

САНКТ-ПЕТЕРБУРГСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ
ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ
ИНСТИТУТ ПРИКЛАДНОЙ МАТЕМАТИКИ И МЕХАНИКИ
КАФЕДРА «МЕХАНИКА И ПРОЦЕССЫ УПРАВЛЕНИЯ»

Выпускная работа бакалавра

Методики анализа поликристаллических материалов

Студент: Матвиенко А.Н.

Группа: 43602/3

Санкт-Петербург – 2014

Введение

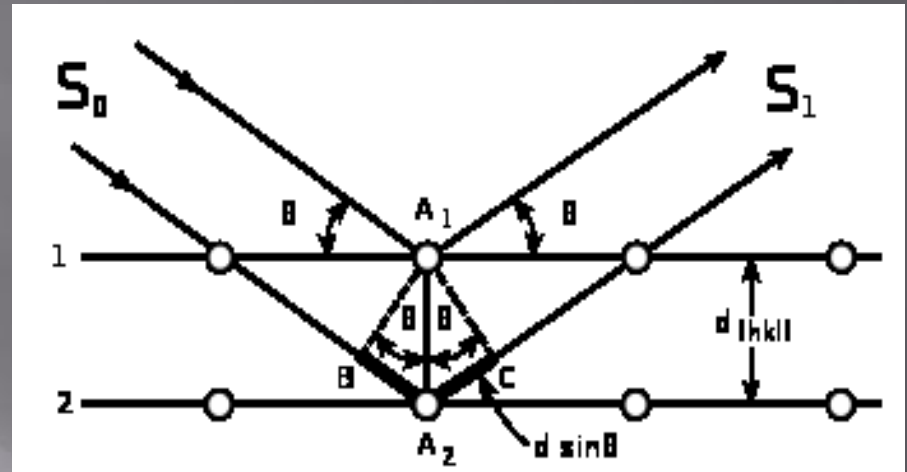
- ▣ Цель работы – ознакомление с некоторыми методиками анализа поликристаллических материалов.

- ▣ Освоение метода рентгеноструктурного анализа.
Исследование серии образцов твердых растворов PbCdSe.

- ▣ Ознакомление с методами:
 - рентгенофлуоресцентный анализ
 - гранулометрия

ОСНОВНЫЕ ПОНЯТИЯ

- Рентгеноструктурный анализ основан на дифракции рентгеновских лучей на кристаллах в соответствии с законом Вульфа-Брэгга.
- Формула Вульфа-Брэгга, где d – расстояние между соседними плоскостями, λ – длина волны излучения, θ – угол между направлением падающей волны и кристаллографической плоскостью, n – порядок отражения.
- Кристаллографические плоскости обозначаются индексами Миллера (hkl) и отличаются межплоскостными расстояниями.



Квадратичные формулы для

гексагональной

кубической

сингоний

Рентгеноструктурный анализ

- Рентгеноструктурный анализ основан на получении и анализе дифракционной картины, возникающей в результате интерференции рентгеновских лучей, рассеянных электронами атомов облучаемого объекта.
- Одна из основных задач рентгеноструктурного анализа – определение фазового состава материала.

