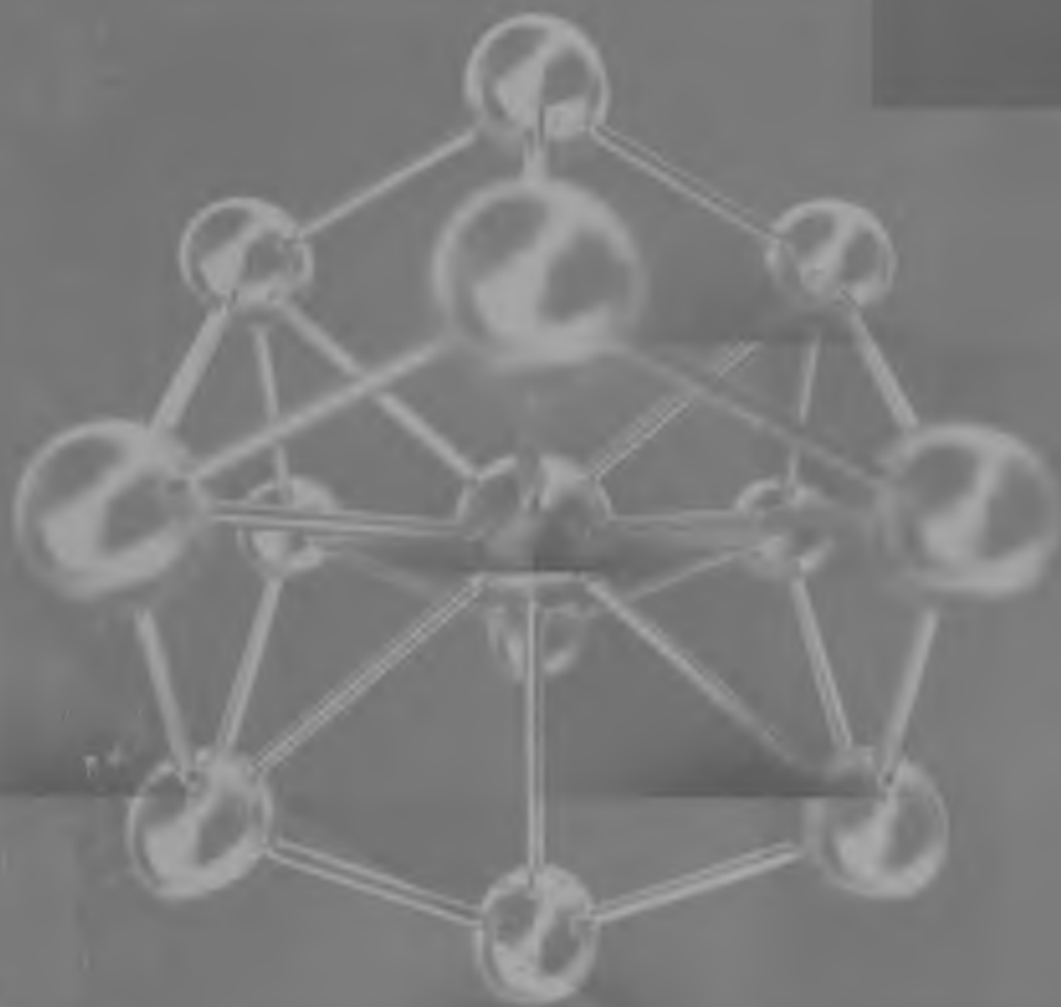




METALLARNI TUZILISHI VA DETALLAR SIFATINI NAZORATI

SH. A. KARIMOV

627.9
K 85

O‘ZBEKISTON RESPUBLIKASI
OLIY VA O‘RTA MAXSUS TA‘LIM VAZIRLIGI

SH.A.KARIMOV

METALLARNI TUZILISHI VA DETALLAR SIFATINI NAZORATI

**O‘zbekiston Respublikasi Oliy va o‘rta maxsus ta‘lim vazirligi
tomonidan darslik sifatida chop etishga tavsiya etilgan**

UO'K: 621.9(075.8)

KBK: 34.3ya73

K 25

K 25

Karimov Sh.A.

Metallarni tuzilishi va detallar sifatini nazorati,
Darslik – T.: «Sano-standart», 2019. – 184 b.

Darslik metall materiallar tuzilishi va ulardan tayyorlangan detallarning sifatini nazorat qilishda qo'llaniladigan elektron mikroskopik, rentgenostrukturaviy, spektral, mikrorentgenostrukturaviy, magnitli, akustik tadqiqot usullarining fizikaviy asoslarini o'rganadi. Tadqiqot qilish usullari tahlil qilingan va tadqiqot obyektlariga qo'yiladigan talablar keltirilgan. Texnikani qo'llash usullari, shu jumladan rastorli va transmission elektron mikroskoplari, tunnel mikroskopi va spektral qurilmalar qo'llaniladigan qurilmalarning ishlash tamoyillari va qurilmalari tavsiflanadi.

