УДК 541.64:539.27

МАЛОУГЛОВАЯ РЕНТГЕНОВСКАЯ КАМЕРА С ФОТОРЕГИСТРАЦИЕЙ ДЛЯ ТЕМПЕРАТУРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ НАГРУЖЕННЫХ ПОЛИМЕРОВ

Саркисов В. Ш., Мясникова Н В., Занегин В. Д., Смирнов В. Д., Герасимов В. И.

Описана приставка к малоугловой камере, позволяющая получать рентгенограммы в малых и больших углах от полимерных образцов, которые находятся под действием механических напряжений при различных температурах. Возможна параллельная запись механических напряжений в образцах. Представлены аналитические выражения для приведения интенсивностей рефлексов на малоугловых рентгенограммах к постоянным значениям рассеивающей массы образца и интенсивности первичного рентгеновского пучка.

Для малоугловой камеры, позволяющей получать одновременно рентгенограммы в больших и малых углах [1], сконструирована и изготовлена приставка для исследования образцов при различных температурах в изометрических условиях с одновременной записью механических напряжений, развивающихся в полимерах. Схема приставки изображена на рис. 1.

Приставка состоит из двух основных блоков — термокамеры и тензометрического устройства. Тензометрическое устройство включает в себя жесткую раму *1* и измерительную стальную пластину *2* с наклеенными на нее проволочными тензодатчиками. Сигналы с тензодатчиков, пропорциональные силе, действующей на пластину, регистрируются усилителем УТ-4-1 и потенциометром КСП-4.

Термокамера устанавливается на раму *1* и состоит из асбоцементного кожуха *3*, в котором расположены нагреватели *4*. Нагреватели со всех сторон окружают медный блок *5*, в котором находится рабочая полость *6*. Медный блок предназначен для выравнивания температурного поля. Образец *7*, закрепленный в зажимах *8*, помещается в рабочую полость. Нижний зажим, проходя через корпус камеры, крепится к нижней части рамы *1*, верхний зажим соединен с измерительной пласти-

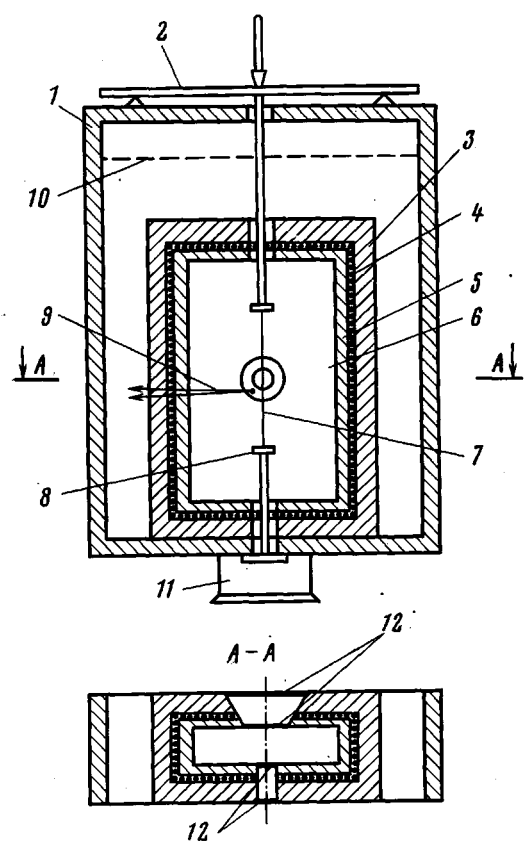

Рис. 1. Температурная приставка для малоугловой камеры: *1* — жесткая рама, *2* — измерительная стальная пластина, *3* — асбоцементный кожух, *4* — нагреватели, *5* — медный блок, *6* — рабочая полость, *7* — образец, *8* — зажимы, *9* — термопара, *10* — защитный экран, *11* — держатель, *12* — слюда

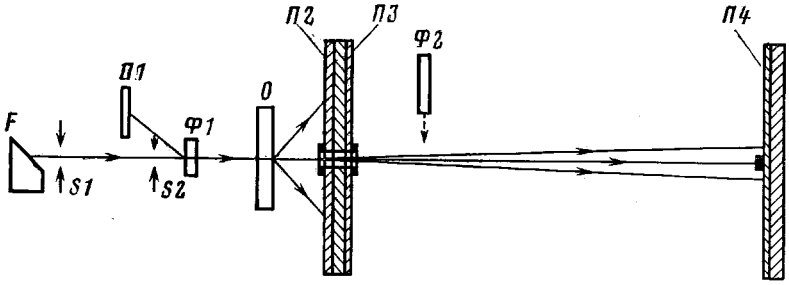

Рис. 2. Схематическое изображение малоугловой камеры. F – фокус рентгеновской трубки; $S1$ и $S2$ – коллимационные диафрагмы (точечные); $\Phi1$ и $\Phi2$ – фильтры из никеля – эталоны 1 и 2; O – образец; $\Pi1$, $\Pi2$, $\Pi3$ и $\Pi4$ – кассеты с пленками