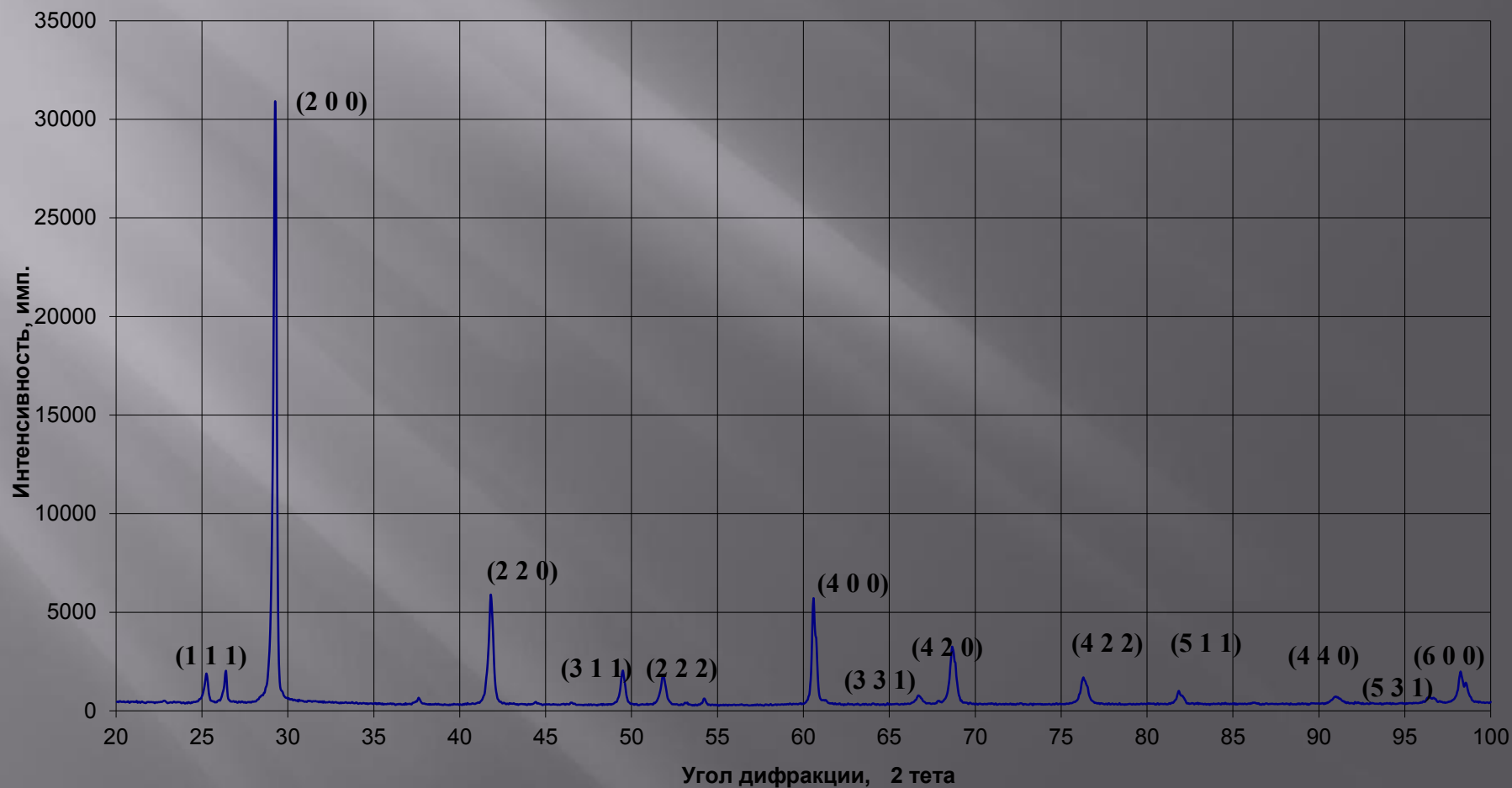


Установка ДРОН-2, на которой проводился эксперимент.