Darslik 5320100 – Materialshunoslik va yangi materiallar texnologiyasi yo'nalishi talabalari va 5A320101 – Materialshunoslik va materiallar texnologiyasi mutaxassisligi magistrilariga mo'ljallangan.

Taqrizchilar:

A.C.Risbayev – ToshDTU «Umumiy fizika» kafedrası professori, f.m.f.d.

A.Abidov – OKMK «Nodir metallar va qattiq qotishmalar» ilmiy ishlab chiqarish birlashmasi «Nanotexnologiya va kompozit materiallar» laboratoriyasi bo'lim boshlig'i, PhD.

Tursunqulov O.M. – O'zR Innovatsion rivojlanish vazirligi qoshidagi yuqori texnologiyalar markazi k.i.x., f.m.f.n.

UO'K: 621.9(075.8)

KBK: 34.3ya73

O'zbekiston Respublikasi Oliy va o'rta maxsus ta'lim vazirligining 2019 yil 20-iyuldagi 654-sonli buyrug'iga asosan darslik sifatida nashr etishga ruxsat etildi.

ISBN 978-9943-6116-5-8

83255

© Sh.A. Karimov

© «Sano-standart» nashriyoti, 2019

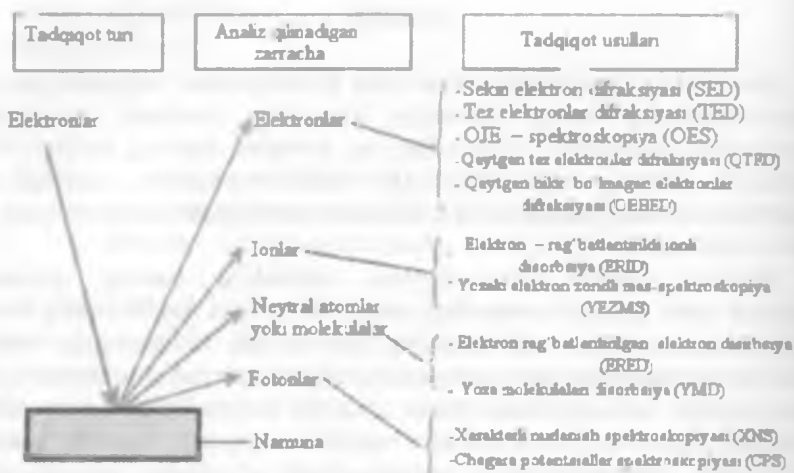
KIRISH

Iste'molchi tomonidan materialdan foydalanishni belgilaydigan eng muhim mezonlar uning (jismoniy, kimyoviy, mexanik, texnologik) xususiyatlari hisoblanadi. Materiallarning xossalari ularning tuzilishi bilan aniqlanadi. Shuning uchun materiallar tarkibini o'rganish, ulardagi turli kamchiliklarni aniqlash va tahlil qilish zamonaviy materialshunosning eng muhim vazifasidir.

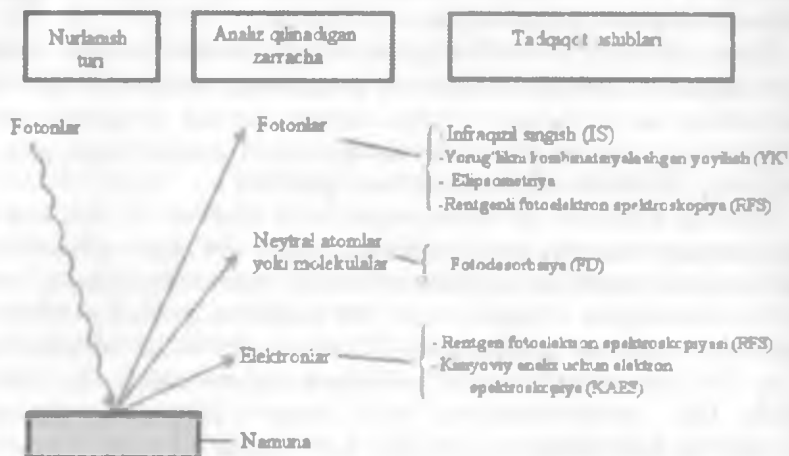
Hozirgi vaqtda materiallarning tuzilishini nazorat qilishning universal usuli yo'q, bu ularning nozik va qo'pol tuzilishining barcha muhim xususiyatlarini baholash imkonini beradi. Mutaxassislar doimiy ravishda takomillashtirilgan va rivojlanayotgan materiallarni nazorat qilish uchun o'nlab turli usullarni taklif qilishdi [15,1]. Zamonaviy asbob-uskunalar bazasini rivojlantirish orqali kompyuter texnologiyasidan foydalanish, tadqiqotchilarning qobiliyatlarini o'stirishda muhim vosita hisoblanadi. O'tgan yillardagi eng yorqin yutuqlar – skanerdan o'tkazish va avtomik kuchni mikroskopik usullarini ishlab chiqishdir. Sinxrotron nurlanishidan foydalanishga asoslangan strukturaviy tadqiqot usullaridan foydalanish katta istiqbolga bog'liq.

