



Отделение физических наук

**К.Г. Абдулвахидов, И.В. Мардасова, М.А. Витченко,
М.А. Сирота, Б.К. Абдулвахидов, А.В. Солдатов,
П.С. Пляка, Р.А. Захарян, П.И. Ивашкин**

**Приставка для рентгеноструктурных
исследований кристаллов
при одноосном сжатии**

Москва 2017

УДК 548.73
ББК 31.2
П75

ISBN 978–5–906906–35–9

© Российская академия наук, 2017
© К.Г. Абдулвахидов, И.В. Мардасова,
М.А. Витченко, М.А. Сирота,
Б.К. Абдулвахидов, А.В. Солдатов,
П.С. Пляка, Р.А. Захарян, П.И. Ивашкин, 2017

Приставка для рентгеноструктурных исследований кристаллов при одноосном сжатии

К.Г. Абдулвахидов¹, И.В. Мардасова², М.А. Витченко²,
М.А. Сирота^{1,2}, Б.К. Абдулвахидов¹, А.В. Солдатов¹, П.С. Пляка³,
Р.А. Захарян⁴, П.И. Ивашкин⁵

¹Южный федеральный университет, Ростов-на-Дону, Россия
E-mail: kgabdulvahidov@sfedu.ru,

soldatov@sfedu.ru

²Донской государственной технической университет,
Ростов-на-Дону, Россия
<http://zrenie.donstu.ru>,

³Южный научный центр Российской академии наук,
Ростов-на-Дону, Россия
www.ssc-ras.ru,

⁴Тарусский филиал ИОФ РАН, Тарусса, Россия
iofan@tarusa.ru

⁵ ИОФ РАН Москва, Россия,
ivashkin@kapella.gpi.ru

Аннотация. *Описана компактная приставка к рентгеновскому дифрактометру типа ДРОН для изучения поведения моно- и поликристаллов при одноосном сжатии. Получены дифракционные профили, и обнаружены структурные изменения монокристаллов $RbTiO_3$ и MgO , находящиеся под одноосным давлением.*

Введение

Изучение влияния механических напряжений на электрофизические свойства и структурные параметры твердого тела представляет собой как теоретический, так и практический интерес. С этой целью в настоящее время разработано большое количество аппаратуры и приспособлений, позволяющее в широком интервале давлений и температур проводить изучение свойств твердых тел [1–4]. Однако большинство этих приспособлений сложны в изготовлении и громоздки в эксплуатации, что в некоторой степени ограничивает и затрудняет их применение. С другой стороны, при изучении свойств металлических или керамических образцов в лабораторных услови-

ях при комнатной температуре нет необходимости в больших усилиях, прикладываемых к исследуемому образцу; в большинстве случаев достаточно усилие в нескольких сот кгс/см².

Устройство приставки

Рентгендифрактометрический метод изучения структурных изменений твердых тел при статическом воздействии механического напряжения является более информативным и неразрушающим методом. Поэтому целью данной работы являлось разработка приставки к рентгеновскому дифрактометру типа ДРОН для изучения влияния одноосного сжатия на структурные параметры как поликристаллов, так и монокристаллов. В основе требований к приставке должны быть простота в изготовлении и экспрессность в измерениях. Устройство приставки приведено на рис. 1. Она выполнена из конструкционной стали и состоит из корпуса 2, снабженного резьбой. Приставка крепится вместо стандартного кольца к гониометрической приставке ГП-14 или аналогичной без изменения конструкции последней. В нижней части корпуса имеется упорный винт 1, служащий для регулировки по высоте нижней опоры 3 и образца 5. Опоры 3 и 4 представляют собой твердосплавные пластины, расположенные параллельно оптической оси гониометра в вертикальных пазах плунжера (рис. 1) под пластинами 7, обеспечивающими плоскопараллельное прилегание опор и граней образца. Передача давления к образцу осуществляется с помощью микрометрического винта 10 посредством оттарированной пружины 8 и штока, расположенных внутри цилиндрического корпуса 9, на котором нанесены риски, соответствующие прикладываемому к образцу усилию.

