.

После подстановки выражения (6) в соотношение (5), получим запаздывание колебаний в i узле по отношению к точке 0.

$$\varphi = \chi(\mathbf{r}_{ai} \cdot \mathbf{s}_0) \quad (7)$$

Напряженность электрического поля в i узле, в соответствии с приведенными преобразованиями, будет описываться уравнением.

$$E_i = A_0 \cdot \exp\{i[\omega t - \chi(\mathbf{r}_{ai} \cdot \mathbf{s}_0)]\} \quad (8)$$

В точку A волна от узла i придет с запаздыванием по фазе $-\chi R_i$ и уравнение (8) будет иметь вид.

$$E_i = \left(\Phi/R_i\right) A_0 \cdot \exp\{i[\omega t - \chi(\mathbf{r}_{ai} \cdot \mathbf{s}_0) - \chi R_i]\} \quad (9)$$

где Φ – рассеивающая способность атома;

R_i – расстояние от i узла до точки наблюдения дифракции (A).

Появление в знаменателе величины R_i обусловлено тем, что облученный атом является источником сферической волны (узел 2 на рисунке 7), а амплитуда сферических волн уменьшается с расстоянием.

В соотношении $\left(\Phi/R_i\right)$ величину R_i можно заменить на R , т.к. размеры области облучения (размеры узлового ряда) намного меньше расстояний наблюдения дифракции. При этих условиях величины R_i и R отличаются на величину малости второго порядка. В экспоненциальном выражении такую замену проводить нельзя, т.к. величина малости второго порядка соизмерима с разности хода лучей. Для того чтобы провести замену R_i на R необходимо воспользоваться рис. 7, из которого видно, что $R_i + \Delta = R$, где Δ – разность расстояний R_i и R . Данную разность можно определить, как скалярное произведение $(\mathbf{r}_{ai}\mathbf{s})$ – где $\mathbf{s}$ – единичный вектор отраженной волны показано на рисунке 7.

С учетом разности Δ , получим

$$R_i = R - (r_{ai}s) \quad (10)$$

Обозначим величину напряженности электрического поля в точке «А» через $(Z = \frac{E_A}{A_0})$, после всех преобразований получим выражение вида

$$Z = \frac{E_A}{A_0} = \left(\Phi/R \right) \cdot \exp\{i[\omega t - \chi R + \chi(r_{ai} \cdot (s - s_0))]\} \quad (11)$$

Для того чтобы определить величину напряженности в точки «А», как результат сложения колебаний от всех атомов входящих в узловой ряд, необходимо просуммировать напряженность по всем атомам узлового ряда.

$$Z = \sum_{ai} \left(\frac{E_M}{A_0} \right) = \left(\Phi/R \right) \sum_{N=0}^{N_i-1} \exp\{i[\omega t - \chi R + \chi(r_{ai} \cdot (s - s_0))]\} \quad (12)$$

Величины, не зависящие от суммирования, вынесем за знак суммы.

$$Z = \left(\Phi/R \right) \exp[i(\omega t - \chi R)] \sum_{N=0}^{N_i-1} \exp[i\chi N_i[(a \cdot (s - s_0))]] \quad (13)$$

Упростим уравнение (13), введя обозначение $A_i = \chi [a \cdot (s - s_0)]$. Тогда

$$Z = \left(\Phi/R \right) \exp[i(\omega t - \chi R)] \sum_{N=0}^{N_i-1} \exp[iN_i A_i] \quad (14)$$

При экспериментальных исследованиях определяют не амплитуду излучения, а интенсивность. Относительная интенсивность лучей I , рассеянных твердым телом в направлении A , является квадратом амплитуды Z и может быть найдена умножением Z на комплексно-сопряженную величину Z^* :

$$I = |Z|^2 = |Z||Z^*| = \left(\Phi/R \right)^2 |\exp[i(\omega t - \chi R)]|^2 \left| \sum_{N=0}^{N_i-1} \exp[iN_i A_i] \right|^2 \quad (15)$$

Произведение $\exp[i(\omega t - \chi R)]$ на комплексносопряженную $\exp[-i(\omega t - \chi R)]$ по определению равно единице. Сумма

$\sum_{n=0}^{N-1} \exp[iN_i A_i]$ является геометрической прогрессией типа

$a, aq, aq^2, \dots aq^{n-1}$. Где $a=1$, $q=\exp(iA_i)$ и $n=N_i$.

Сумма геометрической прогрессии равна

$$S = \frac{a(q^n - 1)}{q - 1}$$

Поэтому сумма

$$S = \sum_{N=0}^{N_i-1} \exp[iN_i A_i] = \frac{\exp(iN_i A_i) - 1}{\exp(iA_i) - 1} \quad (16)$$

Используя преобразования с подобными математическими выражениями, после их перемножений и применив к результатам умножения формулу Эйлера, получим

$$\begin{aligned} [\exp(ix) - 1][\exp(-ix) - 1] &= 1 - \exp(ix) - \exp(-ix) + 1 = 2(1 - \cos x) \\ &= 4 \sin^2(x/2) \end{aligned}$$

Тогда

$$\left| \sum_{N=0}^{N_i-1} \exp[inA_i] \right|^2 = \frac{\sin^2(N_i A_i/2)}{\sin^2(A_i/2)}. \quad (17)$$

Подставив данное соотношение в выражение (15) получим интерференционную функцию Лауэ для узлового ряда.

$$I = \left(\Phi/R \right)^2 \frac{\sin^2(N_i A_i/2)}{\sin^2(A_i/2)}. \quad (18)$$

Анализ интерференционной функции для узлового ряда позволит определить направления интерференционных максимумов по отношению к узловому ряду.

Для проведения анализа интерференционной функции приведем ее к известному математическому соотношению.

$$\frac{\sin^2(N_i A_i / 2)}{\sin^2(A_i / 2)} = \frac{\sin^2(N_i x / 2)}{\sin^2(\frac{x}{2})}, \quad (19)$$

где $x = A_i$ а N_i принимает целые значения от 0 до n . Соотношение $\frac{\sin^2(N_i x / 2)}{\sin^2(\frac{x}{2})}$ достигает максимальной величины равной N_i^2 . Данная величина получается после применения дважды правила Лопиталя к приведенному выражению для раскрытия неопределенности 0/0. После применения таких преобразований, интенсивность главного максимума определится выражением

$$I = \left(\Phi / R \right)^2 N_i^2, \quad (20)$$

где N_i – число атомов в узловом ряду.

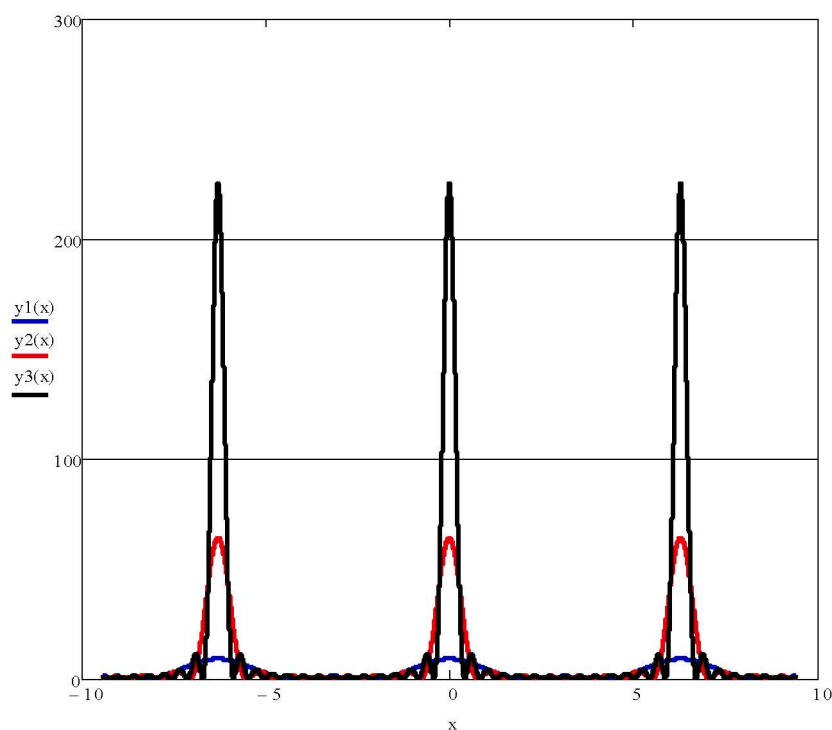
Ниже приведены интерференционные зависимости для узлового ряда от числа атомов в ряду. Анализ интерференционной функции показывает, что она имеет следующие характерные особенности (рисунок. 8 и 9):

- главные интерференционные максимумы наблюдаются при углах $\pm 2\pi n$, где n - целые значения, включая 0;
- интенсивность главных интерференционных максимумов пропорциональна квадрату числа атомов в узловом ряду.
- ширина главных дифракционных максимумов также зависит от числа атомов в узловом ряду и с увеличением количества атомов ширина уменьшается.
- кроме главных интерференционных максимумов имеются и побочные максимумы, количество побочных максимумов равно $N - 2$;
- интенсивность побочных дифракционных максимумов уменьшается по мере приближения угла к значению $\pm \pi n$.

Ширина главного дифракционного максимума определяется положениями первых минимумов побочных максимумов по обе стороны от главного максимума. С учетом графика (рис. 8) и соотношения (19) ширина главного дифракционного максимума будет равна $4\pi/N_i$.

На рис. 9 приведены зависимости интенсивности побочных максимумов от разности фаз (x – в рад.). Из представленных на рисунке зависимостей видно, что абсолютная интенсивность побочных максимумов увеличивается с увеличением числа атомов в узловом ряду. Однако, если привести данную интенсивность к величине главного максимума, то относительная интенсивность будет составлять около 5 % основного максимума при количестве атомов в узловом

Интенсивность, у. е.



Угол, рад

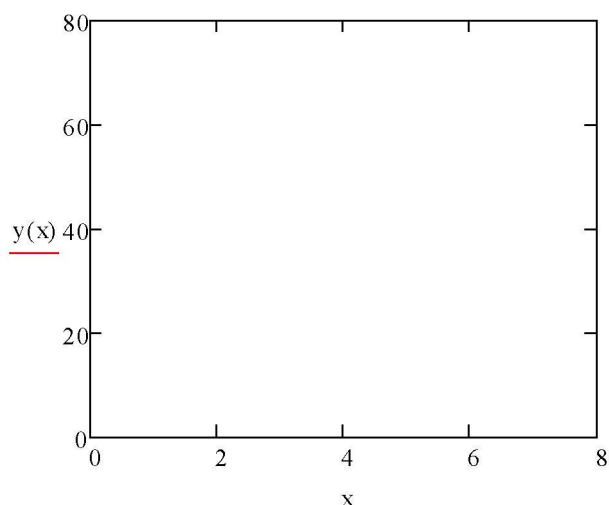
Рисунок 8 – Зависимость интенсивности дифракционных отражений от угла и числа атомов в узловом ряду:

- для трех атомов;
- для восьми атомов;
- для пятнадцати атомов.

ряду более 10. Интенсивность побочных максимумов резко уменьшается по мере приближения разности фаз к величине $\pm \pi n$ и это уменьшение тем интенсивнее, чем больше атомов в узловом ряду. Таким образом, побочные дифракционные

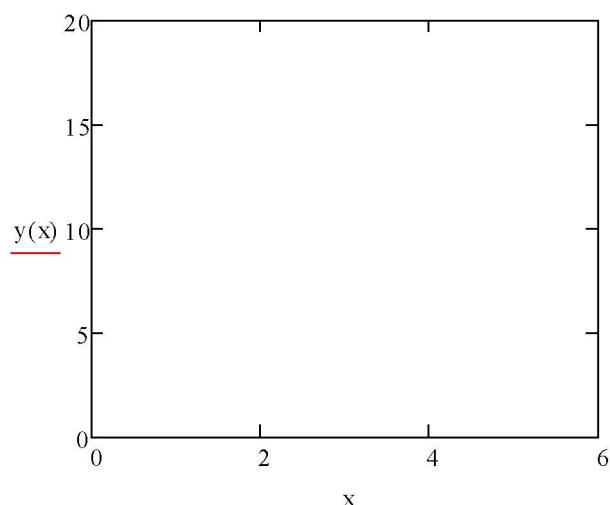
Интенсивность, у. е.