Materiallar tarkibiy tahlilining zamonaviy uslublari va sifat nazorati asoslari bir qator jismoniy hodisalar va prinsiplarga asoslanadi. Birlamchi nurlanishning har xil turlari va tahlil qilingan zarralar yordamida metall materiallarning yuzasini o'rganish uchun jismoniy usullar ishlab chiqildi. Misollar K1, K2 va K3-rasmlarda ko'rsatilgan [15].

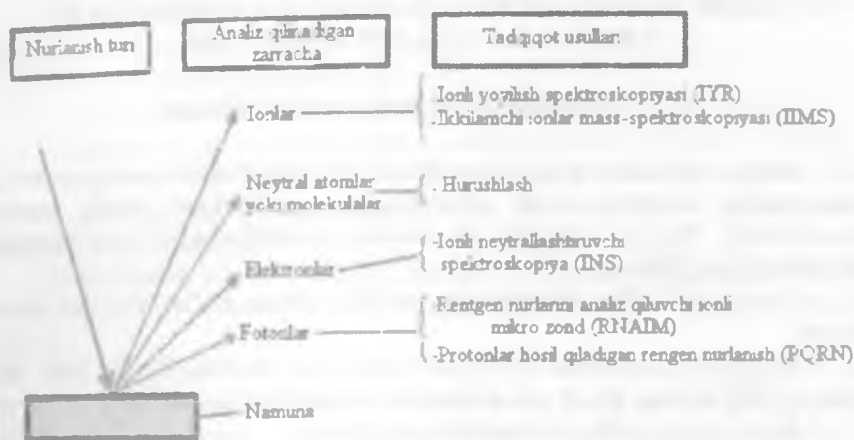
Bugungi kungacha qo'llanilayotgan tizim tahlillari va sifat nazorati keng tarqalgan usullardan biri hisoblanadi. Ushbu ma'lumot tadqiqotchilar tomonidan juda yaxshi qabul qilinadi va tahlil qilish uchun juda qulaydir. Elektron mikroskopm o'tkazish va ko'rish usullarini qo'llash orqali yangi materiallarni olish va turli texnologik jarayonlarni ishlab chiqish bilan bog'liq ko'plab ishlar bajarildi. Elektron mikroskopiga qo'shimcha ravishda, Oje – spektroskopiyasi (AES: Auger Elektron Spectrossory), sekin elektron diffraksiyon usuli (LEED: Low Energy Electron Diffraction), kimyoviy analiz uchun elektronik spektroskopiya (ESCA: Electron Spectroscopy for Chemical Analysis) ikkilamchi ion massasi spektrometrini (SIMS: Secondary Ion Mass Spectrometry) aytib o'tish mumkin.



K1-rasm. Obyektlarning elektron nurlanishiga asoslangan metall sirtlarni tekshirishning fizikaviy usullari.



K2-rasm. Fotonli obyektlarning nurlanishiga asoslangan metall sirtlarni o'rganish uchun fizikaviy usullar.



K3-rasm. Obyektli ionlarning nurlanishiga asoslangan metall sirtlarni o'rganishning fizikaviy usullari.

Darslik «Metallarni tuzilishi va detallar sifatini nazorati» fanini o'rganish 5320100 – «Materialshunoslik va yangi materiallar texnologiyasi» ta'lim yo'nalishi bo'yicha bakalavrlarni tayyorlashda asosiy qo'llanma bo'lishi mumkin. Davlat ta'lim standarti materiallarni sifat nazorati metodikasi, elektron mikroskopik, spektral, mikro-rentgen spektrli, magnit, akustik usullarining fizikaviy asoslarini o'zlashtirishni nazarda tutadi. Standartga muvofiq, muhandis rentgen texnologiyasi, kristallarni tasvirga olish usullarini, kukun usuli, qutb shakllari usuli, skanerlash elektron mikroskopi, mikrokanalizatorlar, magnit nazorat asboblari va uskunalari, akustik emissiya usullari va uskunalari haqida tushunchaga ega bo'lishi kerak. Ushbu materiallar darslikda ixcham shaklda taqdim etilgan.

Darslik tekshirish materiallari tahlil usullarining asosiy xususiyatlarini jamlagan o'nta mustaqil bo'limdan iborat. Har bir bo'lim oxirida uni tayyorlash uchun ishlatiladigan bibliografiyalar ro'yxati keltirilgan. Zarur bo'lganda, tadqiqot materiallarining muayyan uslubini chuqurroq tahlil qilishda o'quvchi ushbu adabiyotga murojaat qilishi mumkin.

1-BOB. METALLARNING TUZILISHI VA XOSSALARI KRISTALL TUZILISH XOSSALARI

1.1. Metallar va ularning asosiy xossalari

Metall va ularning qotishmalari ishlab chiqarishda asosiy material hisoblanadi. Metallar metall yaltiroqligiga ega bo'lgan plastik modda hisoblanadi. Hamma metallar va ularning qotishmalarini 2 ta guruhga bo'lish qabul qilingan:

Temir va uning qotishmalari bo'lib, ularga po'lat va cho'yanlar kiradi.