К задней части ГП-14 винтами 6 прикреплен корпус 11 плунжера 12. Пружина 13 и микрометрический винт 14 (рис. 1) служат для юстировочных перемещений плунжера, образца и опор. Выставление образца в вертикальной плоскости и дополнительное перемещение в горизонтальной плоскости можно осуществить с помощью дуги и салазки самой приставки ГП-14. Единственным изменением, внесенным в конструкцию штатной приставки ГП-14, является то, что в ней просверлены четыре отверстия под винты м3 для крепления плунжерной части к червячному кольцу ГП-14. При необходимости приставка легко разбирается, и ГП-14 возвращается к исходной форме. Подбором пружин, оттарированных под разные усилия, можно расширять диапазон, прикладываемых к образцу давлений. Точное измерение приложенного уси-

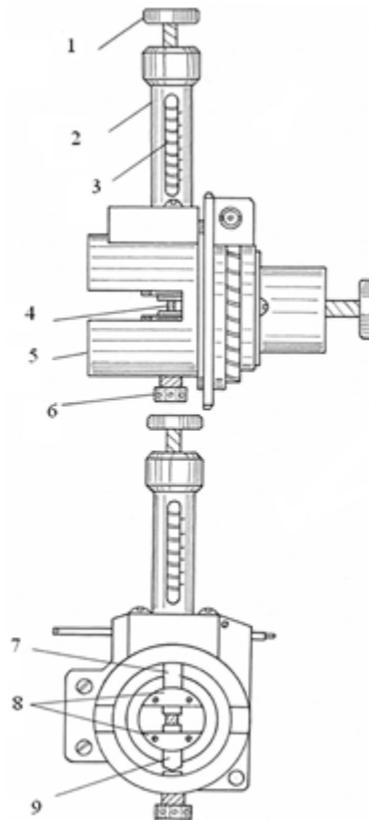


Рис. 1. Устройство для одноосного сжатия кристаллов. Fig. 1.

лия осуществляется с помощью мостовой схемы, в плечо которой включен тензодатчик, смонтированный внутри цилиндрического корпуса 9 под поршнем на упругой дугообразной пластине. Сигнал, соответствующий разбалансу моста, усиливается с помощью усилительного каскада, собранного по схеме инструментального усилителя с подавлением синфазной наводки более 90 дБ [5].

Результаты испытаний

Известно, что сегнетоэлектрические кристаллы проявляют наибольшую чувствительность к внешним воздействиям, в частности к

механическим напряжениям [6]. Приложение механического напряжения приводит к изменению доменной структуры и переключению вектора спонтанной поляризованности P_s этих кристаллов, что с высокой чувствительностью можно регистрировать с помощью рентгеновского дифрактометра [7].

Для испытаний приставки нами были взяты сегнетоэлектрический монокристалл $PbTiO_3$ и MgO (периклаз). Съемка велась на CuK_{α} излучении без монохроматора. Из рентгеновских дифракционных профилей (рис. 2) кристалла $PbTiO_3$ видно, что в результате одноосного статического сжатия образца с усилием 40 МПа уменьшается интегральная интенсивность, и брэгговский пик рефлекса 002 смещается вправо. Последнее обусловлено частичной релаксацией механического напряжения путем перестройки доменной структуры; концентрация c -доменов уменьшается, а a -доменов - растет. Дифрактограмма аналогичных исследований монокристалла MgO , часто служащей в качестве подложки тонких пленок, приведена на рис. 3. В данном случае наблюдается

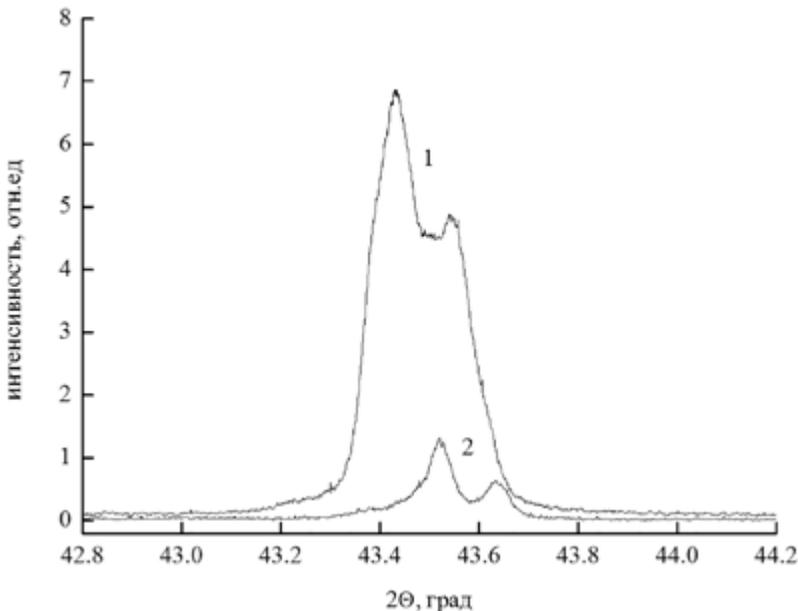


Рис. 2. Дифракционные профили монокристалла $PbTiO_3$: кривая 1 – до одноосного сжатия, кривая 2 – после одноосного сжатия.