Интенсивность, у. е.



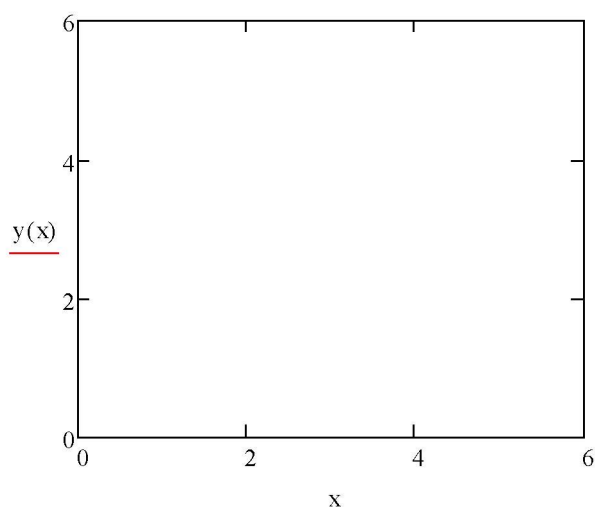
$N=40$

Интенсивность, у. е.

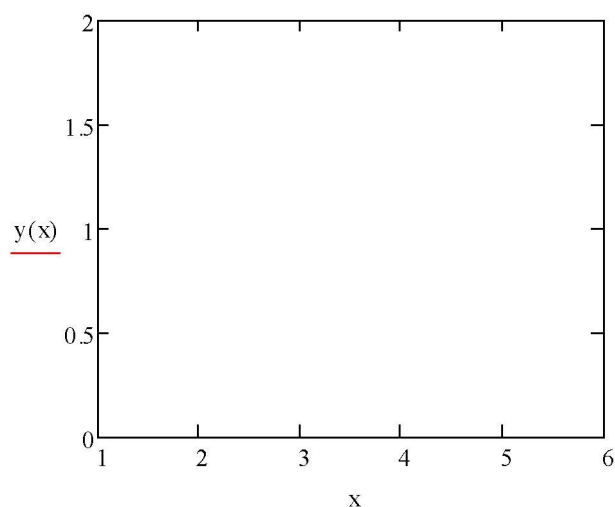


$N=20$

Интенсивность, у. е.



$N=10$



$N=5$

Рисунок 9 – Зависимость интенсивности побочных дифракционных отражений для узловых рядов с 40, 20, 10 и 5 атомами максимумы (блуждающие) к основному являются еще одним фактором, приводящим к уширению главного дифракционного максимума.

Подставив в интерференционную функцию Лауэ (18) значение

$A_i = \chi [a \cdot (s - s_0)]$, получим

$$I = \left(\Phi / R \right)^2 \frac{\sin^2(N_i \chi [a \cdot (s - s_0)] / 2)}{\sin^2(\chi [a \cdot (s - s_0)] / 2)}. \quad (21)$$

Учитывая, что выражение (21) является периодической функцией с периодом π , максимум данной функции будет при условии

$$\chi a \cdot (s - s_0) = 2\pi n \quad (22)$$

где n – принимает целочисленные значения, включая 0.

Проведя преобразования подобные (3), получим выражение

$$a \cdot (k - k_0) = 2\pi n \quad (23)$$

где k_0, k – волновые векторы падающего и рассеянного лучей, соответственно.

Волновые векторы падающего и рассеянного лучей равны по модулю, т.к. поглощение излучения в веществе по данной модели не учитываются. Разница данных волновых векторов равна вектору соединяющий нулевой узел с узлом обратной решетки, т.е.

$$(k - k_0) = 2\pi n a^1 = 2\pi H \quad (24)$$

где H – узел обратной решетки.

Узлы обратной решетки для узлового ряда представляют собой систему бесконечных плоскостей, расположенных на одинаковых расстояниях, определяемых обратными значениями периода трансляции в узловом ряду.

Для дифракцию на объемной кристаллической структуре необходимо осуществить параллельный перенос узловой сетки на период трансляции c и рассмотреть вклад всех атомов, находящихся в облучаемой области кристалла, в формирование интерференционной картины.

После преобразований, получим

$$I = \left(\Phi / R \right)^2 \prod_{u=i,j,k} \frac{\sin^2(N_u A_u / 2)}{\sin^2(A_u / 2)} \quad (25)$$

Выражение (25) является интерференционную функцию Лауэ для трехмерной решетки. Преобразуем уравнение (32) для объемной решетки.

$$(k - k_0) = n \frac{2\pi}{a} + m \frac{2\pi}{b} + p \frac{2\pi}{c} = 2\pi H_u \quad (26)$$

Для того чтобы выразить интерференционную функцию Лауэ через обратное пространство представим выражение $A_u = \chi a_u \cdot (s - s_0)$ через векторы обратной решетки. После проведения замены, перемножения и с учетом условий Кронекера, получим аналогичный результат с (26)

$$A_u = 2\pi H_u$$

(27)

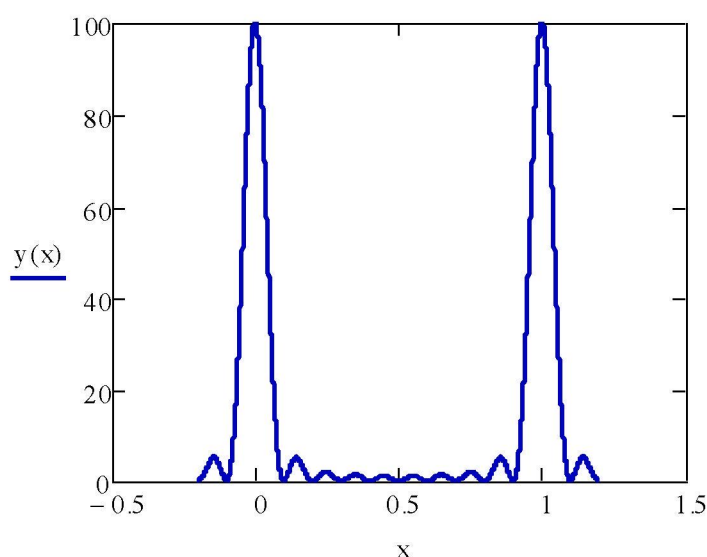
После подстановки данного соотношения в выражение (35), получим интерференционное уравнение Лауэ в обратном пространстве

$$I = \left(\Phi/R\right)^2 \prod_{u=i,j,k} \frac{\sin^2(\pi H_u N_u)}{\sin^2(\pi H_u)} \quad (28)$$

Данная функция имеет максимальную величину при значениях H_u равных целым числам. График зависимости (38) для одномерного случая представлен на рисунке. 10.

Зависимость интенсивности дифракционных отражений подобна прямой решетки. Отличие состоит в том, что максимумы интенсивности наблюдаются не при значениях 2π а при значениях $H=n$, где n – целые числа. Основные особенности присущие интерференционной функции прямой решетки присущи и обратной. Ширина интерференционного максимума, как видно из рисунка 10 определяется соотношением $\frac{2}{N_u}$ и характеризует относительные размеры узла обратной решетки в данном направлении. Относительный объем узла обратной решетки определится как $V_{\text{отн}}^* = \frac{2}{N_i} \frac{2}{N_j} \frac{2}{N_k} = \frac{8}{N_i N_j N_k}$

Интенсивность, у.е.



Числовые значения

Рисунок 10 – Зависимость интенсивности дифракционных отражений для обратного узлового ряда

Для определения абсолютного объема обратной решетки необходимо умножить данное соотношение на объем элементарной ячейки обратной решетки. После преобразований получим

$$V^* = \frac{8 v^*}{N_i N_j N_k} = \frac{8 v^* v}{L_i L_j L_k} = \frac{8}{V_0} \quad (29)$$

где N_i, N_j, N_k – количество атомов по главным кристаллографическим направлениям;

v^*, v – объем элементарной ячейки для обратной и прямой решетки;

L_i, L_j, L_k – размеры параллелепипеда, участвующего в дифракции;

V^* и V_0 – объем узла обратной решетки и объем кристалла, участвующий в интерференции.

Из соотношения (29) следует, что объем узла обратной решетки, при котором наблюдается усиление интенсивности дифракционных отражений, увеличивается с уменьшением размера облучаемого кристалла. И наоборот, при больших размерах кристалла узлы обратной решетки имеют очень малые размеры и дифракция наблюдается в узком угловом интервале (ширина дифракционных отражений минимальна).

1.4 Построения Эвальда

Аналитические выражения уравнений дифракции можно представить в графическом виде, из которого определяются условия конструктивной интерференции. Но такие построения являются не только простой геометрической интерпретацией условий дифракции, но такие построения показывают эквивалентность закона Лауэ и закона Вульфа-Бреггов. Такая геометрически интерпретация называется построением Эвальда.

Для того чтобы воспользоваться таким построением необходимо рассчитать длины векторов обратной решетки и углы между ними и построить узловую сетку обратную решетку в определенном масштабе, например, содержащие векторы

$\mathbf{a}^1$ и $\mathbf{b}^1$ (рисунок. 11).

Примем любой узел обратной решетки за начальный и обозначим его как нулевой (0). Пусть на узел 0 обратной решетки падает луч с направлением $\mathbf{s}_0$, характеризующийся волновым вектором $\mathbf{k}_0$. Отложим в принятом масштабе данный волновой вектор. Точку A примем за начала вектора $\mathbf{k}_0$. Опишем сфера радиусом $2\pi/\lambda$ с центром в точке A , эта сфера называется сферой отражения или сферой Эвальда. Нулевой узел всегда находится на сфере. Отраженный луч характеризуется направлением $\mathbf{s}$ и определяется волновым вектором $\mathbf{k}$. Волновые векторы $\mathbf{k}_0$ и $\mathbf{k}$ равны по модулю и оба заканчиваются на сфере отражения, т.к. поглощение в веществе не учитывается. Если сфера отражения пересекает какой-либо узел, например P то будет наблюдаться дифракционный максимум. Из представленных геометрических построений следует, что треугольник AOP является равнобедренным и для обеспечения условий интерференции необходимо, чтобы выполнялось условие $(\mathbf{k} - \mathbf{k}_0) = 2\pi \mathbf{H}$.

Используя данное построение покажем, что из него следует и уравнение Вульфа-Бреггов. Вектор обратной решетки перпендикулярен к отражающей плоскости с индексами Миллера (hkl) (след этой плоскости изображен пунктирной линией). Обозначим углы между этой плоскостью и волновыми векторами

k_0 и k через θ , из закона Вульфа-Бреггов эти углы равны, тогда $\frac{2\pi H}{2} = \frac{2\pi}{\lambda} \sin \theta$.

После упрощения получим $\frac{2 \sin \theta}{\lambda} = |H|$. Индексы узлов обратной решетки H_i, H_j, H_k равны соответствующим индексам интерференции H, K и L и они связаны с индексами Миллера для отражающей плоскости соотношениями $H = nh, K = nk$ и $L = nl$. С другой стороны компонента вектора обратной решетки не имею

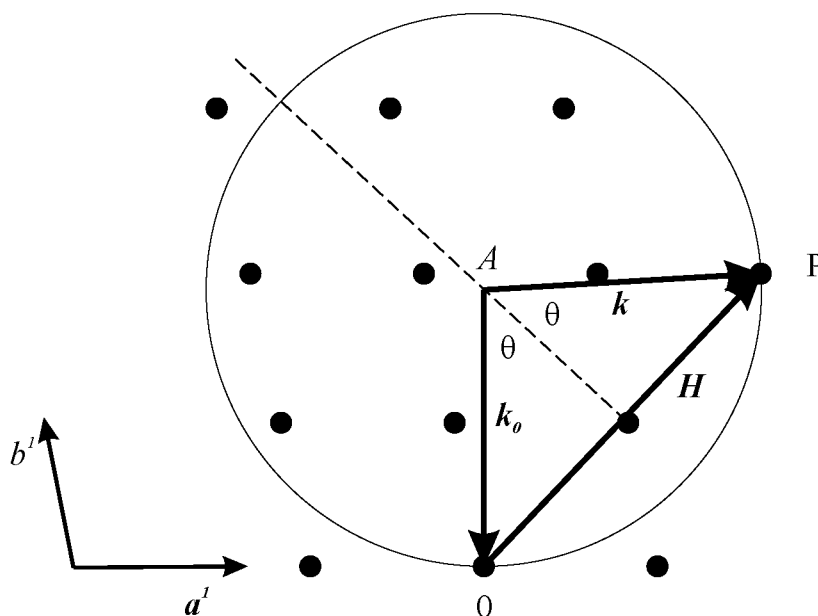


Рисунок 11 – Построение Эвальда для графической интерпретации условий интерференции

общего множителя $|H^I| = \frac{|H|}{n}$, является индексами плоскости Миллера (hkl) . Исходя из этого $|H^I| = \frac{1}{d_{hkl}}$, где d_{hkl} – межплоскостное расстояние для плоскостей с индексами Миллера (hkl) . Тогда

$$2\pi n|H^I| = 2\frac{2\pi}{\lambda} \sin \theta \quad \text{или} \quad 2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda,$$

В результате получено уравнение Вульфа-Бреггов, что и требовалось доказать.