Твердый раствор PbCdSe с 4% Cd

Общий вид рентгенограммы

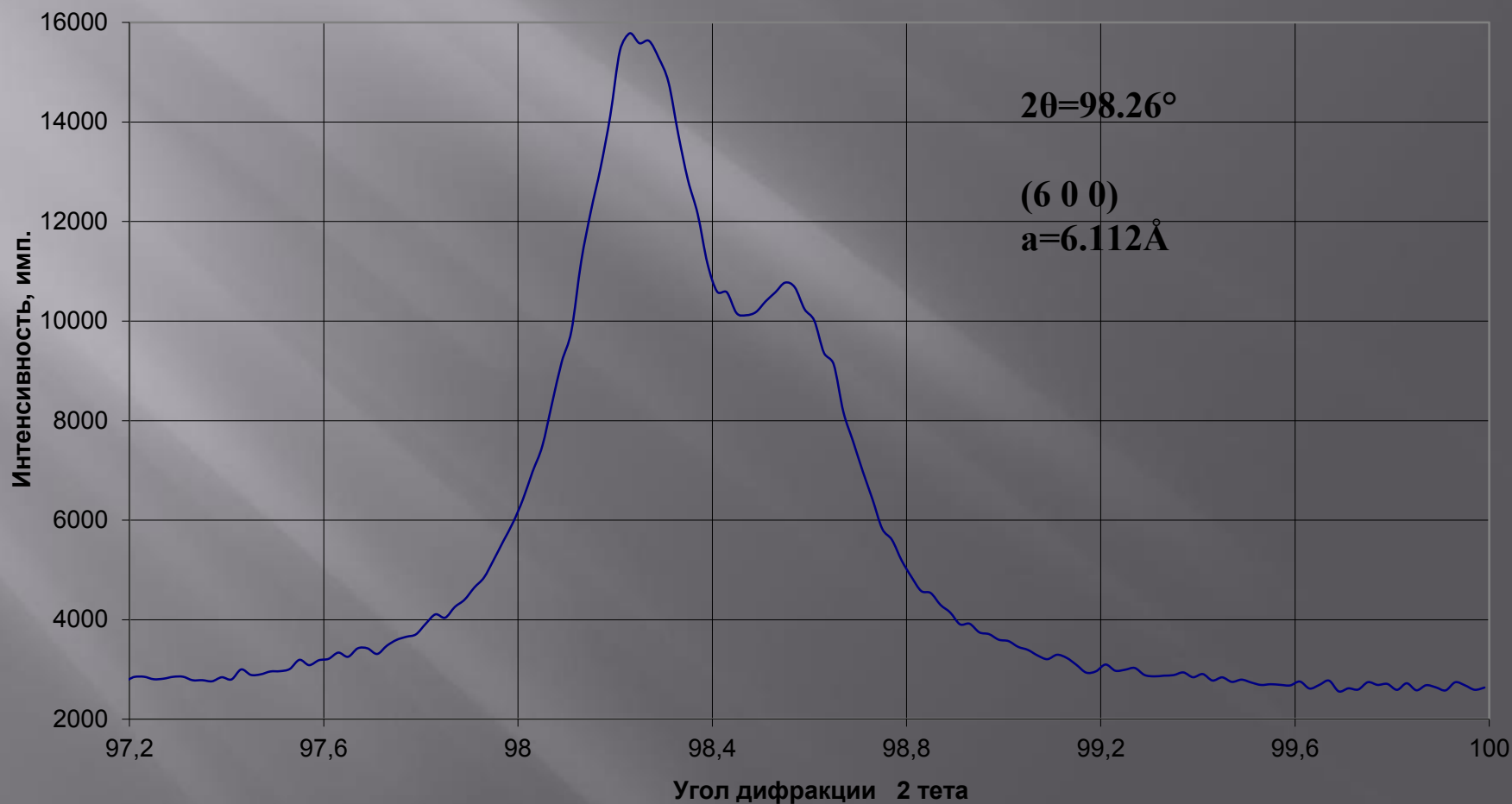
PbCdSe 4Cd порошок № 12



PbCdSe 4%Cd

- Рентгенограмма для определения параметра кубического твердого раствора.