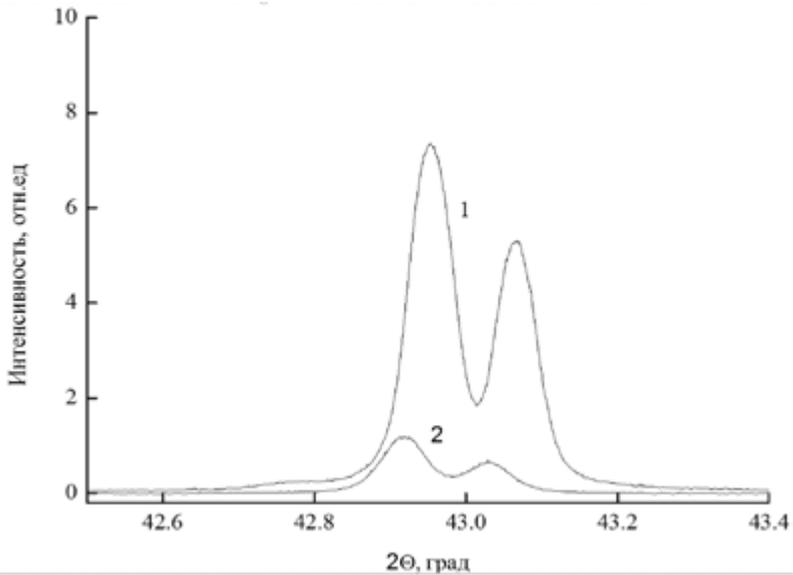


Рис. 3. Дифракционные профили монокристалла MgO: кривая 1 – до одноосного сжатия, кривая 2 – после одноосного сжатия.

сдвиг брэгговского пика рефлекса 200 влево, что обусловлено незначительным увеличением параметра решетки в направлении нормали к поверхности монокристалла. Неоднократная съемка этих кристаллов показала воспроизводимость результатов.

Приставка с успехом может быть применена и для оптических исследований кристаллов в отраженном свете с помощью светового микроскопа, для чего достаточно отделить ее от гониометрической приставки и установить на столике микроскопа.

Выводы

Таким образом, разработана и испытана в работе приставка к рентгеновскому дифрактометру для изучения структурных изменений кристаллических и поликристаллических тел при одноосном статическом сжатии в направлении, параллельном оптической оси гониометра. Максимальные размеры образцов, которых можно исследовать с помощью данной приставки, составляют $10 \times 5 \times 5$ мм, но, в конечном итоге, они определяются геометрическими размерами опор 3 и 4.

Список литературы

1. *Брэдли К.* Применение техники высоких давлений при исследованиях твердого тела. М.: Мир, 1972. 231 с.
2. *Верещагин Л.Ф.* Избранные труды. Твердое тело при высоких давлениях. М.: Наука, 1981. 288 с.
3. Твердые тела под высоким давлением /под ред. В.Пола и Д. Варшауэра М.: Мир, 1966. – 524 с.
4. Механические свойства материалов под высоким давлением / под ред. Х.Л. Пью М.: Мир, 1973, т.1, 296 с.
5. *Хорвиц П., Хилл У.* Искусство схемотехники. М.: Мир, 1998. – 704 с.
6. *Смоленский Г.А., Боков В.А., Исупов В.А., Крайник Н.Н., Пасынков Р.Е., Шур М.С.* Сегнетоэлектрики и антисегнетоэлектрики. Ленинград: Наука, 1971. – 476 с.
7. *Верещагин Л.Ф., Кабалкина С.С.* Рентгеноструктурные исследования при высоком давлении. М.: Наука, 1979. 174 с.

Отделение физических наук

К.Г. Абдулвахидов, И.В. Мардасова, М.А. Витченко,
М.А.Сирота, Б.К. Абдулвахидов, А.В. Солдатов,
П.С. Пляка, Р.А.Захарян, П.И. Ивашкин

**Приставка для рентгеноструктурных исследований
кристаллов при одноосном сжатии**

Формат 60 x 84/16
Гарнитура Таймс
Усл. печ. л. 0,52. Усл. изд. л. 0,18
Тираж 20 экз.

Издатель – Российская академия наук

Подготовлено к печати
Управлением научно-издательской деятельности РАН

Отпечатано на оборудовании Управления делами РАН

Издано в авторской редакции

Издается в соответствии с распоряжением
президиума Российской академии наук
от 24 октября 2017 г. №10106-765,
распространяется бесплатно.