1.5 Методы, используемые в рентгеноструктурном анализе

Практическая реализация рентгеновской дифракции, обеспечивается с помощью различных методов, специфика которых определяется особенностями

структуры исследуемого образца, а также задачами и целями исследования. В настоящее время существуют три таких основных метода.

1. Метод Лауэ. Исследуемый образец является монокристаллом или образцом с крупнокристаллической структурой, на который падают и рассеиваются рентгеновские лучи, Монокристалл имеет фиксированную ориентацию по отношению к падающему излучению, и дифракционная картина формируется за счет использования непрерывного (тормозной спектр), содержащего все длины волн в диапазоне от λ_0 до λ_1 .

Нижняя граница рентгеновского излучения λ_0 определяется длиной волны, которая носит название коротковолновой границей спектра или граничной (минимальной) длиной волны и λ_0 определяется величиной ускоряющего напряжения на рентгеновской трубке. Верхняя граница рентгеновского излучения λ_1 определяется максимальной длиной волны, которая в условиях съемки еще не полностью поглощается образцом и окружающей средой. Обычно эта граница составляет несколько десятков ангстрем.

Дифракционная картина представляет семейство зональных кривых: окружностей, эллипсов, парабол и гипербол, с расположенными на этих зональных кривых дифракционных максимумов.

Метод Лауэ используется для решения трех основных задач:

- Для определения качества кристаллов.
- Для определения ориентации кристаллов.
- Для определения симметрии кристаллов

Метод порошков (Дебая-Шеррера). В этом методе используется монохроматическое рентгеновское излучение, но переменный угол падения, изменение которого обеспечивается не вращением исследуемого образца, а изменением ориентации кристалликов в порошковых и поликристаллических материалах,

С учетом огромного количества случайным образом ориентированных кристаллов в порошковых и поликристаллических материалах, узлы обратной решетки в обратном пространстве располагаются практически непрерывно на концентрических сферах.

					ПГУ.ВКР.22.03.01.16МТ101. ПЗ	Лист
						33
Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата		

Регистрация дифракционной картины осуществляется, как на плоскость, так и на цилиндрическую поверхность. Пересечение дифракционной картины с плоскостью перпендикулярной первичному пучку дает концентрические окружности с центром в области падения первичного пучка, а пересечения дифракционных конусов на фотопленке, расположенной по цилиндру, ось которого перпендикулярна падающему пучку, регистрируется как кривые четвертого порядка.

Основные применения метода порошков следующие:

- качественный и количественный фазовый анализ, исследование фазовых переходов и химических реакций (рентгенофазовый анализ);
- определение средних размеров кристаллов, зерен в образце или распределения их по размерам;
- изучение внутренних напряжений по профилю и сдвигу линий;
- изучение текстур – характера преимущественной ориентации и мн. другое;

Метод вращения. В этом методе используется монохроматическое рентгеновское излучение, но переменный угол падения, изменение которого осуществляется за счет вращения исследуемого монокристалла вокруг фиксированной оси.

Расчет рентгенограмм вращения позволяет определять систему трансляций Бравэ, размеры элементарной ячейки, а после индицирования рентгенограммми пространственную группу кристалла.

Выводы по главе 1

Кратко описана история открытия рентгеновских лучей и исследования ученых Мюнхенского университета по выявлению рентгеновской дифракции на твердых кристаллических телах.

Рассмотрены теоретические основы дифракции рентгеновских лучей с использованием аналитической и графической интерпретации.

					<i>ПГУ.ВКР.22.03.01.16МТ101. ПЗ</i>	Лист
Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата		34

Методическая часть

Объект исследования – сварное соединение на основе меди и алюминия, полученное методом сварки взрывом.

Цель исследования – изучение структуры сварного соединения на основе меди и алюминия рентгеноструктурным методом.

Учитывая структурные особенности сварного соединения, для его исследования был использован метод порошков. Метод порошков наиболее часто используется для исследования структурных особенностей различных материалов и позволяет исследовать следующие структурные особенности материалов:

- Исследовать фазовый состав вещества (выполнять качественный количественный анализы).
- Определять состояния твердого тела (кристаллическое, аморфное, аморфное с кристаллическими включениями);
- Определять параметры элементарной ячейки неизвестного вещества;
- Производить структурный анализ несложных структур – определять координаты атомов в элементарной ячейке;
- Исследовать фазовые переходы;

Теоретической основой при исследовании материалов методом порошков (при решении многих задач) является уравнение дифракции рентгеновских лучей при их прохождении через твердое кристаллическое тело, выведенное независимо друг от друга английскими физиками отцом и сыном Бреггами и профессором Московского университета Ю.В. Вульфом. Допущения, при которых осуществлялся вывод уравнения:

- кристаллическая структура твердого тела представляется в виде семейства параллельных плоскостей;
- рентгеновские лучи зеркально «отражаются» от атомных плоскостей;
- преломление лучей отсутствуют;
- поглощением рентгеновских лучей пренебрегаем, т.е. амплитуда (интенсивность) падающего и отраженного лучей одинакова.

При отражении рентгеновских лучей от одной плоскости падающий и отраженный луч находятся в одной фазе.

Для случая «отражения» от двух соседних плоскостей (рисунок1) разность хода лучей A_1 и A_2 равна $BA_2 + A_2C = D$. Таким образом, $D = 2d \sin \theta$.

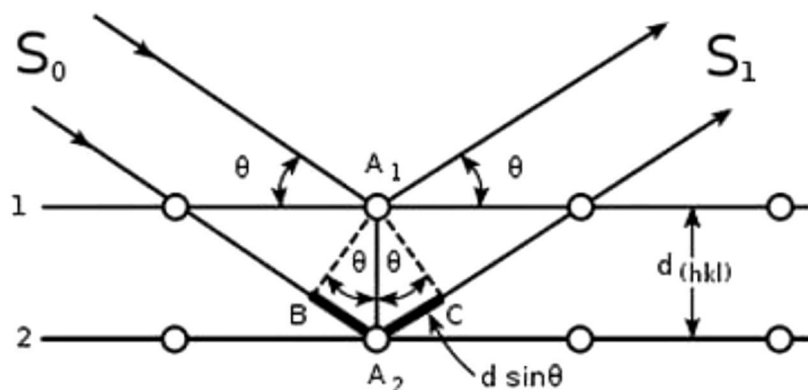


Рисунок 1 – К выводу уравнения Вульфа-Бреггов

Лучи, отраженные от двух соседних плоскостей имеют разность фаз

$$\Delta\varphi = (\varphi_2 - \varphi_1) = \frac{2\pi}{\lambda} (BA_2 + A_2C) = \frac{2\pi}{\lambda} D \quad (1)$$

$$\text{Или } D = \left(\frac{\varphi_2 - \varphi_1}{2\pi} \right) \lambda \quad (2)$$

где λ – длина волны.

Условия усиления колебаний будет в том случае, когда разность фаз равна четному числу π .

$$\Delta = 2\pi n \quad \text{или} \quad 2\pi n = \frac{2\pi}{\lambda} D \quad \text{или} \quad D = n\lambda$$

В конечном виде уравнение дифракции рентгеновских лучей (уравнение Вульфа-Бреггов) имеет вид

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (3)$$

где d – межплоскостное расстояние;

θ – угол дифракции; n – порядок отражения.

Межплоскостное расстояние d определяется формулой (3). Данная формула (3) оказалась очень точной хотя и выведена с заведомо неверных допущений.

Определение фазового состава поликристаллических веществ по их межплоскостным расстояниям является одной из наиболее распространенных и сравнительно легко решаемых задач рентгеноструктурного анализа.

Каждое кристаллическое вещество обладает своей кристаллической решеткой. Семейства атомных плоскостей, образующих эту решетку, обладают своим, характерным только для данной решетки набором значений межплоскостных расстояний d_{hkl} .

Знание межплоскостных расстояний исследуемого объекта позволяет, таким образом, охарактеризовать его кристаллическую решетку и установить во многих случаях вещество или фазу. Данные о межплоскостных расстояниях для различных фаз можно найти в специальных таблицах, справочной литературе и в журнальных статьях. Для некоторых металлов и полупроводников и их соединений значения межплоскостных расстояний приведены в [8]. Наиболее полная информация о межплоскостных расстояниях исследованных и опубликованных веществ приведена в американском каталоге рентгенографических порошковых стандартов *JCPDS PDF2* [9]. Данный каталог представляет специальную компьютерную программу и имеет простой интерфейс, позволяющий производить поиск и сличение известных рентгенограмм с исследуемыми образцами. Информация о известных рентгенограммах может быть представлена в различных видах: через угол 2θ , межплоскостные расстояния или специальные функции.

Данные о межплоскостных расстояниях расположены в таблицах в порядке убывания значений $\frac{d_{hkl}}{n}$, где n — целые числа, (1, 2, 3...), или так называемый порядок отражения.

Значения $\frac{d_{hkl}}{n}$ можно рассматривать как межплоскостные расстояния d_{HKL} для фиктивных плоскостей с индексами (HKL), где HKL — индексы интерференции, равные произведению соответствующих индексов плоскости (hkl) на порядок отражения $H = nh, K = nk, L = nl$.

Из формулы Вульфа—Брэгга следует, что

$$\frac{d}{n} = d_{HKL} = \frac{\lambda}{2d \sin \Theta} \quad (4)$$

					ПГУ.ВКР.22.03.01.16МТ101. ПЗ	Лист
Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата		37

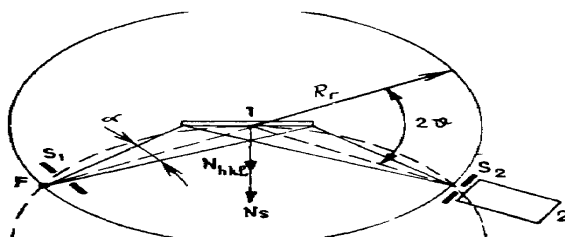
Поскольку λ (длины волн характеристического излучения, в котором получена рентгенограмма) известны, то задача определения межплоскостных расстояний $\frac{d}{n}$ сводится к нахождению углов θ для всех линий рентгенограммы.

Преимуществом метода порошка является следующее:

- Препарат не разрушается при анализе;
- Для анализа требуется небольшое количество вещества;
- Отсутствует необходимость выращивания и ориентировки монокристаллов соединения;
- Относительная простота необходимых расчетных операций (нахождение значений $d(hkl)$ и оценка интенсивности отражений $I(hkl)$);
- Возможность различать модификации и изомеры одного и того же химического соединения.