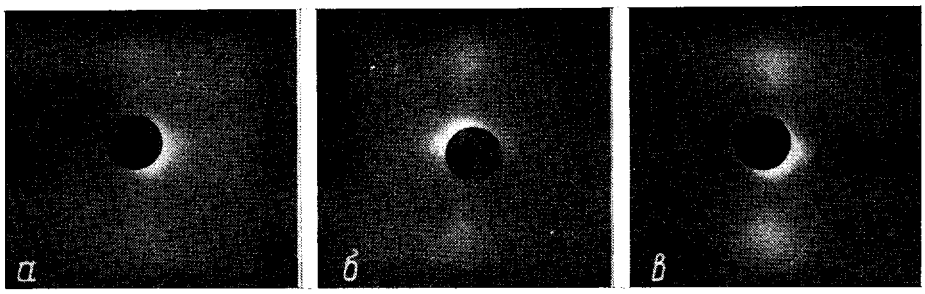

Рис. 3. Малоугловая рентгенограмма упругонагруженных волокон ПКА: *а* – исходный образец, *б* – деформация 5%, *в* – деформация 10%

ной *2*. Измерительная термопара (хромель-копель) *9* расположена в непосредственной близости от образца. Приставка снабжена системой автоматического регулирования температуры. Система регулирования обеспечивает стабилизацию температуры во всем рабочем интервале (20—300°) с точностью ±0,5°. Для уменьшения влияния теплового потока от печки на измерительную планку между ними установлен защитный экран (*10*), состоящий из двух слоев алюминиевой фольги.

Опорная рама *1*, на которой крепятся все элементы приставки, устанавливается в малоугловую камеру при помощи держателя *11*, который, кроме того, служит для установки образца и термокамеры на рентгеновский пучок. Для лучшей теплоизоляции окошки печки закрыты пластинами из тонкой (10 мкм) слюды *12* (диаметр входного окошка 4 мм; угол при вершине, находящейся в центре образца выходного окошка, представляющего собой конус, 100°). Малоугловая камера вместе с приставкой вакуумируется до 10^{-6} МПа. Тепло, выделяемое приставкой, отводится небольшим радиатором, который помещен в камере и охлаждается проточной водой.

Поскольку на интенсивность малоугловых рефлексов кроме структурных параметров существенное влияние оказывают условия съемки, в данной разработке для исключения этого влияния была предусмотрена возможность приведения параметров съемки к некоторым постоянным значениям. Способ нормировки можно установить, если рассмотреть теоретическое выражение для интенсивности малоуглового рефлекса, записанное с учетом поглощения рентгеновского излучения в образце [2, 3]

$$I=I_0N\Phi\exp(-\mu\rho d) \qquad (1)$$

Здесь I, I_0 – интенсивность рассеянного и первичного рентгеновских пучков соответственно; N – число кристаллитов в облучаемом объеме; Φ – функция, включающая в себя форм-фактор кристаллитов, интерференционную функцию, рассеивающую способность электронов, геометрические параметры камеры; μ – массовый коэффициент поглощения; ρ – средняя плотность образца; d – размеры образца вдоль рентгеновского пучка. Величину N можно записать следующим образом:

$$N=Sd\rho K/V_к\rho_к, \qquad (2)$$

где S – сечение рентгеновского пучка; K – массовая степень кристалличности; $V_к$ и $\rho_к$ – объем и плотность кристаллита соответственно; ρ и d – средняя плотность образца и его размеры вдоль пучка. Подставляя выражение для N в формулу (1), получаем

$$I=I_0F\rho d\exp(-\mu\rho d) \qquad (3)$$

Вид функции F легко определяется из сравнения выражений (3) и (1) и (2). Полученная формула (3) по своей структуре близка к формуле, которую впервые использовал Германс с сотр. в работе [4] для нормировки интенсивности, однако

отличается от нее тем, что в нашем случае как предэкспоненциальный множитель, так и сама экспонента содержат произведение ρd. Выражение (3), записанное в таком виде, имеет экстремум при $\rho d=1/\mu$, причем неважно, каким образом достигается эта величина: путем изменения $\rho(d)$ при постоянном $d(\rho)$ или за счет одновременного изменения этих параметров. Произведение ρd соответствует массе образца, приходящейся на единицу сечения первичного пучка. Поскольку сечение первичного пучка для одной и той же рентгеновской камеры не меняется, приведение интенсивности к «единичной рассеивающей массе» можно проводить, потребовав, чтобы $\rho d=1$. В этом случае интенсивность, нормированная к «единичной массе», согласно уравнению (3), запишется в виде

$$I_m=I_0F\exp(-\mu)$$

Подставляя в эту формулу значение произведения I_0F, полученное из уравнения (3), и умножая для симметрии числитель и знаменатель на постоянную для