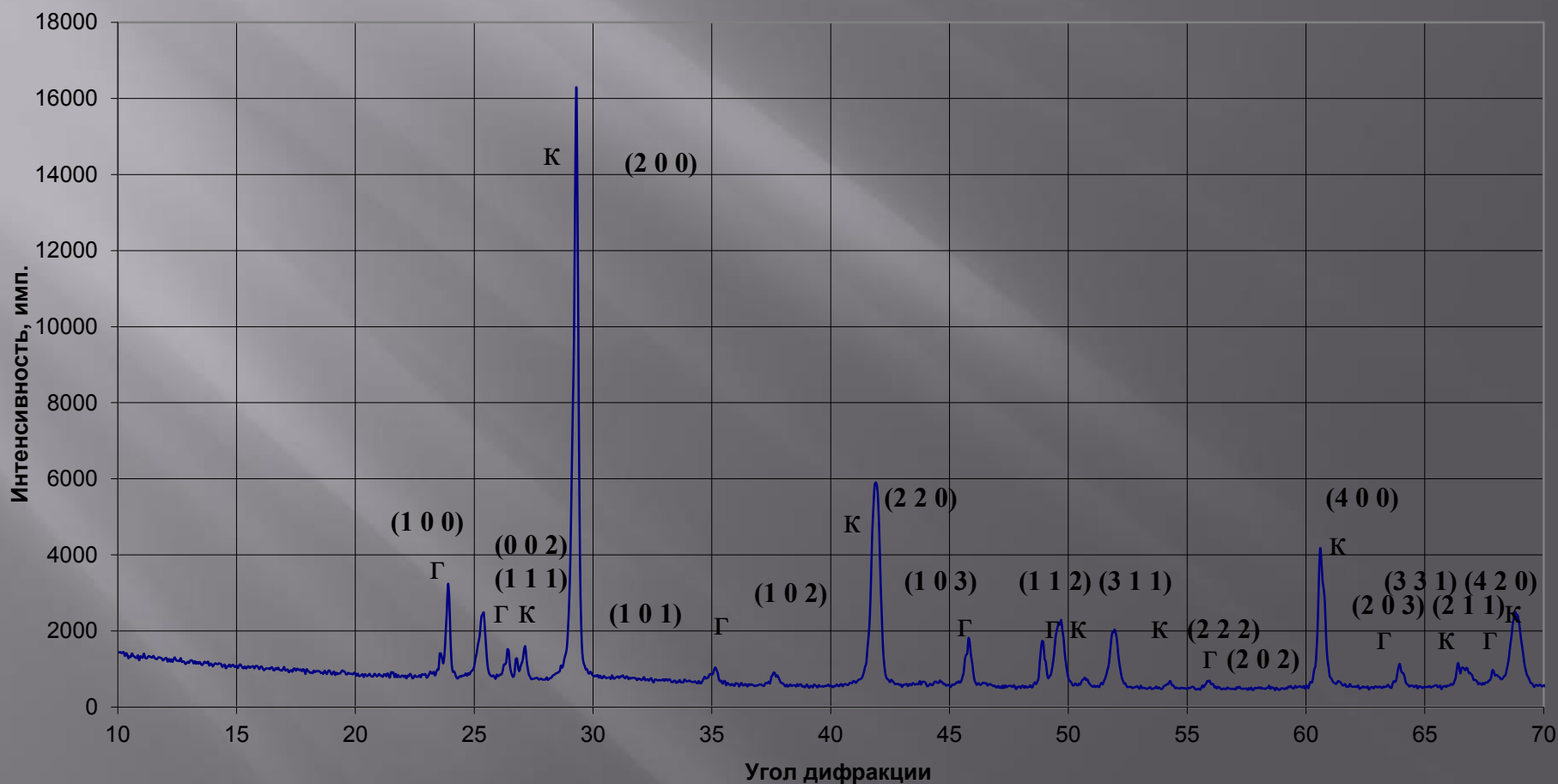
PbCdSe 4Cd порошок № 12



Состав, в котором Cd составляет 70%

□ Общая рентгенограмма образца

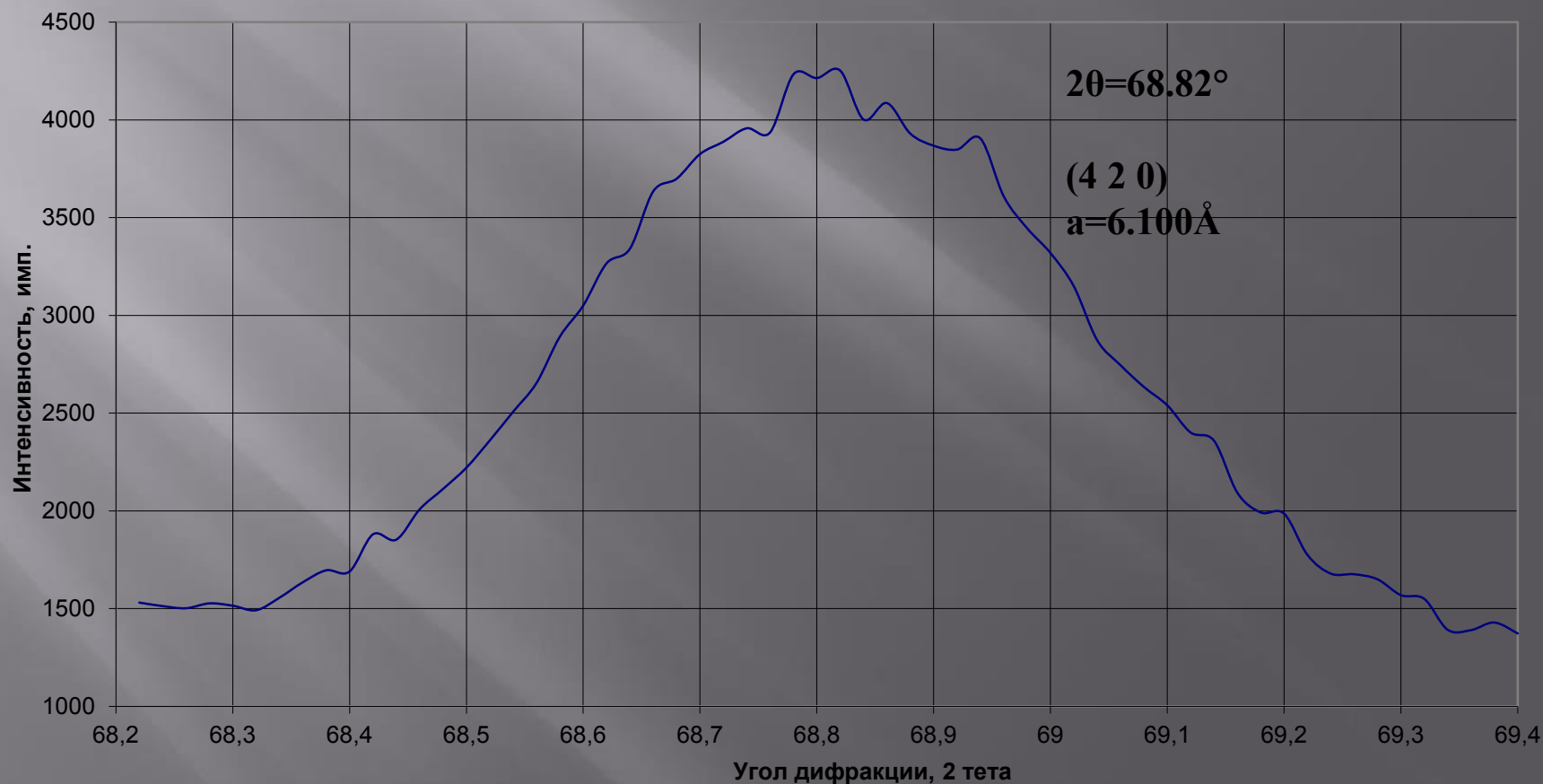