Для исследования материалов методом порошков в настоящее время используются дифрактометры с фокусировкой по Брэггу-Брентану (рисунок. 2) из-за простоты конструкции и возможности вращения образца в собственной плоскости. Схема съемки по Брэггу-Брентано позволяющего точно (до $0,005^\circ$ и лучше) определять углы поворота образца и счетчика, расположенного также на этом устройстве. Ось круга гониометра расположена на поверхности образца, а счетчик может перемещаться по этому кругу, имеющему радиус R_r . Рентгеновская трубка устанавливается так, чтобы вертикальная линия ее фокуса пересекала круг гониометра в точке F перпендикулярно его горизонтальной плоскости. Угол расходимости первичного пучка α в плоскости круга – гониометра (горизонтальная расходимость) определяется сменной щелью S_1 . Вертикальная расходимость (в плоскости, перпендикулярной к кругу гониометра) ограничивается щелями Соллера – набором тонких металлических пластинок, расположенных на малых расстояниях h параллельно друг другу.

Изм.	Лист	№ докум.



6MT101. ПЗ	Лист
	38

Рисунок 2 – Схема фокусировки по методу Брегга-Брентано

Отечественной промышленностью рентгеновские дифрактометры выпускаются Ленинградским научно-производственным объединением "Буревестник". В линейке приборов, выпускаемых данным предприятием, имеется несколько модификаций таких приборов. Последними разработками рентгеновских дифрактометров являются приборы типов ДРОН-7 и ДРОН-8. Дифрактометр ДРОН-7 с горизонтальным гониометром, а ДРОН-8 – с вертикальным.

Для исследований сварных соединений на основе меди и алюминия нами использовался дифрактометр ДРОН-8 – с вертикальным гониометром.

					<i>ПГУ.ВКР.22.03.01.16МТ101. ПЗ</i>	Лист
						39
Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата		



Рисунок 3 – Рентгеновский дифрактометр ДРОН-8

Многофункциональный рентгеновский дифрактометр ДРОН-8 с вертикальным тета – тета гониометром и горизонтальным положением образца позволяет проводить рентгенодифракционный анализ фазового состава, структурного состояния и ориентации широкого круга объектов различной формы и размера.

Аппарат ДРОН-8 имеет более высокие технические и эксплуатационные характеристики по сравнению с выпускающейся сейчас моделью ДРОН-7. Гониометр имеет переменный радиус (180-250 мм), воспроизводимость углового положения не превышает 0.001 град., предусмотрена автоматическая юстировка плоскости образца; реализовано шесть алгоритмов независимых и синхронных перемещений трубки и детектора, что покрывает все известные методы рентге-

					ПГУ.ВКР.22.03.01.16МТ101. ПЗ	Лист
						40
Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата		

нодифракционного анализа. В число опций, которые возможны для аппарата ДРОН-7, добавлен четырехосный держатель больших образцов (χ – сканирование, z -перемещение, ϕ – поворот), что позволит исследовать крупногабаритные объекты различной формы (пластины, монокристаллы и другие нестандартные образцы) как для анализа их фазового состава и структурного состояния, так и для контроля ориентировки их поверхности по отношению к кристаллографическим осям.

Выводы по 2 главе

Учитывая, что исследуемые образцы являются поликристаллами, для их исследования был использован метод порошков. Для рентгенофазового анализа был использован рентгеновский дифрактометр ДРОН-8 отечественного производства.

					ПГУ.ВКР.22.03.01.16МТ101. ПЗ	Лист
Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата		41

Экспериментальная часть

Исследование фазового состава сварного соединения на основе меди и алюминия производилось на рентгеновском дифрактометре ДРОН-8. Для съемки использовалась трубка с медным анодом. Максимальное уменьшение области изучаемого образца размеры обеспечивалось за счет вертикальных щелей как перед счетчиком и так и после рентгеновской трубки, которые выбирались минимальными и составляли 1 мм. Для исключения из К серии медного характеристического излучения β линии использовали селективный фильтр на основе никелевой фольги. Уменьшение ошибки в определении положения дифракционных максимумов достигалось за счет регистрации дифракционной картины по точкам. Шаг сканирования составлял 0,1 град (6 мин), а время экспозиции в каждой точке составляло 10 с. Результаты дифракционных исследований представляют массивы интенсивности рентгеновского излучения в зависимости от угла дифракции (2θ). Такая съемка позволяет получать дифрактограммы в цифровом виде, что обеспечивает их обработку с помощью компьютерных программ, например за счет применения стандартной программы *Excel*.

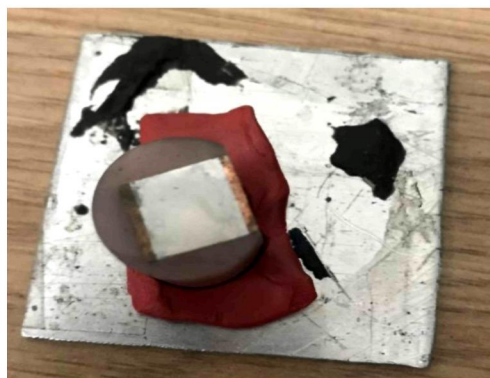


Рисунок 1 – Внешний вид шлифа *Cu-Al*

Для исследования использовались образцы сварных соединений, в виде шлифов, с зоной сварки перпендикулярной поверхности шлифа (рисунок 1). Для снятия внутренних напряжений образцы подвергались отжигу при температуре 450 °С в течение 6 ч.

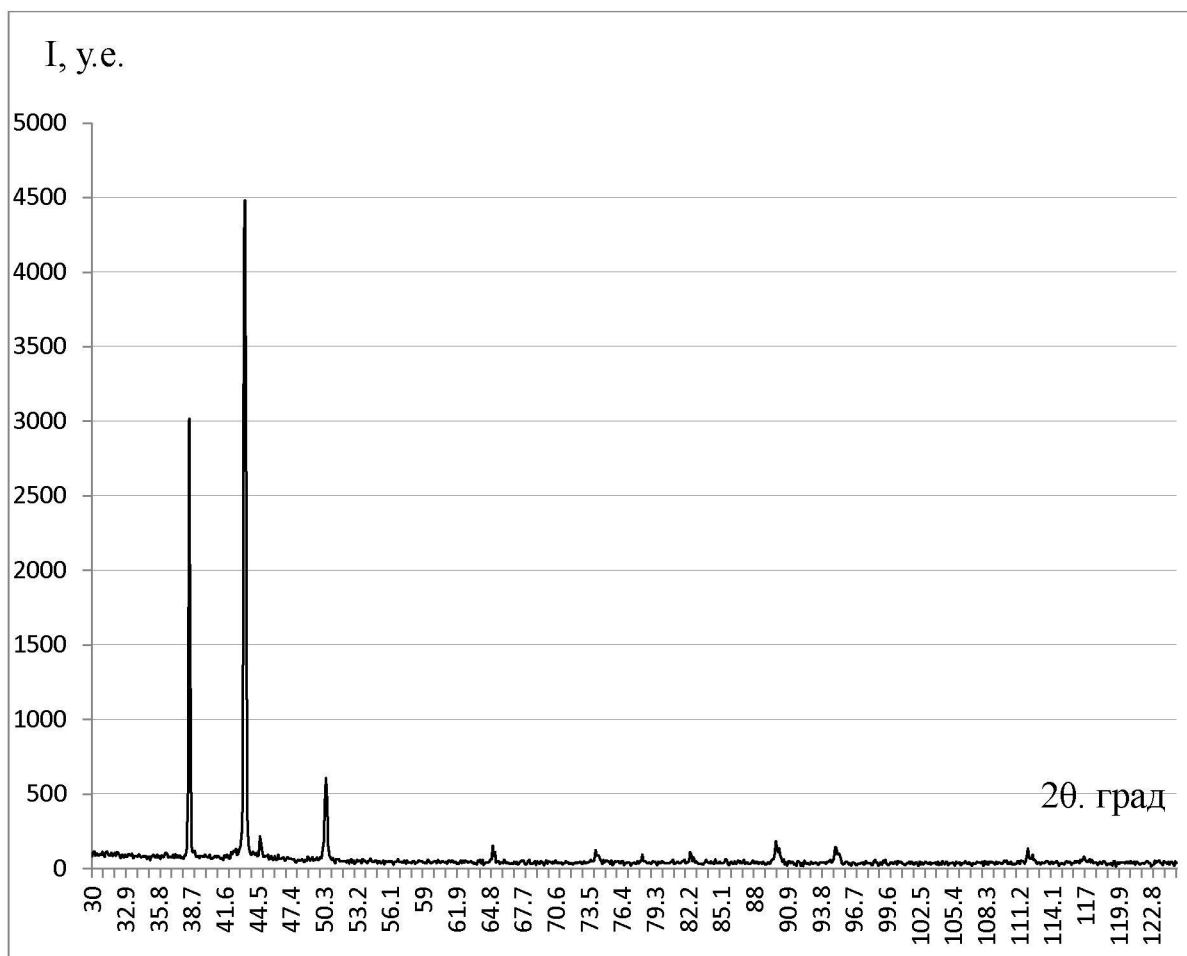


Рисунок 2 – Общий вид дифракционной картины сварного узла *Cu-Al*

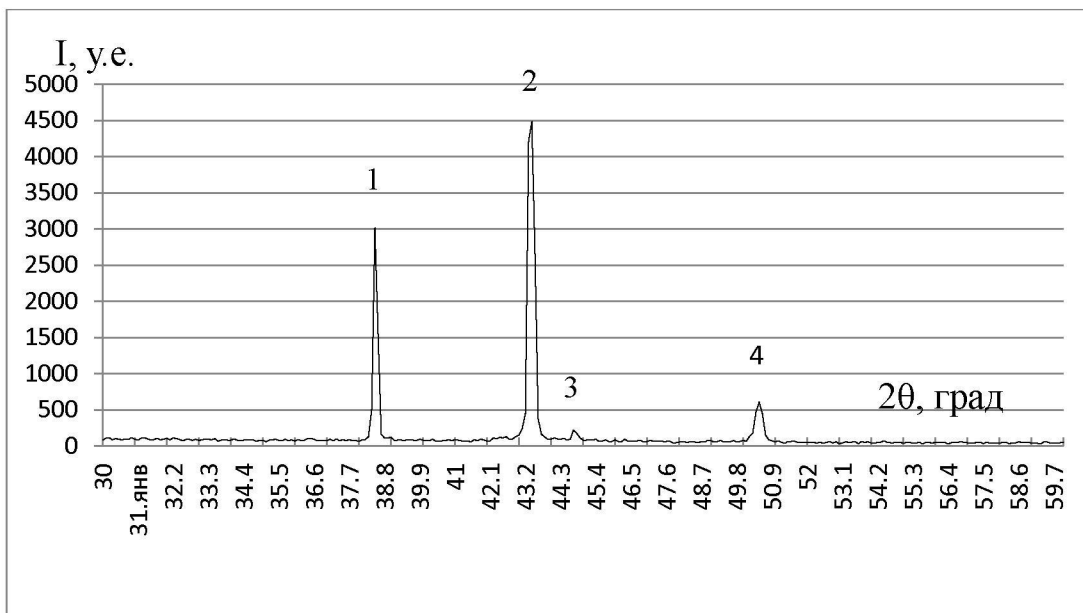
Характер дифракционной картины практически не изменяется в зависимости от положения сварного узла по отношению рентгеновского луча – горизонтального или вертикального (рисунок.2).