Qolgan barcha metallar, ya'ni Al, Cu, Ti, Ni, Mo, V, Cr, Mn, Mg, Co, Ag, Sn, W, Hg, Pb, Au va boshqalar rangli metallar deyiladi.

Ko'proq sanoatda qora metallar ishlatiladi.

Konstruksion va asbobsozlik materiallarini kamida 90 – 95% temir asosli qotishmalardan tayyorlanadi. Chunki temir yer yuzida ko'p tarqalgan, narxi qimmat bo'lmagan, yuqori texnologiya va mexanik xossalarga ega bo'lgan metalldir. Rangli metall va qotishmalarning narxi temirga nisbatan ancha qimmatdir. Kobalt, nikel, marganets kabi metallar ham temir guruhidagi metallarga kiritiladi.

Rangli metallar xossasiga va ishlatilishiga qarab, bir qancha guruhlariga bo'linadi:

1) kichik solishtirma og'irlikka (zichlikka) ega bo'lgan yengil rangli metallar bo'lib, ularga Be, Mg, Al, Ti va boshqalar;

2) oson eriydigan rangli metallarga Zn, Cd, Sn, Sb, Hg, Pb, Bi va boshqalar;

3) qiyin eriydigan rangli metallar bo'lib, ularni erish temperaturasi temirga (1539° C) nisbatan yuqori – Ti, Cr, Jr, Mo, W, V va boshqalar;

4) kimyoviy inertlikka ega bo'lgan, nodir metallar – Ph, Pd, Ag, Os, Pt, Au va boshqalar;

5) atom texnikasida qo'llaniladigan uran metallar – U, Th, Pa; siyrak yer metallari;

6) ishqor yer metallar – Li, Na, K ular asosan yadro reaktorlarda issiqlik tashuvchilar bo'lib xizmat qiladi.

Hamma metallar va ularning qotishmalari kristall jismlar hisoblanadi. Metallarda atomlar (ionlar) ma'lum tartibda joylashgan bo'ladi. Amorf jismlarning atomlari esa betartib joylashgan.

Hamma metallar qattiq holatda va qisman suyuq holatda quyidagi xossalarga ega bo'ladi:

- yuqori issiqlik va elektr o'tkazuvchanlikka;
- elektr qarshilikni temperatura koeffitsiyentiga;

– termoelektron emissiyasiga, ya'ni qizdirilganda o'zidan elektron chiqarish qobiliyatiga;

– yaxshi metall yaltiroqlikka;

– yaxshi plastik deformatsiyaning qobiliyatiga va boshqalarga.

Yuqorida qayd etilgan xossalarni moddaning metall holatini ko'rsatadi.

Oddiy struktura holatdagi toza metallar kichik mustahkamlikka ega bo'lib, talab qilingan xossani ta'minlay bera olmagan uchun, ular sanoatda kam ishlatiladi.

Qotishmalar esa ko'proq qo'llaniladi. Qotishma deb, kamida ikkita va undan ortiq metallar yoki nometallardan tashkil topgan moddaga aytiladi.

Qotishmalarni hosil qiluvchi kimyoviy elementlar komponentlar deyiladi. Ular kamida ikkita va undan ortiq komponentlardan tashkil topadi. Qotishmalarga misol qilib, po'lat, cho'yan, latun va bronzalarni keltirish mumkin.

Jism qotishmaning tuzilishi tabiiylariga qaraganda ancha murakkabdir.

«Metallshunoslik asoslari» fanida «sistema» (tizim), «faza» va «struktura» degan tushunchalar ham ko'p ishlatiladi.

Sistema – muvozanat holatdagi fazalarning yig'indisi.

Faza – bir xil tarkibga, kristall tuzilishga, xossaga va agregat holatga ega bo'lgan sistemaning bir xil (gomogen) tarkibiy qismidir.

Struktura – metall va qotishmalardagi fazalarini shakli, o'lchovi va o'zaro joylashish xarakterini ko'rsatuvchi tomonidir.

1.2. Metallarning kristall tuzilishi

Sanoatda turli xil detallarni tayyorlash uchun metall tanlashda, uning kimyoviy tarkibi, tuzilishi, mexanik, fizik-kimyoviy va texnologik xossalarni bilish, shuningdek undan foydalanish sharoitlarini, mashinalarining ishlash xususiyati hamda puxtaligiga ta'sir qiluvchi kuch va boshqa omillarni hisobga olish zarur.

Ushbu bobda metall va ularning qotishmalarining tarkibi, tuzilishi bilan xossalari o'zaro bog'langan holda o'rganiladi.

Atomlarning o'zaro joylashishiga qarab, amorf va qattiq jismlar bo'ladi. Kristall jismlar qizdirilganda ma'lum temperaturagacha (suyuqlanish temperaturasigacha) qattiq kristall holatda qoladi, bu temperatura-dan ozgina ko'tarilganda esa, ular suyuq holatga o'tishi mumkin. Amorf jismlar qizdirilganda katta temperatura oralig'ida yumshaydi; avval ular qovushqoq bo'lib qoladi, so'ngra suyuq holatga o'tadi.

