

УДК 539.26

**МОДЕРНИЗАЦИЯ И АВТОМАТИЗАЦИЯ ГОНИОМЕТРИЧЕСКИХ
ПРИСТАВОК ДЛЯ РЕНТГЕНОТЕКСТУРНОГО АНАЛИЗА**

М. Т. Величко, к. т. н., с. н. с., О. Б. Гирин, д. т. н., проф.

*Украинский государственный химико-технологический университет,
г. Днепропетровск*

Введение. Для повышения точности текстурного анализа, выполняемого с использованием рентгеновских дифрактометров, следует модернизировать и автоматизировать системы управления и сбора данных, а также конструкции гониометрических приставок. Реализация поставленной задачи позволит повысить технические характеристики гониометрических приставок рентгеновских дифрактометров, что обеспечит более высокую точность получаемых экспериментальных данных.

Состояние вопроса. Для определения характеристик кристаллографической текстуры образца дополнительно к повороту его вокруг вертикальной оси гониометра на угол θ необходимо иметь возможность точно устанавливать образец относительно еще двух осей поворота, отсчеты по которым определяют его положение в сферической системе координат [1; 2]. С этой целью используют гониометрические приставки (например, ГП-2) к дифрактометрам, которые позволяют решать некоторые задачи рентгенотекстурного анализа.

Применение таких приставок позволяет обеспечить вращение образца вокруг нормали к его поверхности, облучаемой рентгеновскими лучами, и наклон вокруг оси, лежащей в экваториальной плоскости гониометра. Недостатком рентгенотекстурного анализа с использованием таких приставок является сравнительно низкая его точность вследствие необходимости выполнять установку образца вручную и осуществлять движение образца вокруг двух взаимно перпендикулярных осей механическим способом.

Цель работы. Цель данной работы состояла в модернизации и автоматизации гониометрических приставок рентгеновских дифрактометров типа ДРОН, что позволит осуществлять текстурный анализ высокой точности.

Задачи работы. Для достижения указанной цели необходимо было решить следующие задачи:

1) разработать и изготовить гониометрическую приставку для рентгеновских дифрактометров типа ДРОН, позволяющую осуществлять автоматизированный поворот образца вокруг двух взаимно перпендикулярных осей как раздельно, так и одновременно, и при этом непрерывно контролировать угловые положения образца;

2) разработать систему управления шаговыми двигателями гониометрической приставки, обеспечивающую как пошаговый наклон образца вокруг оси, лежащей в экваториальной плоскости гониометра, так и пошаговое или непрерывное вращение образца вокруг нормали к облучаемой поверхности;

3) разработать программно-технический комплекс и алгоритм управления дифрактометром и гониометрической приставкой;

4) реализовать и испытать разработанные комплекс и алгоритм применительно к дифрактометрам типа ДРОН.

Результаты работы. В результате выполненной работы разработана и изготовлена гониометрическая приставка, в которой в отличие от стандартных приставок поворот образца относительно двух взаимно перпендикулярных осей осуществляется автоматически, а угловые положения образца непрерывно контролируются. Для стабилизации задаваемой скорости наклона образца вокруг оси, лежащей в экваториальной плоскости гониометра, на угол ρ от 0 до 70° и многократного вращения его вокруг нормали к облучаемой поверхности на угол φ от 0 до 360° используются шаговые двигатели со счетной позиционной системой, а отсчет угловых координат осуществляется фотоэлектрическими датчиками.

Предложена и обоснована рациональная система управления шаговыми двигателями гониометрической приставки и разработаны алгоритм и программный драйвер прямого цифрового управления исполнительными механизмами в системах сканирования рентгеновского дифрактометра. Разработан программно-технический комплекс управления дифрактометром и гониометрической приставкой, обеспечивающий проведение текстурного анализа металлов на современном уровне.

Так, из рисунка 1 видно, что в процессе рентгено съемки обеспечивается независимое управление каждым из трех двигателей модернизированного комплекса как в пошаговом, так и в непрерывном режимах движения образца вокруг соответствующих осей. Система управления позволяет устанавливать время экспозиции счета импульсов в режиме пошагового перемещения образца от 0,1 до 10 секунд. Кроме того, система управления также обеспечивает автоматическую настройку усилителя-дискриминатора с заданным окном для выбора наиболее оптимального соотношения сигнал-шум при рентгено съемке образца.