Порядок проведения исследований приведен в методическом указании [10]

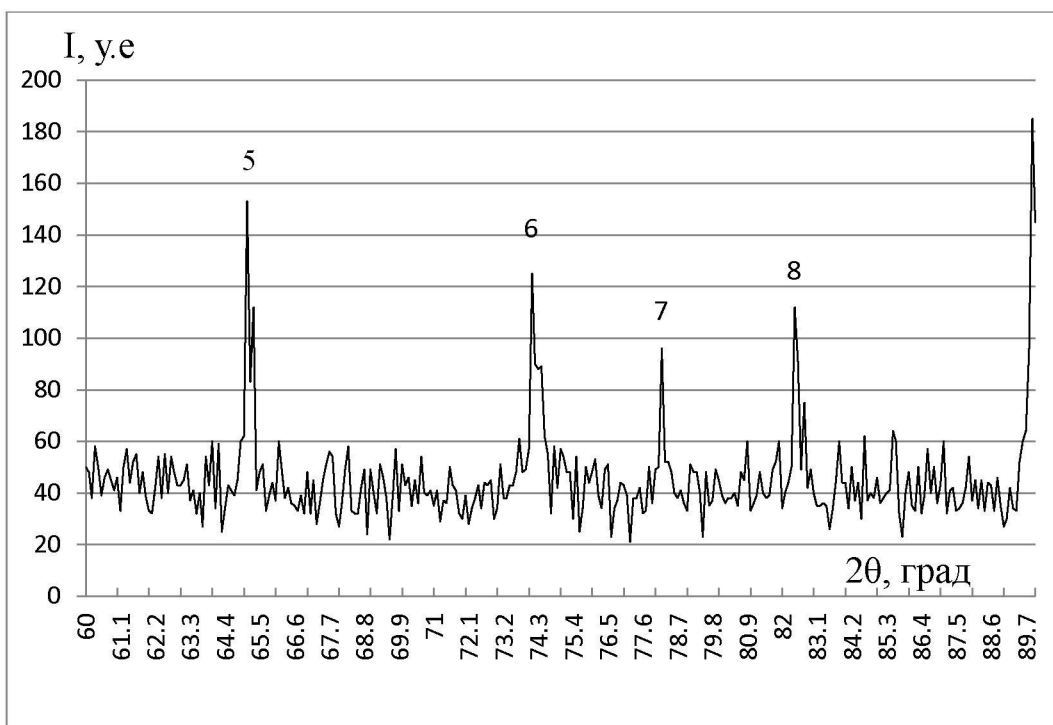
Расшифровка представленных дифрактограмм проведена в соответствии с приложением к данной работе.

Обработка экспериментальных данных и их анализ

Для расшифровки результатов дифракционных исследований общая дифрактограмма (рисунок 2) разбивается на несколько блоков с небольшим угловым интервалом, позволяющих представлять результаты исследований в увеличенном масштабе.



а)



б)

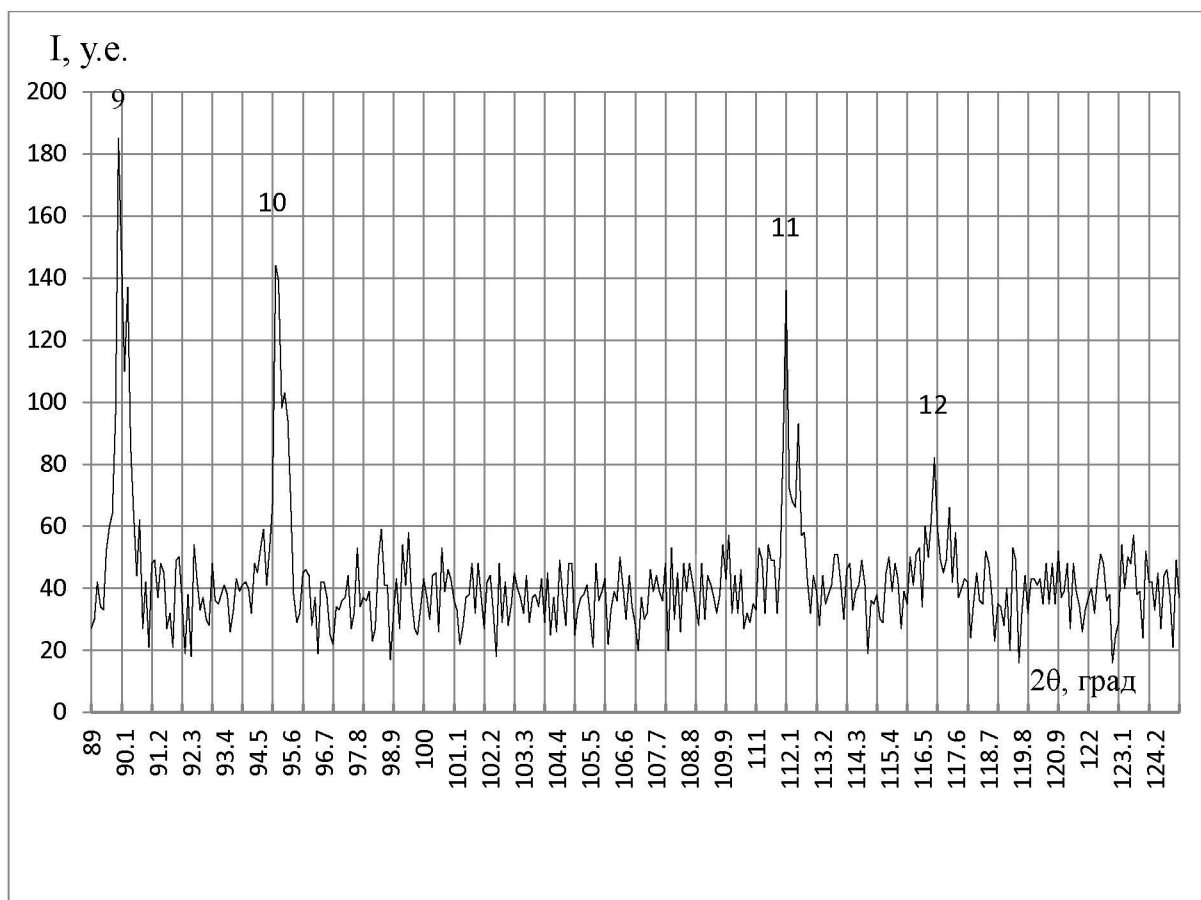
продолжение рисунка

Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата

ПГУ.ВКР.22.03.01.16МТ101. ПЗ

Лист

44



в)

Рисунок 3 – Фрагменты дифрактограммы, представленной на рисунке 1

Определение фазового состава сварного соединения осуществлялось по методике, описанной в работе [6]. Исходной информацией, которая определяется по дифрактограмме, является положение дифракционного максимума (2θ) и его интенсивности в условных единицах (%). Положение дифракционных максимумов определялось методом середины отрезков а интенсивной рассчитывалась относительно интенсивности самого мощного дифракционного пика в процентах. При качественном фазовом анализе интенсивность дифракционного пика можно оценивать по его высоте.

Основной расчетной формулой является уравнение Вульфа – Бреггов.

Результаты замеров и проведенных расчетов необходимо внести в табл. 1

Табл. 1

Расчетная таблица

№ n/n	$\frac{I}{I_0}, \%$	$2\theta,$ град	$\Theta,$ град	$\sin \theta$	$d_{HKL},$ $\text{\AA}$ рас- чет	Табличные значения			
						Алюминий		Медь	
						d_{HKL}	HKL	d_{HKL}	HKL
1	70	38,5	19,25	0,33	2,336	2,338	111		
2	100	43,36	21,68	0,37	2,083			2,088	111
3	5	44,7	22,35	0,380	2,024	2,027	200		
4	15	50,5	25,25	0,427	1,805			1,805	200
5	4	65,1	32,55	0,538	1,432	1,431	220		
6	3	74,1	37,05	0,6025	1,278			1,278	220
7	3	78,2	39,1	0,631	1,221	1,221	311		
8	4	82,42	41,21	0,6589	1,169	1,169	222		
9	7	89,9	44,95	0,7065	1,090			1,090	311
10	5	95,15	47,57	0,7381	1,0435			1,0436	222
11	3	112,0	56	0,829	0,9291	0,9289	331		
12	2	116,9	58,45	0,8522	0,9038			0,9038	400

Выполнение исследования показали, что зафиксированный в данных экспериментах фазовый состав сварного соединения состоит из двух фаз меди и алюминия со структурами ГЦК. Параметры решёток, рассчитанные по дифракционным максимумам при больших углах дифракции составляют 3,6152 и 4,049 ангстрем, соответственно для меди и алюминия. Значение полученных параметров совпадают со значениями параметров решетки чистых металлов на основе меди и алюминия с точность до третьего знака после запятой.

Заключение по ВКР

Кратко описана история открытия рентгеновских лучей и исследования ученых Мюнхенского университета по выявлению рентгеновской дифракции на твердых кристаллических телах.

Рассмотрены теоретические основы дифракции рентгеновских лучей с использованием аналитической и графической интерпретации.

Учитывая, что исследуемые образцы являются поликристаллами, для их исследования был использован метод порошков. Для рентгенофазового анализа использован рентгеновский дифрактометр ДРОН-8 отечественного производства.

Выполнение исследования показали, что зафиксированный в данных экспериментах фазовый состав сварного соединения состоит из двух фаз меди и алюминия со структурой ГЦК. Параметры решёток, незначительно отличается от параметров решетки чистых металлов на основе меди и алюминия.

					<i>ПГУ.ВКР.22.03.01.16МТ101. ПЗ</i>	Лист
						47
Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата		

Список использованных источников:

1. Ренткен В.К. О новом роде лучей. М.– Л.: ГТТИ, – 1933.
2. Илюшин А.С. Кафедра физики твердого тела Московского университета (Очерк истории). М.: Физический факультет МГУ, – 2002
3. Иоффе А.Ф. о Физики и физиках. Л.: Наука, – 1985.
4. Горелик С.С., Расторгуев Л.Н., Скаков Ю.А. Рентгенографический и электроннооптический анализ. Изд–во 3-е, доп. И переработ. – М., МИСИС, 1994, – 328 с.
5. Миркин Л.И. Рентгеноструктурный анализ. Индицирование рентгенограмм. Справочное руководство. – М., Наука, 1981, – 496 с.
6. Ашкрофт Н. Мермин Н. Физика твердого тела. Изд–во «Мир»., М. 1979
7. Русаков А.А. Рентгенография металлов. – М., Атомиздат, 1977, – 480 с.
8. Уманский Я.С. Рентгенография металлов и полупроводников. – М., Металлургия, 1969, 496 с.
9. Каталог рентгенографических порошковых стандартов JCPDS PDF2
10. Недорезов В.Г. Учебное пособие Установление вещества по данным о межплоскостных расстояниях. Изд. ПГУ Пенза, 2018

Примечание

Расшифровка рентгенограмм с помощью каталога рентгенографических порошковых стандартов *JCPDS PDF2*

Разработанный американскими специалистами каталог рентгенографических порошковых стандартов *JCPDS PDF2* является программным продуктом, имеющим простой и гибкий интерфейс. Пользователи данной программой имеют возможности выбирать собственный путь поиска для определения фазы (вещества). Рассмотрим порядок определения фазы (вещества) с помощью данного каталога.

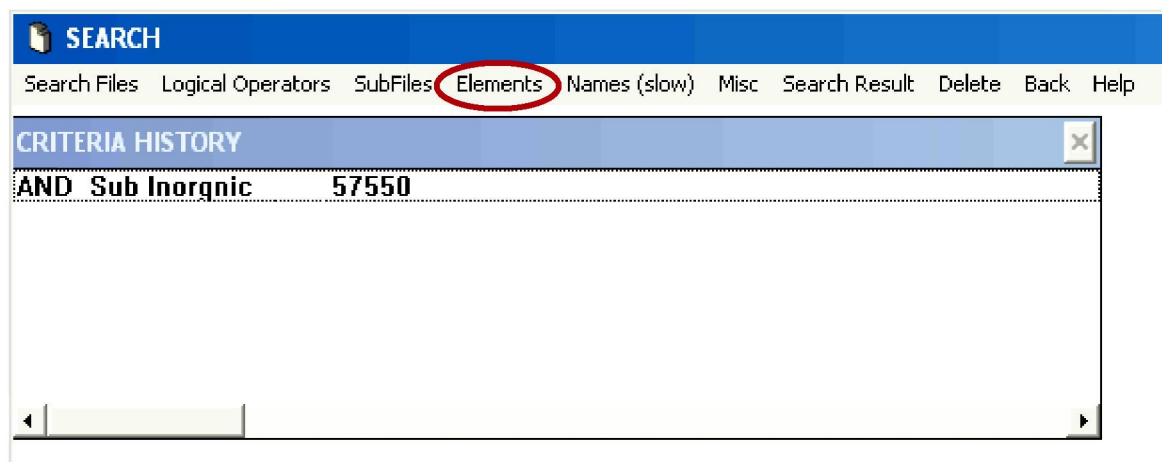
1. Способ При известном химическом составе исследуемого образца

1.1 Для того чтобы воспользоваться данным каталогом необходимо установить данную программу на компьютер и вынести ярлык данной программы на рабочий стол.

