УДК 541.64:620.183:535

УСТАНОВКА ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ НАДМОЛЕКУЛЯРНОЙ СТРУКТУРЫ ПОЛИМЕРОВ МЕТОДОМ МАЛОУГЛОВОГО РАССЕЯНИЯ ПОЛЯРИЗОВАННОГО СВЕТА С ФОТОЭЛЕКТРИЧЕСКОЙ РЕГИСТРАЦИЕЙ

Д. Рашидов, Ю. В. Бресткин, Б. М. Гинзбург

Описан вариант установки для изучения структуры полимеров методом рассеяния света с фотоэлектрической регистрацией. В отличие от ранее предложенных приборов запись распределения интенсивности рассеяния производится при неподвижном полимерном образце и неподвижном фотоэлектронном умножителе.

При исследованиях надмолекулярной структуры полимеров методом рассеяния поляризованного света в последние годы все чаще используется фотоэлектрический способ регистрации рассеянного излучения. По сравнению с фотографической регистрацией такой способ позволяет получать более точную и более детальную информацию о структуре исследуемого объекта. Установки, в которых используется фотоэлектрическая регистрация, описаны в работах [1, 2]. В работе [1] для записи интенсивности рассеяния под различными азимутальными углами требовалось вращение образца, источника света (лазера) и анализатора вокруг первичного пучка, а для записи под различными радиальными углами – перемещение фотоэлектронного умножителя (ФЭУ). В работе [2] запись интенсивности на различных участках дифракционной картины достигалась дискретным перемещением ФЭУ.

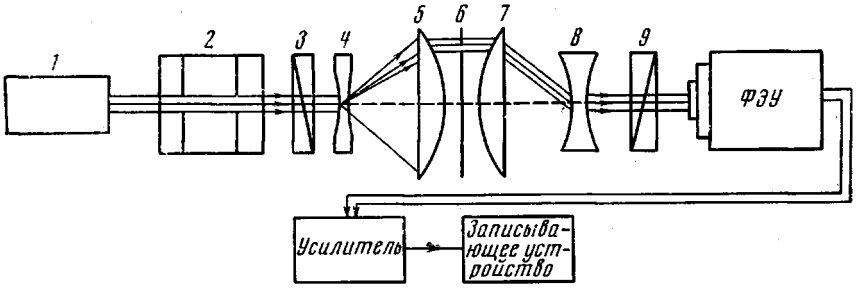

Рис. 1. Принципиальная схема установки

В данной работе описан вариант установки, в которой фотоэлектрическая регистрация производится при неподвижном образце и неподвижном ФЭУ. Отсутствие механических приспособлений, перемещающих ФЭУ, делает установку простой для выполнения, неподвижность образца позволяет легко совместить ее с прибором для термомеханических испытаний образцов. Тем самым становятся возможными одновременные исследования термомеханического поведения полимеров при деформации и происходящих при этом изменений надмолекулярной структуры.

Принципиальная схема установки приведена на рис. 1. Свет от источника *1* после прохождения через коллимационное устройство *2* и поляризатор *3* узким квазипараллельным пучком попадает на исследуемый участок полимерного образца *4*. Рассеянное излучение линзой *5*, передний фокус которой совмещен с образцом, превращается в квазипараллельный пучок. Часть рассеянного излучения отбирается подвижной диафрагмой *6* и после прохождения через линзы *7* и *8* и анализатор *9* попадает на фотокатод ФЭУ. Фотокатод центрирован относительно оптической оси установки. Линзы *7* и *8*, задние фокальные точки которых совмещены, направляют пучок отобранного рассеянного излучения перпендикулярно поверхности фотокатода. Ввиду малости фокусного расстояния отрицательной линзы *8* участок падения лучей даже при большом расстоянии подвижной диафрагмы от оптической оси близок к центру фотокатода. Сигнал с ФЭУ подается на усилитель, после чего поступает на самописец или на осциллограф. Перемещая подвижную диафрагму в плоскости, перпендикулярной оптической оси, можно регистрировать интенсивность рассеяния на различных участках дифрактограммы. Вращение плоскостей колебаний поляризатора и анализатора вокруг первичного пучка позволяет менять состояние поляризации регистрируемого рассеянного излучения.