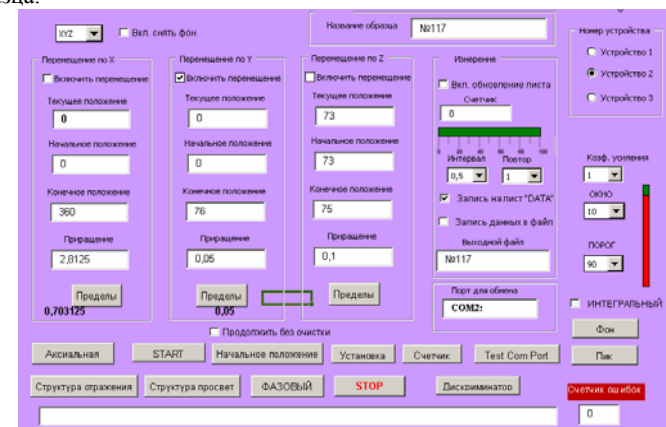


Рис. 1. Панель управления гониометрической приставкой и усилителем-дискриминатором, выведенная на экран монитора

Создано и реализовано на практике рабочее место исследователя при работе на модернизированных и автоматизированных рентгеновских дифрактометрах ДРОН-2 и ДРОН-3М лаборатории рентгенотекстурного анализа кафедры материаловедения Украинского государственного химико-технологического университета.

Для примера представлены экспериментальные результаты анализа текстуры образцов низкоуглеродистой стали марки 08кп после холодной прокатки, полученные на модернизированном и автоматизированном дифрактометре ДРОН-2 в излучении Cr-K_α . Выбор образцов из этой марки стали объясняется тем, что они используются в лабораторных условиях в качестве подложки при электрохимическом осаждении металлов.

Разработанный модуль позволяет производить запись базы данных счетчика импульсов за выбранное время экспозиции при пошаговом перемещении образца с одновременным отражением информации на мониторе компьютера в процессе съемки образца. Так, на рисунке 2 представлена экспериментальная запись текстурной кривой интерференции $\{110\}$ при пошаговом вращении образца вокруг нормали к облучаемой поверхности на угол 360° с последующим автоматическим наклоном образца на заданный угол после завершения цикла полного оборота. Такая запись необходима при прецизионном анализе ограниченной текстуры, которая формируется, например, в прокатанных металлах.

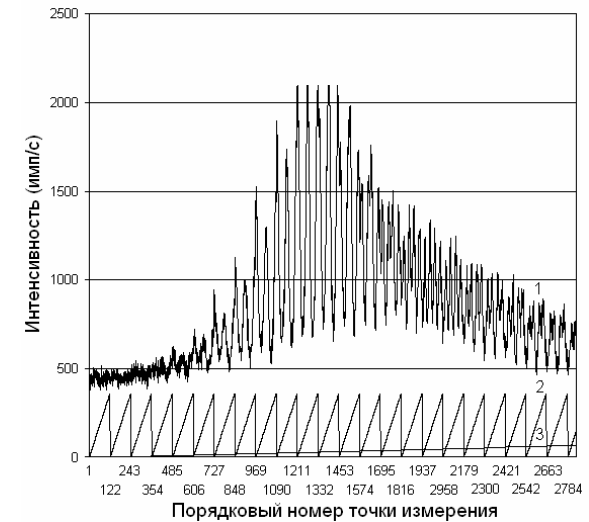


Рис. 2. Экспериментальная запись текстурной кривой интерференции $\{110\}$ стали 08кп, представленная на экране монитора: 1 – текстурная кривая; 2 – изменение угла вращения образца вокруг нормали к облучаемой поверхности; 3 – изменение угла наклона образца вокруг оси, лежащей в экваториальной плоскости гониометра

Аналогичная кривая может быть получена при непрерывном вращении образца вокруг нормали к облучаемой поверхности и пошаговом наклоне его вокруг горизонтальной оси гониометра. Подобная запись целесообразна в случае прецизионного текстурного анализа образцов с аксиальной текстурой (например, электроосажденных металлов).

Прецизионная настройка и небольшие размеры рентгеновского пучка позволяют производить автоматический пошаговый наклон образца до 70° после каждого цикла его вращения на угол 360° . Следует отметить, что в случае необходимости наклон образца можно увеличить вплоть до 76° без снижения качества записи текстурной кривой. При этом размытие рентгеновского пучка не выходит за пределы образца диаметром (или наибольшим размером) 23 мм.

После текстурной записи фона исследуемого образца, а также аналогичной записи эталона (образца с хаотичной ориентировкой зерен) и его фона экспериментальные результаты текстурного анализа образца могут быть представлены в следующем виде (рис. 3).