Barcha metallar va ularning qotishmalari kristall jismlar hisoblanadi.

Metallarning kristall strukturasi bayon etish uchun kristall panjara tushunchasidan foydalaniladi. Kristall panjara bu xayoliy fazoviy to'rt burchak, uning tugunlarida metall hosil qiluvchi atomlar (ionlar) joylashadi. Kristallni hosil qiluvchi modda zarralari (ionlar, atomlar) fazoda davriy ravishda takrorlanib turadigan ma'lum geometrik tartibda joylashgan bo'ladi. Amorf jismlarda atomlar fazoda betartib, xotik tarzda joylashgan. Bunday jismlarga shisha, smola, kanifol, yelim kabilar kiradi.

Moddalarning kristall panjara tugunlarida joylashgan zarrachalarning xiliga hamda ularni o'zaro bog'lovchi kuchlarga ko'ra molekular, atom, ion va metall bog'lanishlarga ajratiladi.

Molekular bog'lanishda kristall panjara tugunlaridagi molekular o'zaro molekular kuchlar hisobiga bog'lanadi. Bu bog'lanish moddalariga asosan metalmas materiallar, organik va bir qancha anorganik moddalar kiradi. Bu moddalar molekularini o'zaro bog'lovchi kuchlari kichikligi sababli, ular unchalik puxta va qattiq bo'lmaydi, oson suyuqlanadi.

Atom bog'lanishda kristall panjara tugunlarida joylashgan atomlar o'zaro tortishish kuchlar hisobiga bog'lanadi. Bu bog'lanishdagi moddalarga asosan olmos, kremniy va ba'zi neorganik birikmalar kirib, ular juda qattiq, suyuqlanish temperaturasi yuqori bo'lib, amalda hech qanday eritmalarda erimaydi.

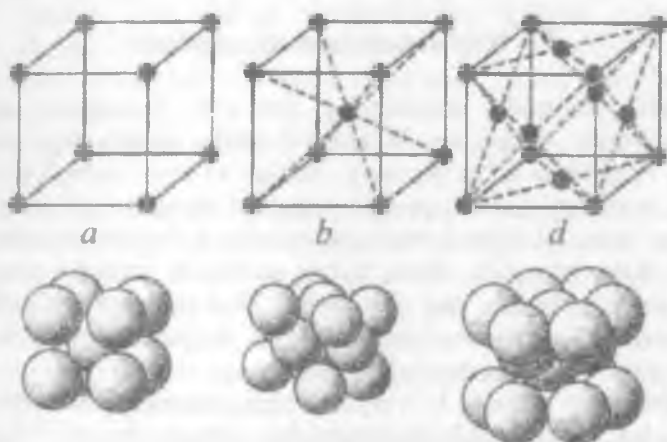
Ion bog'lanishda kristall panjara tugunlarida musbat va manfiy zaryadli ionlar ketma-ket tartibda joylashib, o'zaro elektrostatik tortishish kuchlari hisobiga bog'lanadi. Ion bog'lanishli moddalarga tuzlar va ba'zi oksidlar misol bo'ladi. Bu moddalar molekular bog'lanishdagi moddalarga nisbatan puxtaroq bo'lib, suyuqlanish temperaturasi yuqoridir.

Metall bog'lanishda kristall panjara tugunlarida metall atomlarining musbat ionlari joylashib, ular orasida esa elektronlar erkin harakat qilib o'zaro bog'lanadi. Ana shu metall bog'lanishdan kelib chiqib, metallda kristall panjara quyidagicha shakllanishini ko'rib chiqamiz. Metall suyuq holatdan qattiq holatga o'tayotganda, atomlar orasidagi masofa qisqaradi, ularning o'zaro ta'sir kuehi ham ortadi. Atomlarning o'zaro ta'sirlashish xarakteri, ularning tashqi elektron qobiqlarining tuzilishi bilan aniqlanadi. Atomlar yaqinlashganda bir atomning valentli elektronini boshqa atomning musbat zaryadlangan yadrosiga o'tishi natijasida tashqi qobiqda joylashgan elektronlarning o'z atomlari bilan bog'lanishi yo'qoladi. Hech bir atomga tegishli bo'lmagan erkin elektronlar hosil bo'la boshlaydi. Shunday qilib, qattiq holatdagi metall erkin elektronlar bilan qurshab olingan musbat zaryadlangan ionlardan tashkil topgan strukturadan iborat bo'ladi. Metalldagi bog'lanish elektrostatik kuchlar bilan amalga oshiriladi, ionlar va erkin elektronlar o'rtasida elektrostatik tortishish kuchlar hosil bo'ladi, bu kuchlar ionlarni to'plab turadi. Metallda ionlar

ma'lum tartibda joylashib, kristall panjara hosil qiladi. Ionlarning bunday joylashishi, ularning valentli elektronlar bilan o'zaro ta'siri hisobiga ta'minlanadi. Valentli elektronlar ionlarni kristall panjarada ushlab turadi.