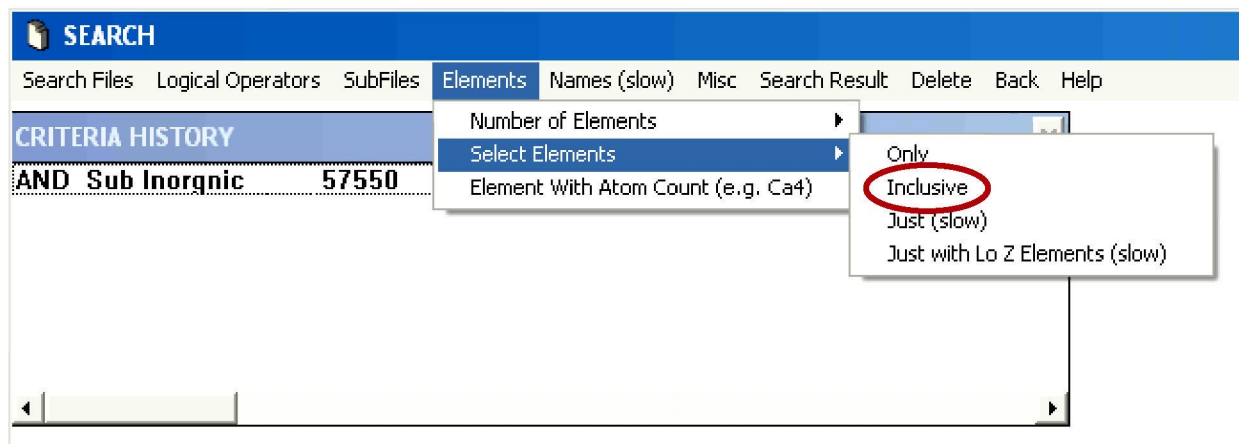
1.2 Войти в данную программу и на экране появится окно следующего вида.



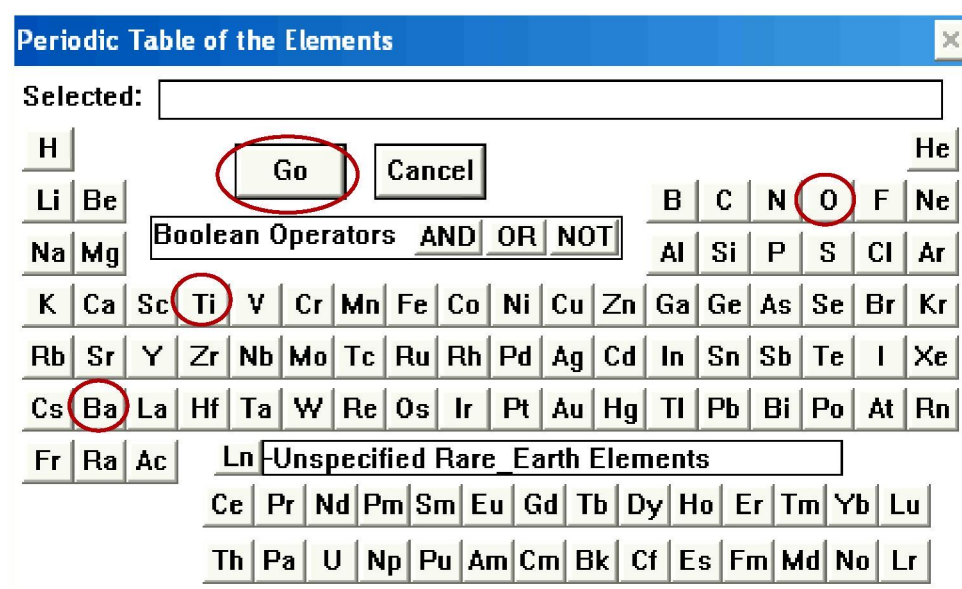
1.3 Нажать в данном окне на «*Search*». После этого появится окно.



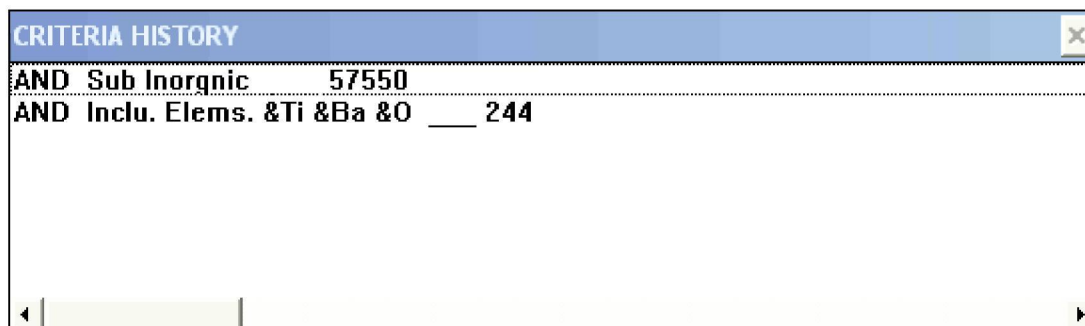
1.4 Нажать в данном окне на «*Elements*». После этого появится окно.



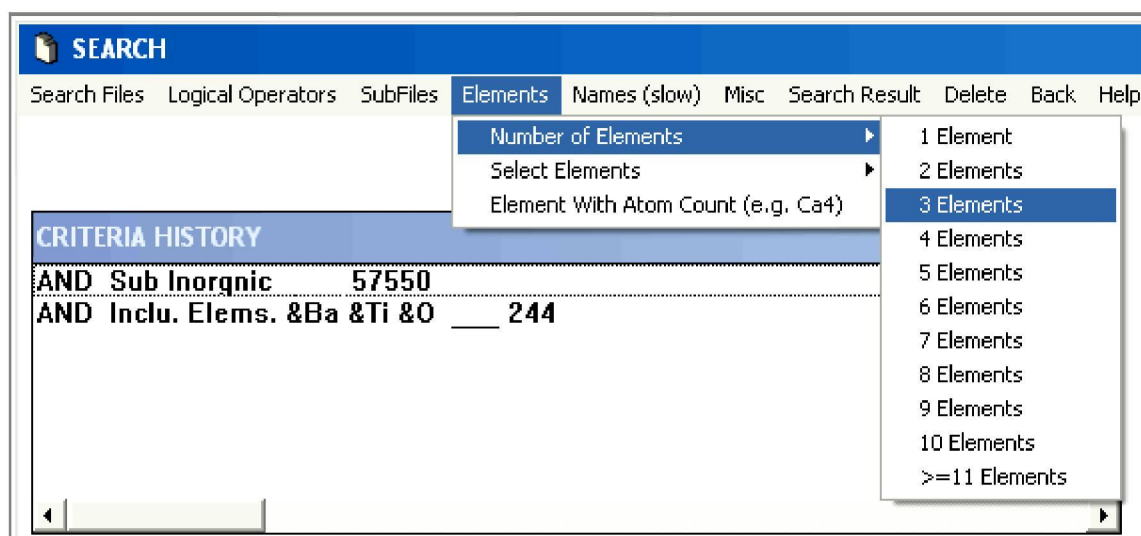
1.5 Под позицией «Elements» появится список предложений. Нажать на «Select Elements», появится список справа от данной операции. После этого в правом списке нажать «Inclusive» и появится периодическая система элементов.



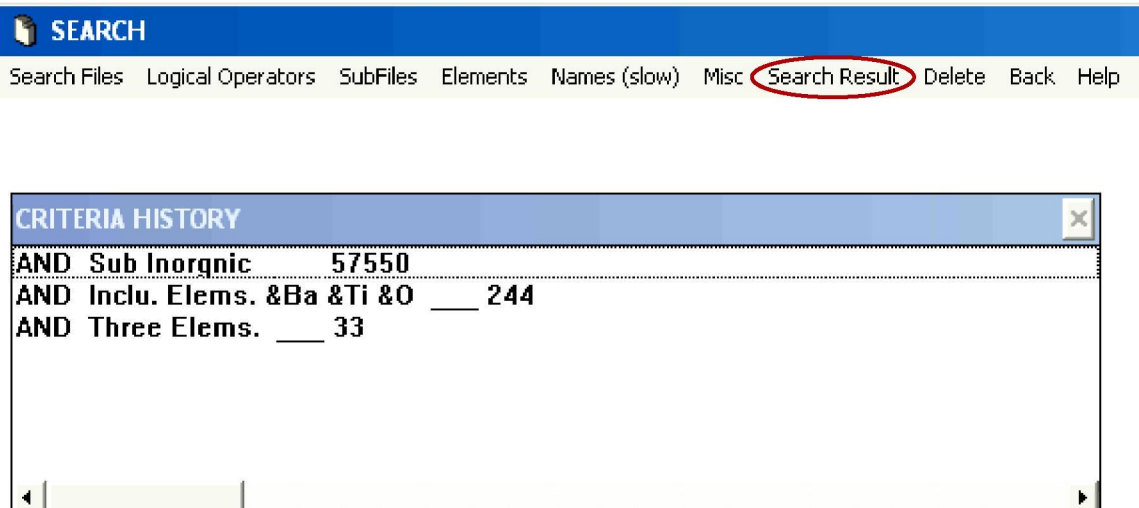
1.6 Выбрать в периодической таблице химические элементы входящие в исследуемый материал и нажать «Go». После этого появится окно.



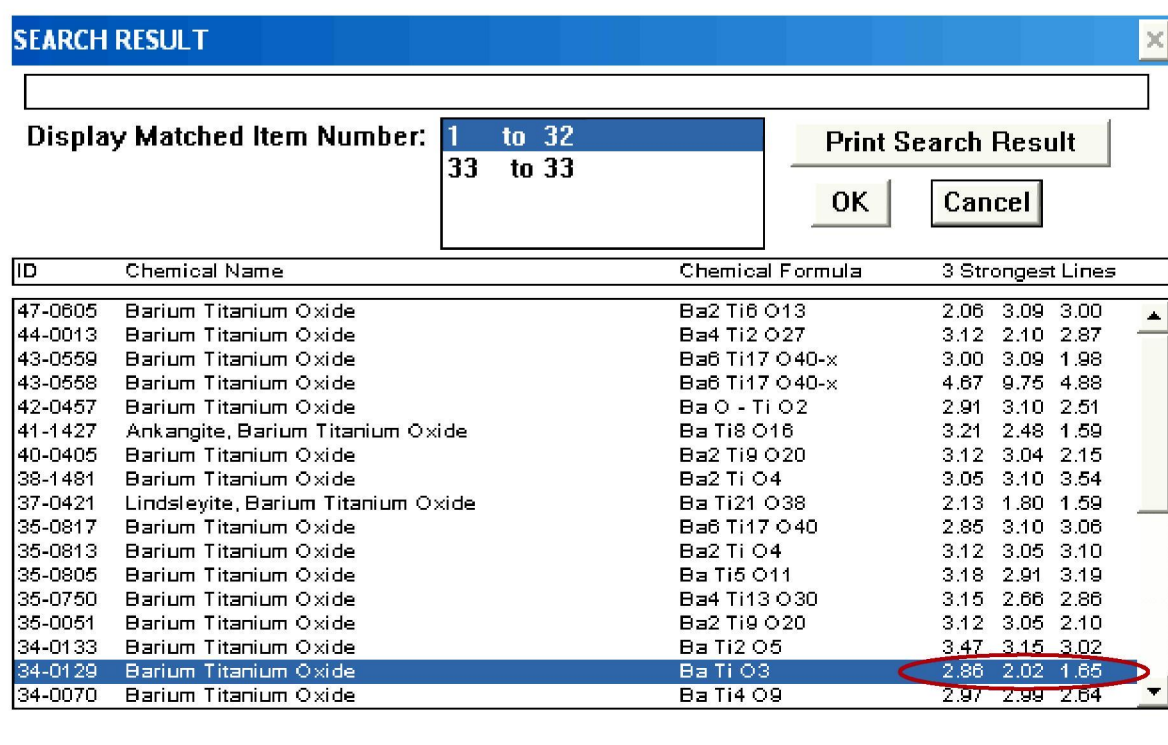
1.7 Из данных представленных в данном окне следует, что количество веществ содержащие *Ti*, *Ba* и *O* находящихся в данном каталоге – 244. Для того чтобы сузить область поиска ограничим число веществ, за счет установления числа элементов входящих в вещество. Для этого опять откроем окно «Search».