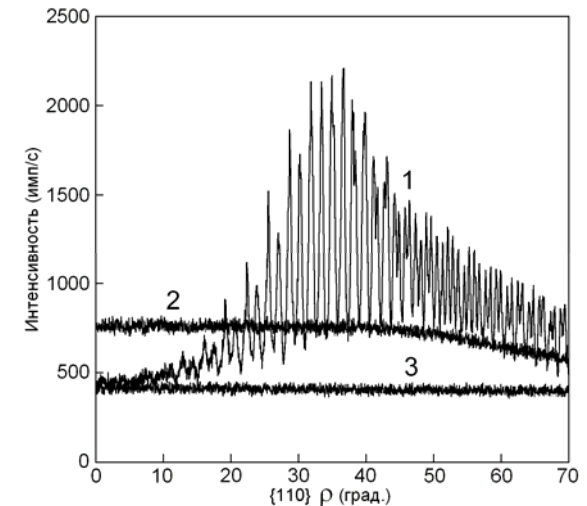


Рис. 3. Текстурная кривая стали 08кп: 1 и 2 – кривые текстурной записи интерференции $\{110\}$ образца и эталона соответственно; 3 – линия фона

В результате анализа прямой полюсной фигуры (110) установлено, что кристаллографическая текстура образца стали 08кп после холодной прокатки описывается следующими преимущественными ориентировками зерен: ограниченными ориентировками (111)[112], (100)[110], (112)[110] и аксиальной ориентировкой с осью [111]. Полученная база данных позволяет выполнять автоматическое построение полюсной фигуры, а при наличии программного обеспечения – проводить анализ текстуры с использованием ФРО [3;4].

Следует отметить, что проведение рентгенотекстурного анализа методом прямых полюсных фигур с использованием модернизированного и автоматизированного оборудования отличается экспрессностью. Так, при высоте горизонтальной щели 1 мм и стандартном режиме работы рентгеновской трубки ($U = 30 \text{ kV}$, $I = 20 \text{ mA}$) время набора интенсивностей, необходимое для корректного воспроизведения сечения полюсной фигуры с шагом по осям φ и ρ , равным 3° в интервале $0^\circ < \rho < 70^\circ$, составляет 15–20 мин.

Имеется также возможность варьирования скоростью вращения образца от 0,1 до 2 об/сек и величиной шага по осям φ и ρ от 1 до 10° . При рентгено съемке текстурных кривых эффекты, связанные с дефокусировкой образца, проявлялись, начиная с угла ρ , равного 50° (поправки на дефокусировку вводили с использованием программных методов).

Таким образом, модернизация и автоматизация гониометрических приставок рентгеновских дифрактометров обеспечивает возможность получения экспериментальных результатов по исследованию кристаллографической текстуры, соответствующих современному уровню развития техники.

ВЫВОДЫ

1. Выполнена модернизация и автоматизация гониометрических приставок рентгеновских дифрактометров, обеспечивающая выполнение рентгено-текстурного анализа металлов на современном уровне.

2. На конкретном примере образца стали марки 08кп показано использование модернизированной и автоматизированной гониометрической приставки для проведения исследования кристаллографической текстуры с высокой точностью.

Литература

1. Engler, O. Introduction to Texture Analysis: Macrotecture, Microtexture, and Orientation Mapping [Text] / O. Engler, V. Randle. – 2nd ed. – Boca Raton : CRC Press, 2010. – 456 p.

2. Randle, V. Microtexture Determination and Its Applications [Text] / V. Randle. – 2nd ed. – Maney, for the Institute of Materials, Minerals and Mining, 2013. – 146 p.

3. Bunge, H.-J. Quantitative Texture Analysis [Text] / H.-J. Bunge, C. Esling. – DGM Informationsgesellschaft Verlag, 1982. – 551 p.

4. Bunge, H.-J. Experimental Techniques of Texture Analysis [Text] / H.-J. Bunge. – DGM Informationsgesellschaft Verlag, 1986. – 442 p.

УДК 539.26

Модернизация и автоматизация гониометрических приставок для рентгенотекстурного анализа / М. Т. Величко, О. Б. Гирич // Металлознание та термічна обробка металів : науков. та інформ. журнал / Д. : ДВНЗ ПДАБА, 2014. – № 1. – С. . – Рис. 3. – Бібліогр.: (4 назви).

Выполнена модернизация и автоматизация гониометрических приставок рентгеновских дифрактометров, обеспечивающая выполнение рентгенотекстурного анализа металлов на современном уровне. На конкретном примере образца стали марки 08кп показано использование модернизированной и автоматизированной гониометрической приставки для проведения исследования кристаллографической текстуры с высокой точностью.

Виконано модернізацію та автоматизацію геометричних приставок рентгеновських дифрактометрів, які забезпечують виконання рентгеноструктурного аналізу металів на сучасному рівні. На конкретному прикладі зразку сталі марки 08кп показано використання модернізованої та автоматизованої гоніометричної приставки для проведення дослідження кристаллографічної текстури з високою точністю.