PbCdSe 70Cd старый порошок



PbCdSe 70% Cd

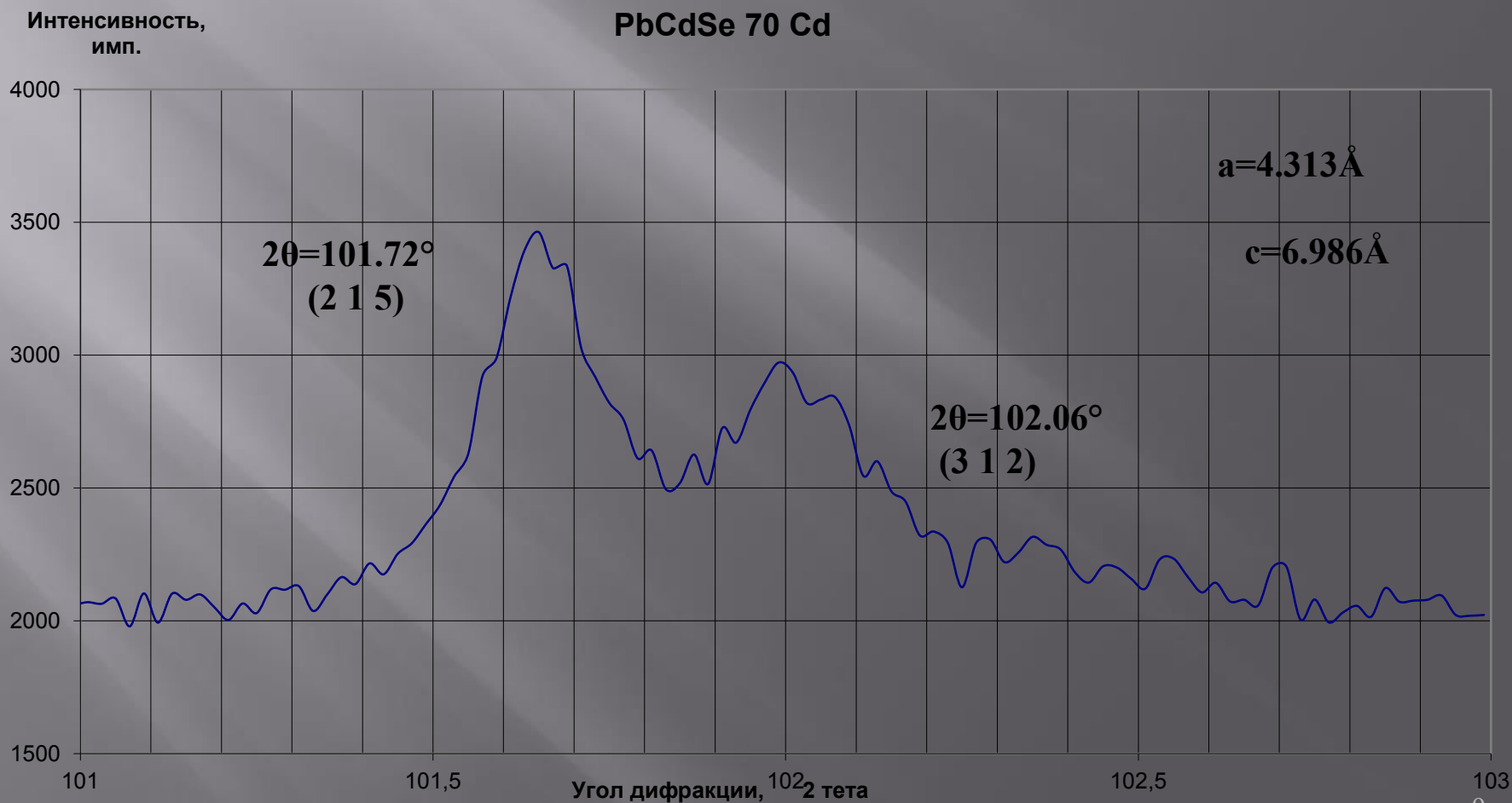
- Дифракционная линия (4 2 0) кубического твердого раствора для определения параметра