1.8 После нажатия на позицию «Elements» появится список предложений. Нажать на «Number Elements», появится список справа от данной операции. После этого в правом списке нажать «3 Elements» и после этого появится окно.



1.9 Из данного окна следует, что область поиска сужена до 33 веществ по сравнению с 244 веществами. Для вывода списка веществ необходимо нажать на «Search Result» и после этого появляется перечень веществ.



1.10 Данная таблица включает порядковый номер вещества, его название, химическую формулу и три наиболее интенсивные дифракционные линии. Выбираем то вещество, которое имеет лучшее совпадение трех самых сильных дифракционных максимумов и нажимаем «Go». Появляется карточка.

В данной карточке приведена полная информация о представленном веществе.

В левой части данной карточки приведены:

- нумерация карточки. Молекулярная масса и объем;
- пространственная группа в международной символике и номер по интернациональной картотеке пространственных групп;
- параметры решетки: a, b, c и α, β, γ ;
- анод рентгеновской трубки и длина волны характеристического излучения и др.

В правой части данной карточки приведена химическая формула вещества и ее название. Внизу в левой части приведена таблица с параметрами рентгенограммы, включая, межплоскостные расстояния, интенсивность дифракционных максимумов и индексы интерференции hkl .

Первый столбец в данной таблице (межплоскостные расстояния) может быть определен через положение угла дифракционного максимума или через специальные функции. Для перехода к таким представлениям дифракционной картины необходимо в данном окне нажать на «*Data Conversion*»

					ПГУ.ВКР.22.03.01.16МТ101. ПЗ	Лист
						53
Изм.	Лист	№ докум.	Подпись	Дата		

PCPDFWIN

PDFNumber Search Print View Data Conversion Window Clear Help

PDF # 340129, Wavelength = 1.540598 (Å)

34-0129 Quality: *

CAS Number: 12047-27-7

Molecular Weight: 233.23

Volume[CD]: 396.43

Dx: 5.862 Dm:

S.G.: P63/mmc (194)

Cell Parameters:

a 5.724 b c 13.96

α β γ

SS/FOM: F30=105(.0071, 40)

I/Icor:

Rad: CuK α 1

Lambda: 1.5405981

Filter: Graph

d-sp: diffractometer

Ba Ti O3

Barium Titanium Oxide

Ref: Natl. Bur. Stand. (U.S.) Monogr. 25, 20, 9 (1983)

dE	int	h	k	l	dE	int	h	k	l	dE	int	h	k	l
6.9892	2	0	0	2	1.7466	2	0	0	8	1.2772	5	2	1	8
4.6744	2	1	0	1	1.7389	8	2	1	3	1.2552	<1	1	1	10
4.0428	9	1	0	2	1.6513	32	2	1	4	1.2339	1	3	1	5
3.4913	<1	0	0	4	1.6470	29	1	0	8	1.2301	2	1	0	11
3.3933	26	1	0	3	1.5543	9	2	0	7	1.2190	6	2	2	6
2.8631	100	1	1	0	1.4941	1	3	0	4	1.2002	2	3	0	8
2.8553	91	1	0	4	1.4907	6	1	1	8	1.1977	4	4	0	3
2.6483	<1	1	1	2	1.4812	3	1	0	9	1.1952	4	2	1	9
2.4408	6	2	0	1	1.4593	<1	2	1	6	1.1680	4	4	0	4
2.4336	4	1	0	5	1.4312	15	2	2	0	1.1638	2	0	0	12
2.3363	16	2	0	2	1.4273	12	2	0	8	1.1322	3	3	1	7
2.3283	15	0	0	6	1.3686	3	3	1	1	1.1301	2	2	0	11
2.2136	3	1	1	4	1.3658	8	2	1	7	1.1223	<1	3	2	2
2.1882	22	2	0	3	1.3494	4	3	1	2	1.1197	3	2	1	10
2.1072	<1	1	0	6	1.3475	4	3	0	6	1.1067	1	2	2	8
2.0214	33	2	0	4	1.3442	4	1	0	10	1.1049	3	3	2	3
1.8533	13	2	0	5	1.3242	<1	2	2	4	1.0813	12	3	2	4
1.8513	10	1	0	7	1.3188	5	3	1	3	1.0781	4	1	1	12
1.8101	5	2	1	2	1.3154	6	2	0	9	1.0691	<1	4	1	2
1.8060	8	1	1	6	1.2792	11	3	1	4	1.0663	<1	3	0	10

1.11 В списке под «Data Conversion» выбрать необходимую функцию, например «2 Theta», в итоге таблица преобразуется.

PCPDFWIN

PDFNumber Search Print View Data Conversion Window Clear Help

PDF # 340129, Wavelen

Dspacing
WaveLength
2Theta
SinSquareTheta

34-0129
CAS Number: 12047-27-7
Molecular Weight: 233.23
Volume(CD): 396.43
Dx: 5.862 Dm:
S.G.: P63/mmc (194)
Cell Parameters:
a 5.724 b c 13.96
α β γ
SS/FOM: F30=105(0.071, 40)
I/Icor:
Rad: CuKα1
Lambda: 1.5405981
Filter: Graph
d-sp: diffractometer

Ba Ti O3
Barium Titanium Oxide
Ref: Natl. Bur. Stand. (U.S.) Monogr. 25, 20, 9 (1983)

2θ	int	h	k	l	2θ	int	h	k	l	2θ	int	h	k	l
12.655	2	0	0	2	52.338	2	0	0	8	74.185	5	2	1	8
18.970	2	1	0	1	52.587	8	2	1	3	75.712	<1	1	1	10
21.968	9	1	0	2	55.612	32	2	1	4	77.255	1	3	1	5
25.488	<1	0	0	4	55.768	29	1	0	8	77.540	2	1	0	11
26.239	26	1	0	3	59.414	9	2	0	7	78.380	6	2	2	6
31.213	100	1	1	0	62.066	1	3	0	4	79.850	2	3	0	8
31.302	91	1	0	4	62.224	6	1	1	8	80.052	4	4	0	3
33.811	<1	1	1	2	62.668	3	1	0	9	80.250	4	2	1	9
36.793	6	2	0	1	63.709	<1	2	1	6	82.519	4	4	0	4
36.905	4	1	0	5	65.123	15	2	2	0	82.884	2	0	0	12

2 Способ. Когда не известен химический состав контролируемого материала.

Процедура поиска фазы или вещества в случае, когда химический состав исследуемого материала не известен является более длительной. Определение начинается с поиском рентгенограмм находящихся в каталоге и сравнении трех наиболее интенсивных линий с исследуемого вещества с тремя аналогичными линиями для веществ представленных в каталоге.

Выпускная квалификационная работа
на тему:
«Рентгенофазовый анализ композиционных
материалов»

Выполнил:
студент группы 16МТ1 Абдырахманов Н.Э

Руководитель:
д.т.н., профессор Недорезов В.Г.

1. **Целью работы является** использование рентгеноструктурного анализа для исследования структуры сварного соединения.
2. **Объектом исследования является** сварное соединение на основе меди и алюминия, полученное методом сваркой взрывом
3. **Предметом исследования является** исследование фазового состава сварного соединения.

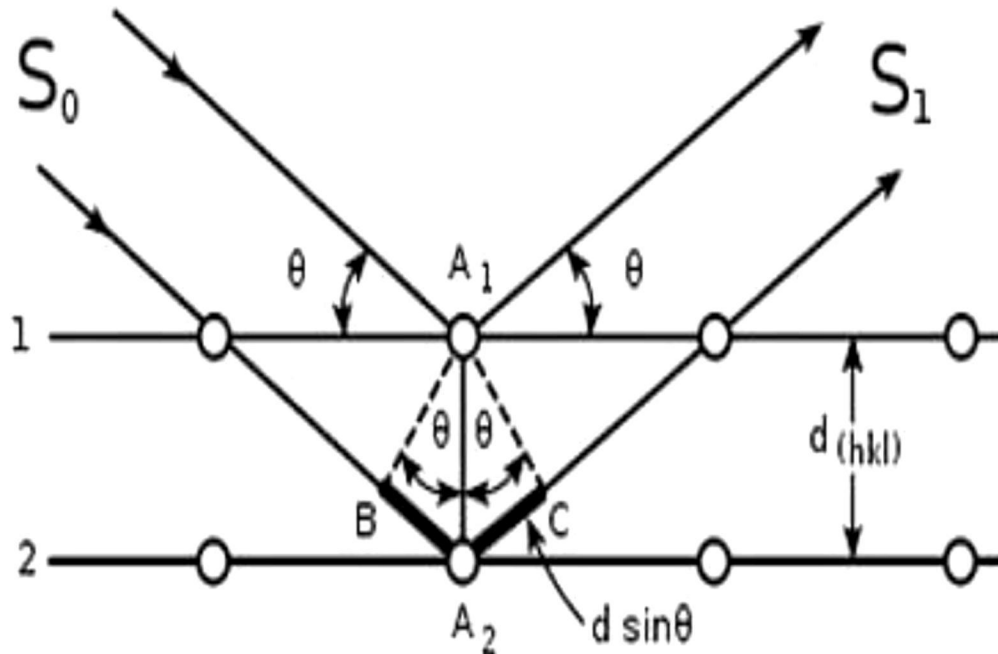
Рентген Вильгельм(1845-1923)

- Немецкий физик, обнаруживший в 1895 году. Коротковолновое электромагнитное излучение – рентгеновские лучи.



Основы рентгеновской дифракции (метод порошков)

С учетом специфики структуры сварного соединения на основе меди и алюминия для исследования фазового состава использовался методом порошков. Основой метода является **уравнение Вульфа-Бреггов**



$$2d \sin \theta = n\lambda$$

d – межплоскостное расстояние;
 θ – угол дифракции;
 λ – длина волны;
 n – порядок отражения.

Методика исследования

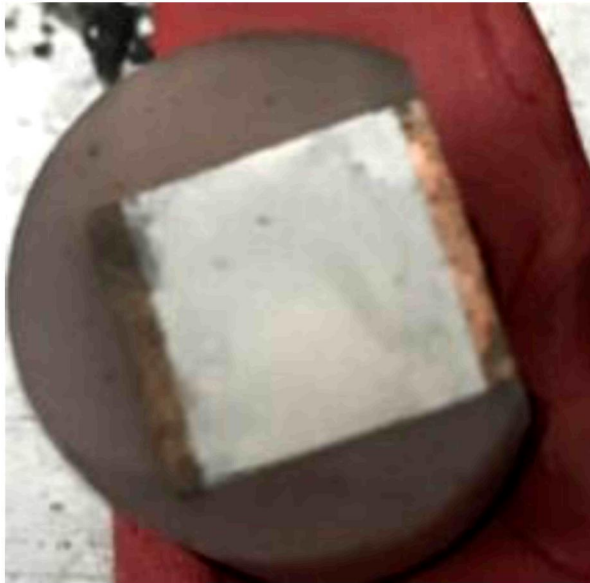
Исследование проводилось методом рентгеновской
дифракции

Использовался рентгеновский **дифрактометр ДРОН-8**



Дифрактометр ДРОН-8 с вертикаль-
ным а гониометром и горизонталь-
ным положением образца

