

**МОДЕРНИЗАЦИЯ РЕНТГЕНОВСКОГО ДИФРАКТОМЕТРА ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ
СТРУКТУРНЫХ И ФАЗОВЫХ ИЗМЕНЕНИЙ В МАТЕРИАЛАХ В СРЕДЕ ВОДОРОДА**

Д.С. Бритт, Г.В. Гаранин

Научный руководитель: ассистент кафедры общей физики М.С. Сыртанов
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

Россия, г.Томск, пр. Ленина, 30, 634050

E-mail: D.S.Britt@yandex.ru

**UBGRADE OF X-RAY DIFFRACTOMETER FOR STUDIES OF STRUCTURAL AND PHASE
CHANGES IN MATERIALS UNDER HYDROGEN ATMOSPHERE**

D.S.Britt, G.V.Garanin

Scientific Supervisor: assistant PhD M.S. Syrtanov

Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050

E-mail: D.S.Britt@yandex.ru

***Abstract.** In this paper, the upgrade of x-ray diffractometer for studies of structural and phase changes in materials under hydrogen atmosphere was carried out. The main components of the diffractometer were described. Also techniques for diffraction patterns obtaining in the in situ mode were worked out.*

Введение. В современной промышленности имеют большое значение конструкционные материалы, устойчивые к высоким температурам и агрессивным средам, что приводит к необходимости анализа свойств материалов в таких условиях. Одним из наиболее простых и распространенных методов изучения структурно-фазового состояния материалов является рентгеновская дифрактометрия [1]. Проведение *in situ* дифракционного анализа на источниках синхротронного излучения (СИ) затрудняется стационарностью источников СИ, большими размерами станций и их дороговизной. В связи с этим, существует необходимость создания установки, позволяющей проводить исследования структурно-фазовых материалов в лабораторных условиях.

Основные узлы модернизированного дифрактометра. Дифракционный комплекс разрабатывался на базе лабораторного дифрактометра Shimadzu XRD 7000S. Основными элементами комплекса являются: высокоскоростной матричный детектор, рентгеновская трубка с медным анодом и система подачи газов, соединённая с высокотемпературной газоразрядной камерой. Достижение высоких температур производится за счёт высокотемпературной камеры НТК 2000N. Нагревателем является металлическая пластина из вольфрама, нагрев осуществляется резисторным методом. Для регулировки температуры используют изменение величины пропускаемого тока, диапазон температур (25-2300)°С. Эксперименты в режиме *in situ* проводятся за счет использования высокоскоростного широкоугольного детектора OneSight. Данный детектор является линейным кремниевым мультиполосным 1280-канальным матричным детектором. со следующими характеристиками: ширина канала – 50 мкм, диапазон энергий – (5-30) кэВ, угловое разрешение – 0,0104°. Инертная и агрессивная среды создаются за счет контролируемой системы подачи газов. На рисунке 1 представлена схема дифракционного комплекса.

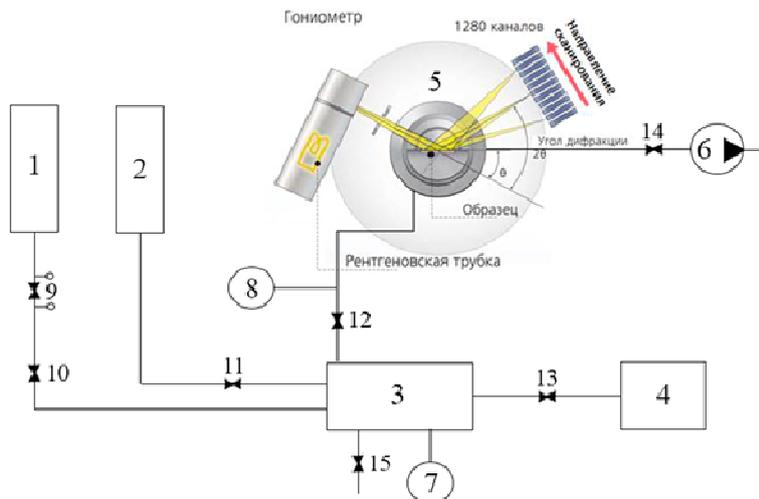


Рис. 1 – Принципиальная схема дифракционного комплекса: 1 – баллон инертного газа; 2 – генератор водорода; 3 – газовый смеситель; 4 – камера временного хранения газа; 5 – высокотемпературная камера; 6 – вакуумный пост; 7, 8 – датчики давления; 9 – газовый редуктор; 10, 11, 12, 13, 14, 15 – краны ручного управления

В газовую систему инертный газ вводят с помощью баллонов. Также в системе предусмотрен генератор водорода для проведения исследований в среде водорода. Имеется возможность проводить исследования в смеси двух различных газов, за счёт камеры временного хранения газа. Вакуум создают с помощью форвакуумного и турбомолекулярного насосов. Сочетание насосов позволяет достичь остаточного давления порядка $8 \cdot 10^{-3}$ Па.

Отработка методики получения дифрактограмм. Отработка методики получения дифракционных картин в режиме *in situ* была проведена в два этапа. Первый этап заключался в регистрации дифрактограмм стандартного образца порошка кремния. Нагрев порошка производился от 30 °С, со скоростью нагрева 5°/мин в вакууме, время экспозиции 2 мин/кадр, до 700 °С. Характер поведения рефлекса (311) представлен на рисунке 2 (а).