PbCdSe 70Cd



PbCdSe 70% Cd

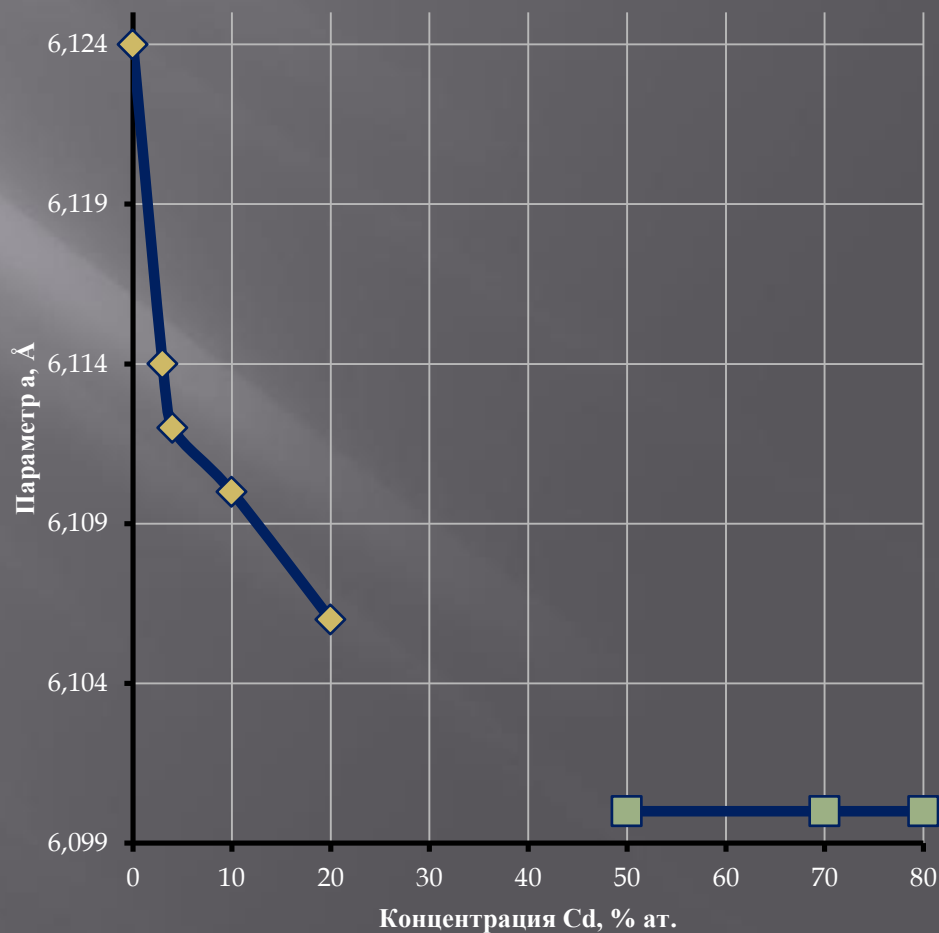
- Дифракционные линии (2 1 5) и (3 1 2) гексагонального твердого раствора для определения параметров



Полученные результаты

Состав	Параметр куб.тв.р-ра $a, \text{\AA}$	Параметр гексаг.тв.р-ра	
		$a, \text{\AA}$	$c, \text{\AA}$
PbSe чистый	6.124		
PbSe 3Cd	6.114		
PbSe 4Cd	6.112		
PbSe 10Cd	6.110		
PbSe 20Cd	6.106		
PbSe 50Cd	6.100	4.303	7.015
PbSe 70Cd	6.100	4.304	7.013
PbSe 80Cd	6.100	4.305	7.017
CdSe чистый		4.300	7.010

Зависимость параметра кубического твердого раствора от концентрации Cd



Выводы

- ▣ При концентрациях Cd в твердом растворе PbCdSe до 20% образуется однофазная структура – кубический твердый раствор на основе решетки кубического PbSe.
- ▣ При концентрации от 50% до 80% параметр кубического твердого раствора не изменяется, т.е. наступает насыщение, а избыточный Cd выделяется в гексагональную фазу CdSe. Эта фаза является твердым раствором, т.к. ее параметры отличаются от параметров чистого CdSe.