Sanoatda ishlatiladigan metallarda quyidagi kristall panjaralar keng tarqalgan: (1.1-rasm): hajmi markazlashgan kub panjara (1.1-rasm, a); yoqlari markazlashgan kub panjara (1.1-rasm, b); geksagonal panjara (1.1-rasm, d).

Hajmi markazlashgan kub panjara 9 ta atom bo'lib, ulardan 8 tasi panjaraning uchlarida, 1 tasi markazida joylashgan. Bunday panjaraga xrom, volfram, vanadiy, 1400°C dan yuqori va 900°C gacha temperatura-da temir ga bo'ladi (1.1-rasm, a).



1.1-rasm. Fazoviy kristall panjaralar:

a-hajm markazlashgan kub panjara; b-yoqlari markazlashgan kub panjara; d-geksagonal panjara.

Yoqlari markazlashgan kub panjarada 14 ta atom bo'ladi, bulardan 8 tasi kub uchlarida va 1 tadan har bir yoq markazida joylashgan bo'ladi. Bu panjaraga 900°C dan 1400°C gacha temperatura oralig'ida Fe hamda Cu, Ni, Al va boshqalar ega bo'ladi (1.1-rasm, b).

Olti yoqli prizma ko'rinishidagi geksagonal panjarada 17 ta atom bo'ladi, bundan 12 tasi prizma uchlarida, 2 tasi prizma asoslari markazida, 3 tasi prizma ichida joylashadi. Bunday panjara magniy, rux kabi metallarda uchraydi (1.1-rasm, d).

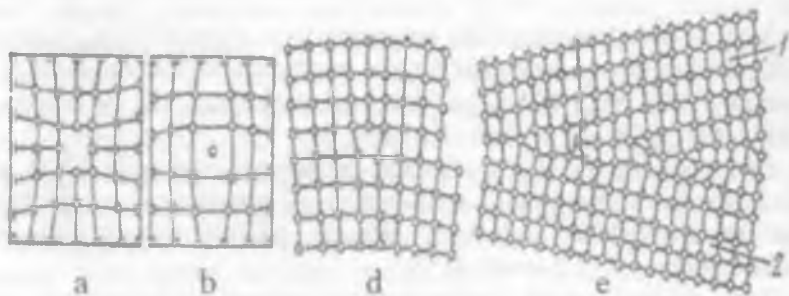
Turli turdagi kristall panjaralarda atomlarni egallagan joyi, ya'ni zichligi har xil bo'ladi. Masalan, yoqlari markazlashgan kub va geksagonal panjaralarda atomlar 74%, hajmi markazlashgan kub kristall panjarada esa 68% joyni egallaydi.

Kristall panjarani o'lchamlari panjarani davri (parametr) orqali xarakterlanadi. Panjara davri elementar yacheyka tomonlaridagi atomlar orasidagi masofadir. Panjara davri nanometrlarda o'lchanadi ($1 \text{ nm} = 10^{-9} \text{ m} = 0,1 \text{ \AA}$). Kub panjaraning davri kub tomoni bilan xarakterlanadi, geksogonal panjaraniki esa olti burchakni tomoni va prizmaning balandligi bilan xarakterlanadi. Bundan tashqari, elementar kristall yacheyka koordinatsion son bilan ham ifodalanadi. Koordinatsion son tanlangan atomga nisbatan eng yaqin turgan atomlar sonidir. Hajm markazlashgan kub kristall panjarada koordinatsion son 8 ga teng bo'lsa, yoqlari markazlashgan kub kristall va geksogonal panjarada esa bu son 12 ga teng bo'ladi.

1.3. Kristall panjaradagi nuqsonlar

Kristall panjarada atomlarning noto'g'ri joylashishi oqibatida, kristallarda doim nuqsonlar bo'ladi. Kristall tuzilishidagi nuqsonlar geometrik belgilariga ko'ra nuqtaviy, chiziqli va sirtqi bo'ladi (1.2-rasm). Ma'lumki atomlarni kristall panjara tugunlari atrofida tebranma harakat amplitudasi ortadi. Ushbu kristall panjaraning ko'pgina atomlari bir xil amplituda bilan tebranadi. Biroq ayrim atomlarda o'rtacha energiyadan ko'proq energiya bo'lib, ular bir yerdan boshqa joyga suriladi. Sirtqi qatlam atomlari juda oson surilib, sirtga chiqadi. Bunday atomning egallagan o'rni vakansiya deyiladi (1.2-rasm, a).

Ma'lum vaqt o'tgach, bu yerga qo'shni qatlamning atomlaridan biri suriladi va h.k. Vakansiya kristallning ichki qismiga siljiydi. Temperatura ko'tarilishi bilan vakansiyalar soni ortadi va ular ko'pincha bir tugundan, ikkinchi tugunga suriladi. Metallarda sodir bo'ladigan diffuzion jarayonlarda vakansiyalar muhim rol o'ynaydi.