В собранной нами установке в качестве источника света использован газовый лазер типа ЛГ-56 (λ=6328 Å), в качестве самописца – ЭПП-09; для усиления сигнала с ФЭУ-19 М использован усилитель постоянного тока осциллографа ЭНО-1 *.

* Для согласования усилителя и ЭПП к сопротивлению R_{13} заводской схемы параллельно присоединено сопротивление 820 *ом*.

Благодаря применению лазера коллимационное устройство и поляризатор не требуются. Электрическая схема прибора предусматривает выбор того или иного коэффициента усиления в зависимости от величины подаваемого с ФЭУ сигнала. Положение нуля самописца корректируется подачей калиброванного сигнала на вход усилителя. Прибор характеризуется высоким коэффициентом усиления, низким уровнем шумов и стабильностью показаний.

Индикатрисы рассеяния в малоугловой области строятся в виде линий равных интенсивностей на основании записей азимутальных распределений интенсивности при различных радиальных углах рассеяния. Запись азимутального распределения

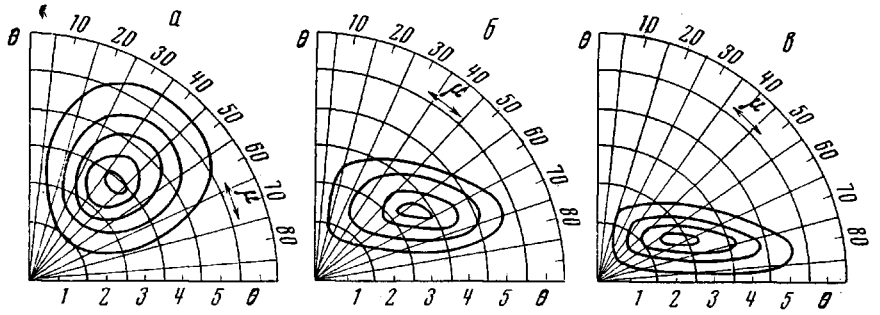

Рис. 2. H_v-индикатрисы рассеяния полиэтиленовой пленки, деформированной до $\lambda=0$ (*а*); 50 (*б*) и 100% (*в*). θ и μ – соответственно радиальный и азимутальный углы рассеяния в градусах, λ – степень растяжения

при фиксированном радиальном угле производится при вращении подвижной диафрагмы вокруг первичного пучка. Скорость вращения согласована со скоростью движения ленты самописца. Переход к другому радиальному углу осуществляется дискретным изменением расстояния подвижной диафрагмы от оптической оси. Этот переход производится автоматически после каждого полного оборота диафрагмы вокруг первичного пучка. Если при записи индикатрисы рассеяния в малоугловой области ограничиться измерениями при шести радиальных углах (это обычно бывает достаточным), полная картина рассеяния может быть записана за 2 мин.

В качестве иллюстрации на рис. 2 представлены полученные таким образом H_v-индикатрисы рассеяния от сферолитосодержащей пленки из полиэтилена высокого давления, деформированной в различной степени. При записи этих картин рассеяния была использована подвижная диафрагма диаметром 0,2 *мм*; сечение первичного пучка – 0,5 *мм*. Это соответствует разрешающей способности установки 20′.

Описанную установку применяли для определения ориентации фибриллоподобных элементов структуры в высокоориентированных образцах полиэтилена. Среднеквадратичный угол разориентации оценивали сопоставлением азимутальных распределений интенсивности при H_v- и V_v-поляризациях.

Как уже было отмечено, установку можно использовать в режиме реодифрактометра, т. е. для одновременного изучения изменений структуры и термомеханического поведения полимеров. С этой целью в пространство между поляризатором *3* и линзой *5* должно быть введено термомеханическое устройство типа, описанного в работе [3]. Поскольку для записи картины рассеяния требуются 2 мин., скорость деформации или скорость подъема температуры не должны быть очень большими.

Совмещая подвижную диафрагму с оптической осью, установку можно использовать и как фотометр для регистрации интенсивности пропускания поляризованного света.

Институт высокомолекулярных соединений
АН СССР

Поступила в редакцию
30 X 1972

ЛИТЕРАТУРА

1. R. J. Samuels, J. Polymer Sci., C13, 37, 1966.
2. Х. Г. Айвазян, В. Г. Баранов, С. Я. Френкель, Высокомолек. соед., A13, 1915, 1971.
3. А. П. Рудаков, Н. Н. Семенов, Механика полимеров, 1965, № 3, 155.