Рентгенофлуоресцентный анализ (РФА)

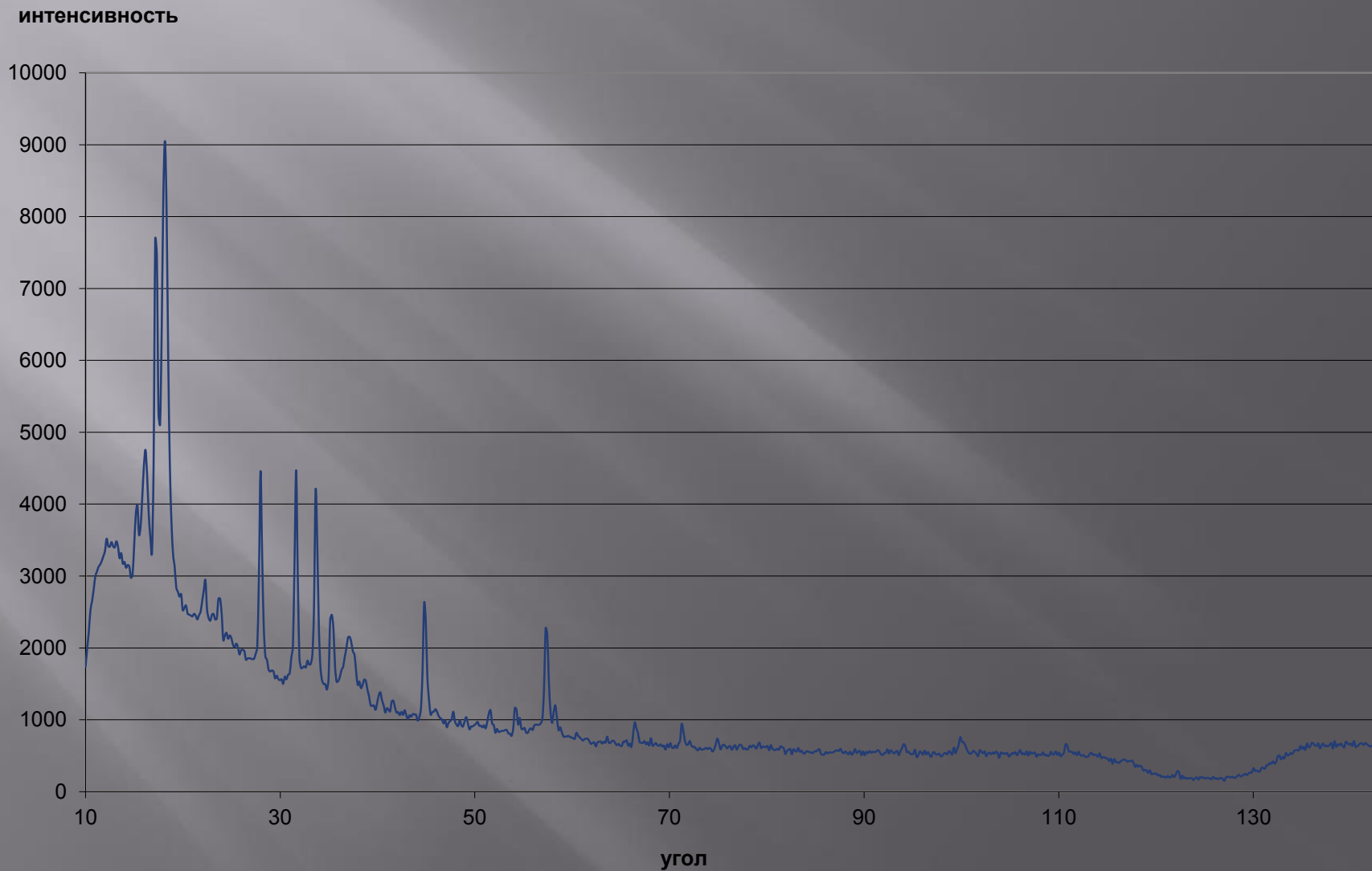
- ▣ РФА является элементным анализом.
- ▣ При РФА первичное рентгеновское излучение, чаще всего получаемое с помощью рентгеновской трубки, падает на анализируемый образец. В результате этого взаимодействия образец излучает вторичное рентгеновское излучение, которое в отдельных компонентах является характерным для химического состава образца.

Установка VRA 20, на которой проводился эксперимент.