1.2-rasm. Kristallardagi nuqsonlar: a-vakansiya, b-singdirilgan atom, d-chegaraviy chiziqli dislokatsiya, e-1 va 2 zarra chegarasida atomlarning noto'g'ri joylashishi.

Kristall panjara tugunidagi atom (1.2-rasm, b) va o'ini almashtirgan atom nuqtaviy nuqsonlarga kiradi. Kristall panjarada bir metall atomining o'ini boshqa begona atom egallab olganda o'ini almashtirgan atom hosil bo'ladi.

Kristall panjarada nuqtaviy nuqsonlar mahalliy qiyshayishlar hosil qiladi.

Chiziqli nuqsonlar kristall panjaraning bir qismi, boshqa qismiga nisbatan bir atom oraliqli masofasiga surilganda paydo bo'ladi; surilish u yoki bu tekislikda atomlar qatori pastki qismiga nisbatan bittaga ko'p bo'lgan panjaraning yuqorigi qismida sodir bo'ladi. Bunda panjaraning yuqorigi qismida go'yo ortiqcha atom tekisligi (ekstrotekislik) paydo bo'ladi. Surilish yo'nalishiga perpendikular bo'lgan elektrotekislik chekkasi chegara yoki chiziqli dislokatsiya deb ataladi (1.2-rasm, d). Dislokatsiyaning uzunligi bir necha ming atom oraliq masofasiga teng bo'lishi mumkin.

Dislokatsiya eng kichik o'lchamga ega bo'lib, bir necha atom oraliq'iga tengdir.

Dislokatsiya zonasida kristall panjara elastik buzilgan bo'ladi, chunki bu zonadagi atomlar o'zining muvozanat holatiga nisbatan surilgandir. Dislokatsiyalar uchun, ularni yengil suriluvchanligi xarakterlidir. Bu holat dislokatsiyaning hosil qiluvchi atomlarning muvozanat holatga surilishiga intilishi bilan tushuntiriladi. Dislokatsiyalar metallarning kristallanishi jarayonida, plastik deformatsiyalanganda, termik ishlov berilganda va boshqa holatlarda hosil bo'ladi.

Sirtqi nuqsonlar ayrim kristallar orasidagi bo'linish chegarasidan iborat (1.2-rasm, e) bo'lib, bu bo'linish chegarasida kristall atomlari hajmining boshqa yerdagiga nisbatan noto'g'riroq joylashishi oqibatida kuzatiladi. Bo'linish chegaralarida dislokatsiya va vakansiyalar to'planadi, atomlarning joylashish tartibini ko'proq buziladi. Bunda kristallarning yo'nalishlari buzilgan bo'lib, ular bir-biriga nisbatan bir necha o'nlab gradusga burilishi mumkin. Kristall panjaradagi nuqsonlar metall xossalriga katta ta'sir ko'rsatadi.

Kristallar anizotropiyasi. Metallarning o'ziga xos xususiyatlaridan biri kristall panjara tekisliklarining turli yo'nalishlarida mexanik xossalaring bir xil emasligidir. Metallarning bu xossasi anizotropik deyiladi. Bu panjaraning turli tekisliklarida atomlarning turli zichlikda joylashganligi va atomlar orasidagi masofalarning bir xil emasligi bilan tushuntiriladi.

Anizotropiya xossasi monokristalllarda, ya'ni zarralari butun hajm bo'ylab bir xil joylashgan yakka kristalllarda joylanishda muhimdir. Monokristallar to'g'ri kristall qirralarga ega bo'lib, mexanik, elektr va

boshqa fizik xossalariga ko'ra ham anizotropdir. Masalan, mis monokristallining mustahkamligi panjaraning tekisligida 140 MPa bo'lsa, ikkinchi tekisligida 330 MPa, plastikliги esa turlicha. Metallarga termik ishlov berish yo'li bilan panjaraning barcha tekisliklarida bir xil xossalarga erishish mumkin. Anizotroplik metallning magnit va elektr xossalari, allotropiya kabi xossalarini o'zgartirish imkonini beradi.

1.4. Metallar strukturasi (tuzilishini) o'rganish usullari

Metall materiallar uchun an'anaviy metodik usullarni qo'llashda metall va qotishmalar tomonidan olingan kristallining strukturasi. Amorf holat maxsus texnologik jarayonlarni qo'llash orqali amalga oshiriladi va suyuq metallning juda sovuqqina tezligi bilan ajralib turadigan, kamdan-kam holda uchraydi. Materiallar ideal kristall panjaraga ega bo'lsa, olimlar (metall ishchilari) vazifalari ancha soddalashtiriladi. To'g'ri, bu haqiqiy materiallarga xos bo'lgan ko'plab afzalliklarni yo'qotadi. Aslida, metall materiallar kristall tuzilishida juda ko'p nuqsonlar mavjud. Bu kabi nuqsonlar quyidagilardir: donalarning chegaralari, subdona, zichlanish nuqsonlari, dvoyniklar, fazalararo chegaralar, dislokatsiyalar, disklinatsiyalar, vakansiyalar, kirib borgan va o'zgartirilgan atomlar, kraudionlar, g'ovakliklar, yoriqlar, metall bo'lmagan qo'shimchalar va boshqalar.