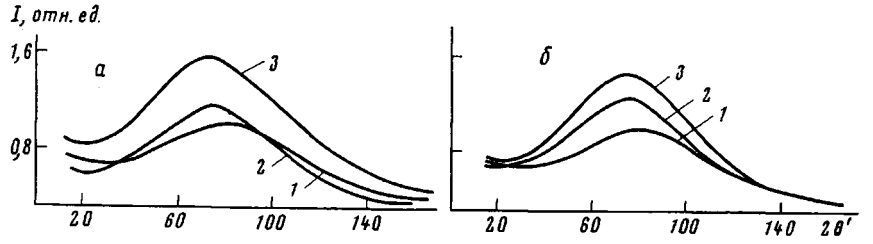

Рис. 4. Результаты фотометрирования рентгенограмм вдоль меридиана для исходных распределений интенсивностей (*а*) и распределения интенсивностей после приведения (*б*) для исходного образца (*1*) и образцов, деформированных на 5 (*2*) и 10% (*3*)

данного полимера величину μ, окончательно имеем

$$I_m=I\mu\exp(-\mu)/\mu\rho d\exp(-\mu\rho d) \qquad (4)$$

В выражении (4) числитель является постоянной величиной для данного полимера, поэтому в случае, когда интенсивность рефлексов изменяется в относительных единицах, а исследуются образцы одного и того же полимера, вместо I_m удобно ввести $Y_m=I_m/\mu\exp(-\mu)$. Множители знаменателя формулы (4) легко находятся из измерений поглощения рентгеновского излучения образцом. Эти измерения можно проводить с помощью ионизационного счетчика [5] или регистрируя на рентгенограммах рассеяние от эталонов, находящихся вдоль рентгеновского пучка до и после исследуемого образца [4]. Для любого способа $\mu\rho d=\ln I_0/I$, где I_0 и I — соответственно интенсивность падающего и прошедшего через образец пучков.

Нормировка на интенсивность первичного пучка обычно проводится путем получения дополнительной рентгенограммы от эталона, установленного перед образцом. При этом если рентгеновские пленки вырезаны из одного листа, экспонируются одинаковое время, вместе обрабатываются, и интенсивности определяются в одной и той же относительной шкале, тогда отношение интенсивностей рефлексов от образца I и от эталона $I_{эт}$ не будет зависеть от интенсивности первичного пучка; т. е. интенсивность малоуглового рефлекса, нормированная к постоянной массе и постоянной интенсивности первичного пучка, может быть найдена из выражения

$$Y_{m,\,i}=Y_m/I_{эт}=I/I_{эт}\mu\rho d\exp(-\mu\rho d) \qquad (5)$$

Для нормировки интенсивности в данной работе, как и в работе [4], использовали схему с двумя эталонами (рис. 2), которая была несколько модифицирована для того, чтобы разместить в малоугловой камере кассеты для регистрации рассеяния под большими углами и достаточно громоздкое устройство для нагревания и механических испытаний образцов.

Для примера на рис. 3 приведены малоугловые рентгенограммы нагруженных волокон ПКА, а на рис. 4 представлены результаты фотометрирования этих рентгенограмм вдоль меридиана и соответствующие кривые после приведения их по формуле (5). Рентгенограммы получены на камере, имеющей следующие параметры: рентгеновская трубка БСВ-10, напряжение 40 кВ; ток 18 мА; диаметры первичного коллиматора 300, второго 250 мкм; расстояние от фокуса до первого коллиматора 48 мм, от фокуса до второго коллиматора 185 мм; образец-пленка для больших углов и образец-пленка для малых углов соответственно 30 и 91 мм; диаметр ловушки 1 мм; угол дифракции от первого и второго эталонов 149° (рис. 2).

ЛИТЕРАТУРА

1. *Герасимов В. И., Цванкин Д. Я.* Приборы и техника эксперимента, 1968, № 2, с. 204.
2. *Вайнштейн Б. К.* Дифракция рентгеновых лучей на цепных молекулах. М.: Изд-во АН СССР, 1963, с. 18, 232.
3. Современная кристаллография / Под ред. Вайнштейна Б. К. М.: Наука, 1979, т. 1, с. 279.
4. *Hermans P. H., Heikens D., Weidinger A.* J. Polymer Sci., 1959, v. 35, № 1, p. 145.
5. *Дмитрук Н. В., Гомза Ю. П., Шилов В. В.* Заводск. лаб., 1983, № 2, с. 63.

Московский государственный
университет им. М. В. Ломоносова

Поступила в редакцию
12.VII.1983

PHOTOREGISTERING SMALL ANGLE X-RAY CAMERA FOR TEMPERATURE-DEPENDENT STUDIES OF POLYMERS UNDER LOAD

Sarkisov V. Sh., Myasnikova N. V., Zanegin V. D., Smirnov V. D., Gerasimov V. I.

Summary

Accessory adjustment for small angle camera, that allows to register X-ray patterns in small and wide angles from mechanically strained polymeric samples at various temperatures, is described. Simultaneous registering of the mechanical strains in the sample is possible. Analytical expressions for reduction of the intensities of small angle reflexes to constant scattering mass of the sample and constant intensity of the initial X-ray beam are presented.