Элементный анализ пленки PbCdSe

PbCdSe



Гранулометрия

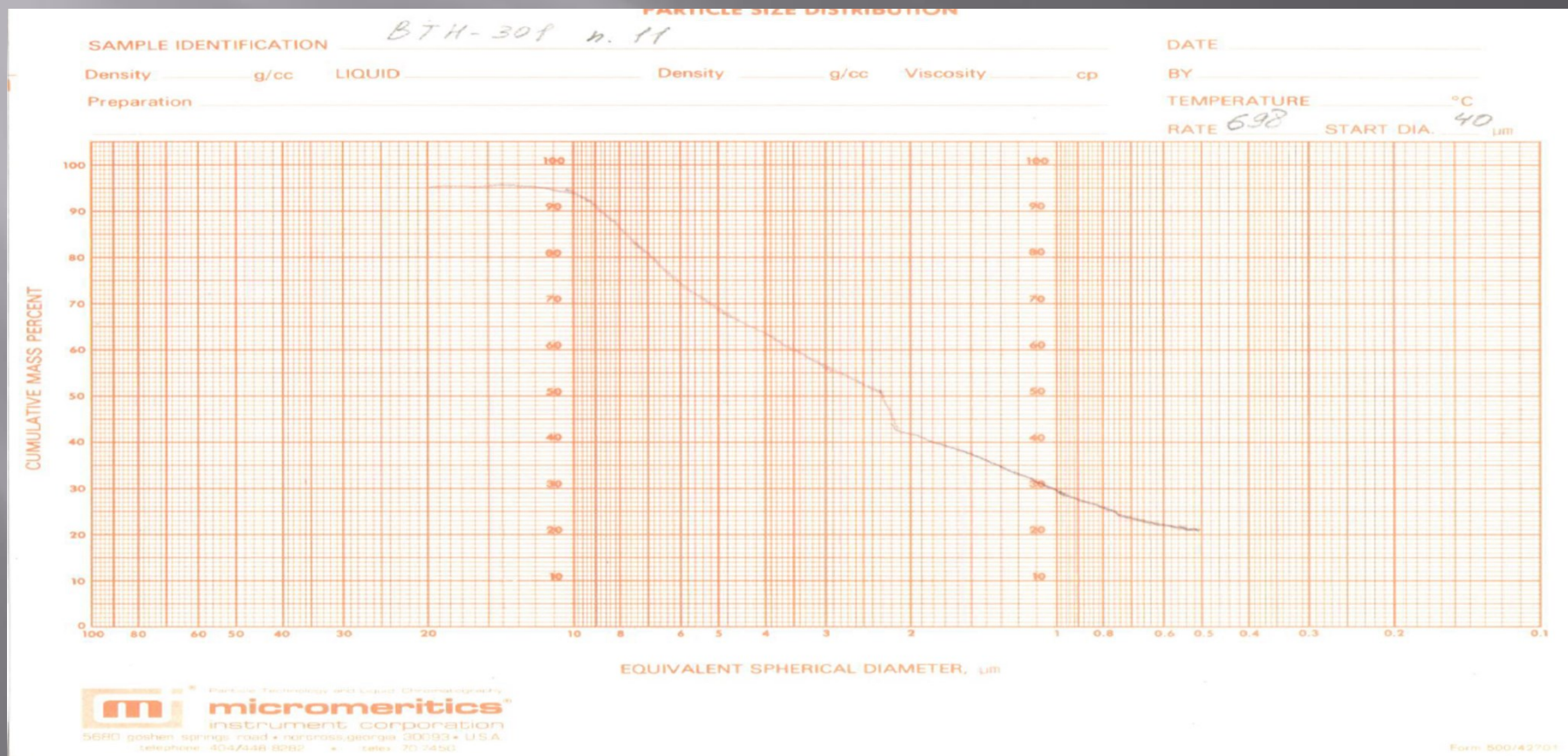


- ▣ Методика предназначена для определения гранулометрического состава порошков в диапазоне размеров частиц 0.1-50 мкм.
- ▣ Информация о гранулометрическом составе исследуемого порошка получается на основе данных о концентрации частиц в суспензии в процессе седиментации в соответствии с законом Стокса.

Установка Sedigraph 5000D Particle Size Analyzer, на которой проводится эксперимент.

Определение гранулометрического состава порошковых материалов седиментационным анализом

- Исследуется ВТН-301 п.11.
- Получена логарифмическая кривая зависимости размеров частиц от концентрации.



Выводы

- ▣ Освоена методика рентгеноструктурного анализа.
- ▣ Проведено исследование серии образцов твердых растворов PbCdSe.
- ▣ Полученные результаты:
 - определена зависимость параметра кристаллической решетки кубического твердого раствора PbCdSe от концентрации Cd от 0% до 20%;
 - определен фазовый состав твердых растворов образцов при концентрации Cd от 50% до 80%;
 - определены параметры кристаллической решетки образовавшихся гексагональных твердых растворов.
- ▣ Проведено ознакомление с методиками рентгенофлуоресцентного анализа и гранулометрии.

Спасибо за внимание!