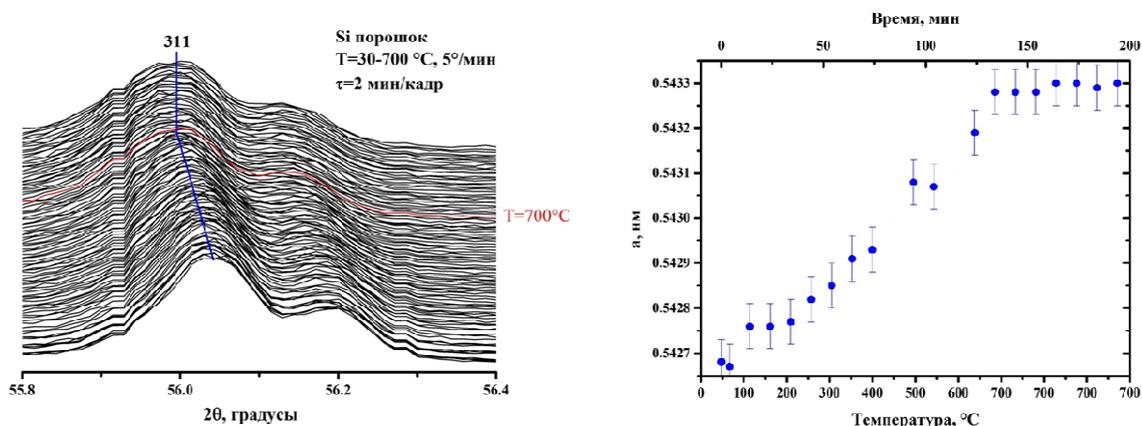


Рис. 2 – Характер поведения рефлекса в процессе линейного нагрева до 700°С (а) и зависимость параметра *a* элементарной решётки от температуры (б)

Изменение параметра a элементарной ячейки стандартного образца было определено по изменению положения рефлексов. Зависимость параметра a кремниевого образца представлена на рисунке 2 (б). В результате был рассчитан коэффициент термического расширения (КТР). КТР составил $4,9 \cdot 10^{-6} \text{ C}^{-1}$. При сравнении с табличным значением, где КТР лежит в пределах от $2,4 \cdot 10^{-6} \text{ C}^{-1}$ до $5,1 \cdot 10^{-6} \text{ C}^{-1}$, можно сделать вывод, что полученный результат лежит в допустимом интервале.

На втором этапе производились *in situ* дифракционные измерения, в ходе которых производилось восстановление ультрадисперсного порошка оксида меди в среде водорода в изотермических условиях. Давлением водорода составляло 0,5 атмосфер. Нагрев порошка до температуры 200 °С производился при давлении порядка $2 \cdot 10^{-2}$ Па, после чего осуществлялся напуск водорода. Регистрация дифрактограмм производилась в диапазоне углов по 2θ (30–53)° время экспозиции 1 мин/кадр. Серия дифрактограмм процесса восстановления меди представлена на рисунке 3.

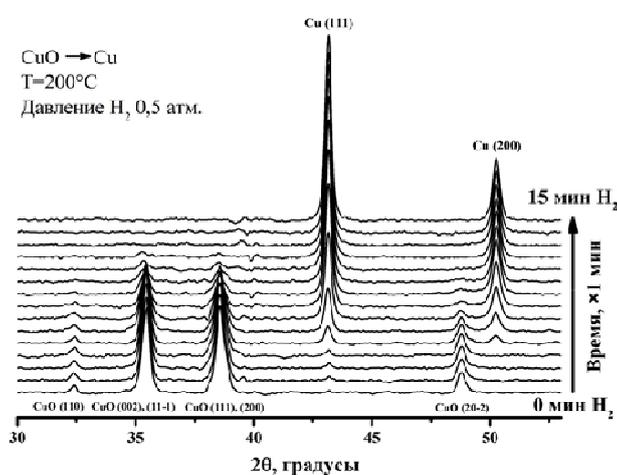


Рис. 3 – Серия дифрактограмм процесса восстановления меди из оксида меди под давлением водорода в изотермических условиях

В ходе эксперимента наблюдалось снижение интенсивности рефлексов оксида меди и рост интенсивности рефлексов металлической меди. Время полной конверсии оксида меди 13 минут.

Результаты. В ходе проделанной работы был модернизирован рентгеновский дифрактометр для *in situ* исследований фазовых превращений в газовой среде. Для проведения испытаний в инертной и агрессивной средах была разработана система подачи газов. Отработана методика получения дифрактограмм в процессах линейного нагрева и восстановления оксида меди в среде водорода. В ходе отработки был рассчитан КТР, который составил $4,9 \cdot 10^{-6} \text{ C}^{-1}$, соответствующий литературным данным, а также установлено, что время полной конверсия оксида меди при температуре 200 °С и давлении водорода 0,5 атм. составляет 13 минут.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Шмаков А.Н. // Рентгеновское синхротронное излучение, нейтроны и электроны для исследования наносистем и материалов. Нано-био-инфо-когнитивные технологии: Тез.докл. VII нац. конф. РСНЭ-НБИК 2009. 16-21 ноября 2009 г. М.:ИК РАН-РНЦКИ, 2009.С.559.