Режимы исследования

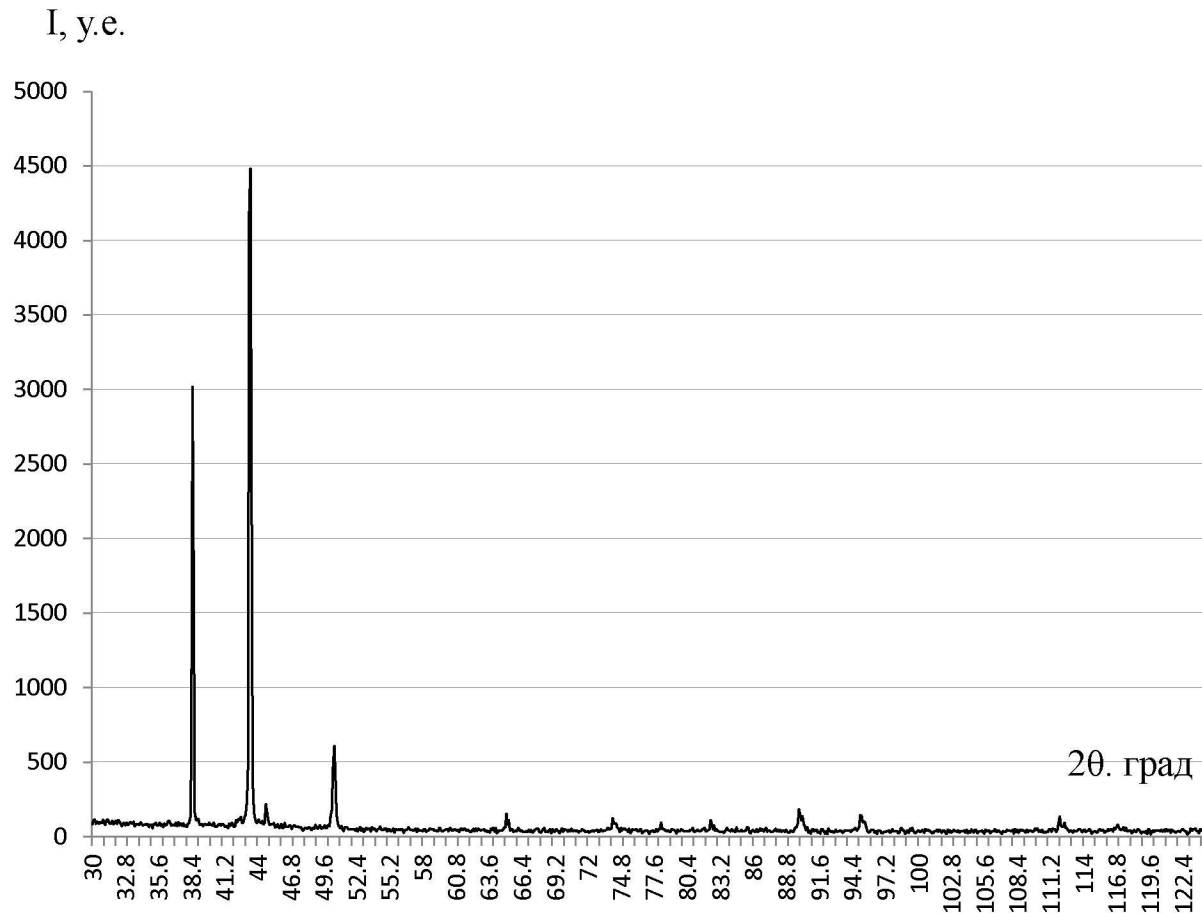


Внешний вид шлифа

Условия съемки:

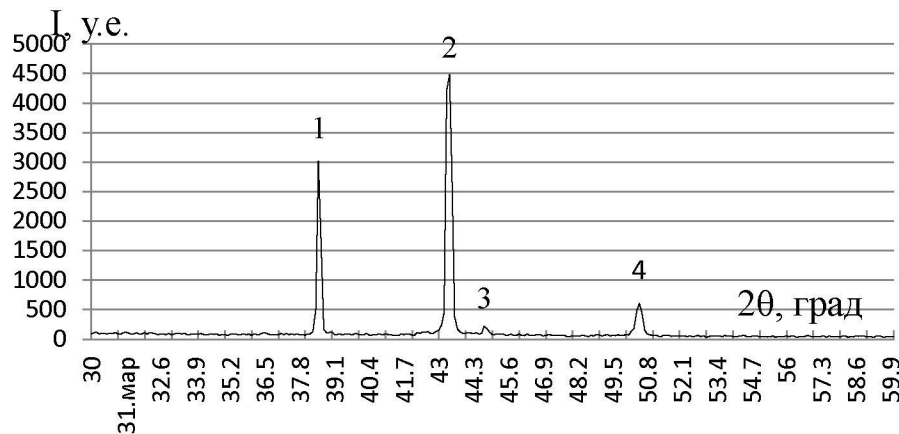
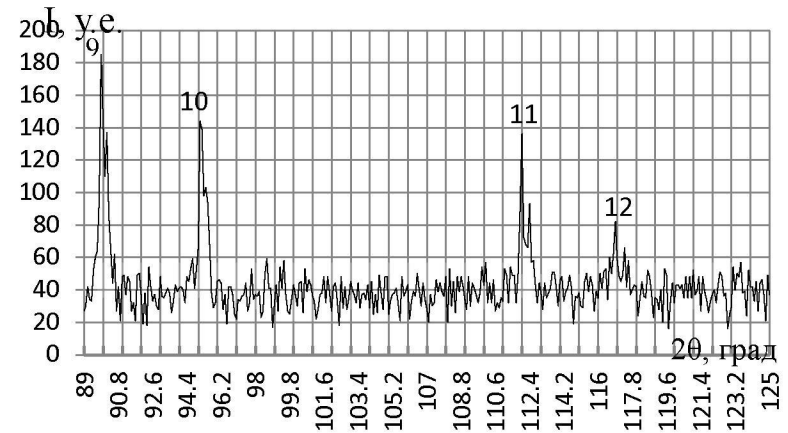
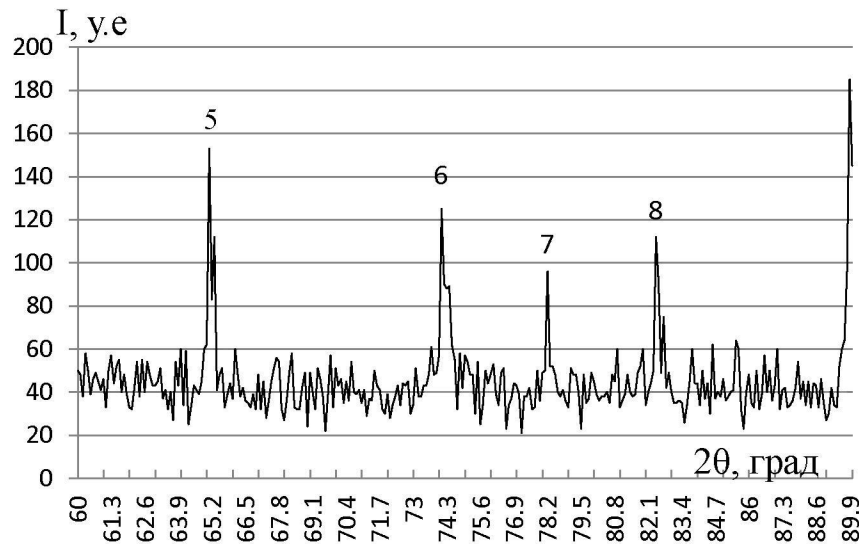
- использовалась трубка с медным анодом и никелевым фильтром;
- регистрация дифракционной картины по точкам с шагом $0,1^\circ$

Результаты исследований



Общий вид дифракционной картины
сварного узла *Cu-Al*

Результаты исследований

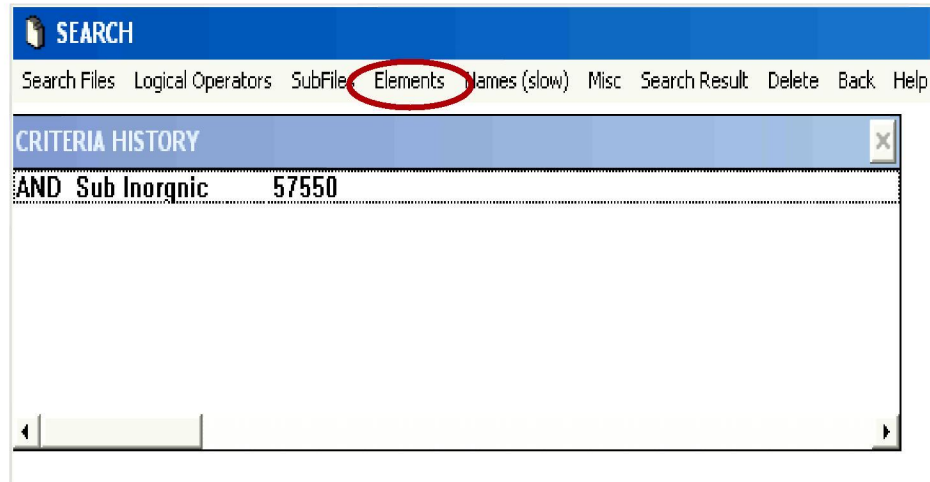
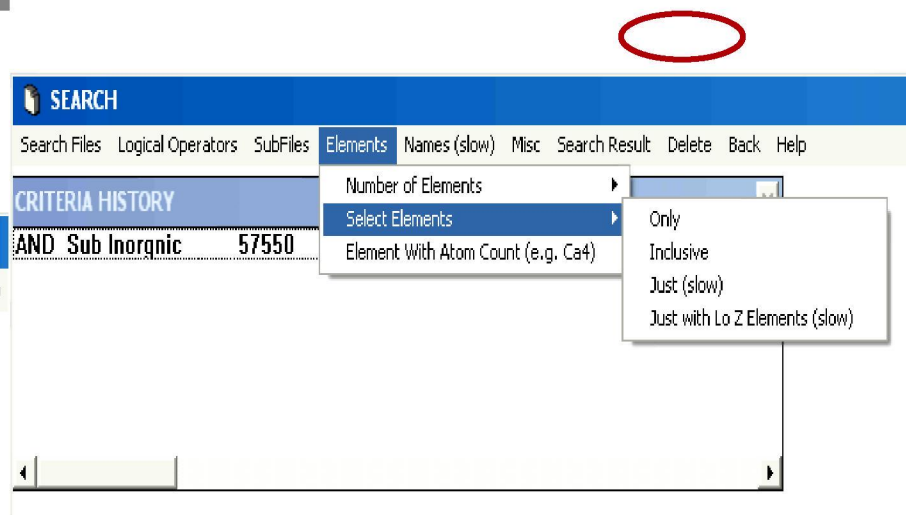


Фрагменты дифрактограммы, представленной на слайде 6

Результаты замеров и расчетов

№ n/n	$\frac{I}{I_0}, \%$	$2\theta,$ град	$\Theta,$ град	$\sin \theta$	$d_{HKL},$ $\text{\AA}$ расче т	Табличные значения			
						Алюминий		Медь	
						d_{HKL}	HKL	d_{HKL}	HKL
1	70	38,5	19,25	0,33	2,336	2,338	111		
2	100	43,36	21,68	0,37	2,083			2,088	111
3	5	44,7	22,35	0,380	2,024	2,027	200		
4	15	50,5	25,25	0,427	1,805			1,805	200
5	4	65,1	32,55	0,538	1,432	1,431	220		
6	3	74,1	37,05	0,6025	1,278			1,278	220
7	3	78,2	39,1	0,631	1,221	1,221	311		
8	4	82,42	41,21	0,6589	1,169	1,169	222		
9	7	89,9	44,95	0,7065	1,090			1,090	311
10	5	95,15	47,57	0,7381	1,043			1,0436	222
					5				
11	3	112,0	56	0,829	0,929	0,9289	331		
					1				
12	2	116,9	58,45	0,8522	0,903			0,9038	400
					8				

Расшифровка рентгенограмм с помощью пакета JCPDS PDF2



Заключение по ВКР

1. Кратко описана история открытия рентгеновских лучей и исследования ученых Мюнхенского университета по выявлению рентгеновской дифракции на твердых кристаллических телах.
2. Рассмотрены теоретические основы дифракции рентгеновских лучей с использованием аналитической и графической интерпретации.
3. Учитывая, что исследуемые образцы являются поликристаллами, для их исследования был использован метод порошков. Для рентгенофазового анализа использован рентгеновский дифрактометр ДРОН-8 отечественного производства.
4. Выполнение исследования показали, что зафиксированный в данных экспериментах фазовый состав сварного соединения состоит из двух фаз меди и алюминия со структурой ГЦК. Параметры решёток, незначительно отличается от параметров решетки чистых металлов на основе меди и алюминия.

Спасибо за внимание!