«Metall tuzilishi va sifatini nazorat qilish» tushunchasi atomlarning kristalli to'rlarida va hozirgi kristall strukturasiidagi nuqsonlarning kombinatsiyasi bilan ideal tuzilishi aniqlanadi. Metall va qotishmalarning ko'pgina muhim xususiyatlari, shu jumladan mustahkamlik, plastiklik, yorilishga qarshiligi, yeyilishbardoshligi ulardagi nuqsonlarga, ularning turiga, miqdori va hajmiga bog'liq.

Haqiqiy tuzilma ishlab chiqarish texnologiyasi yoki keyinchalik metall materiallarni qayta ishlash yo'li bilan aniqlanadi. Texnologik jarayonni o'zgartirib, materialning nuqsonli holatidan foydalangan holda uning tarkibini o'zgartirishi va natijada turli mexanik xususiyatlarning kompleksini o'zgartirish mumkin. Shunday qilib, materialning noto'g'ri tuzilishini tashqi ta'sir etish (bosim, issiqlik va kimyoviy-termik davolash, radiatsion ta'sir) orqali uning xususiyatlarini samarali boshqarish mumkin. Bu aslida metall va qotishmalarni ishlab chiqarishning texnologik jarayonining har bir bosqichida yoki ulardagi mahsulotlarning, materiallarning tuzilish holatini nazorat qilishni talab qiladi.

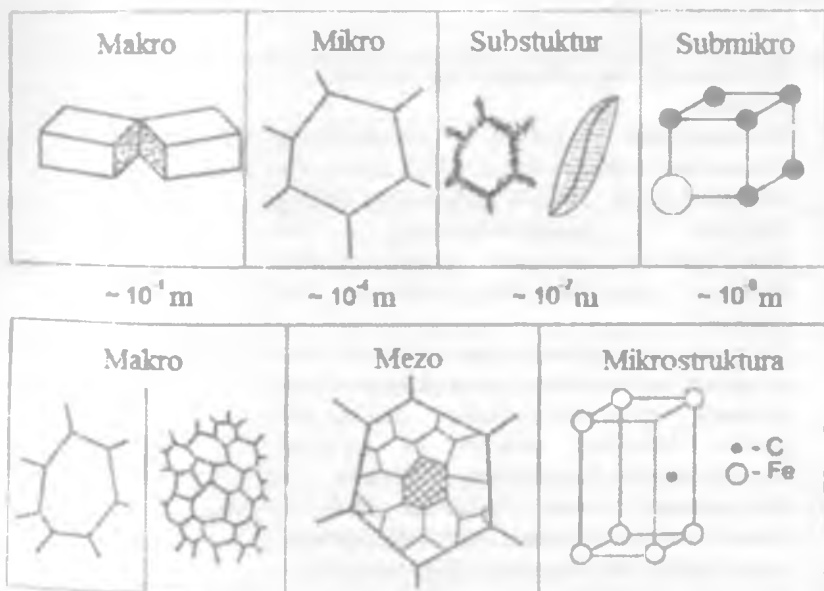
Muhim vazifa – tadqiqot usulini tanlash. Ko'plab mashhur usullardan iste'molchi (dizayner) uchun eng qiziqarli xususiyatlarni aniqlashga imkon beradigan usulni birini tanlashingiz kerak. Materiallarning kristall

strukturasidagi barcha nuqsonlarni aniqlash juda qiyin vazifadir. Ko'pgina hollarda bunday global vazifa belgilanmaydi, lekin muayyan vazifani hal qilish bilan chegaralanadi.

Kristall strukturasidagi nuqsonlarning eng muhim parametrlaridan biri ularning o'lchamlari hisoblanadi. Kattaligiga qarab, ularning o'qitish usullarini tanlash kerak.

O'lchov darajasi bilan bog'liq muammo subyektiv, terminologik xususiyatga egadir. Ba'zi mualliflarda materiallar tarkibining turli detallarga mos keladigan bir xil atama bilan atalishi mumkin. Shuning uchun strukturaning masshtab darajasidagi terminologiyasiga juda ehtiyotkorlik bilan ishlangan bo'lishi kerak. quyida taniqli ekspertlar tomonidan tavsiya etilgan struktura nuqsonlari tasniflanadi.

Professor L.I.Tushinskiy an'anaviy tasnifni ajratib oladi, unda makro-, mikro, subklinik va submikroskopik darajalar mavjud, yangi tasnif, makro, mezo va mikro strukturali darajalar [24]. Belgilangan darajalarni ifodalovchi strukturaning tafsilotlari sxematik tarzda 1.3-rasm-da keltirilgan.



1.3-rasm. Materiallar strukturasining irarxiyasi: yuqori qator an'anaviy klassifikatsiya; pastki qator yangi klassifikatsiya (ma lumotlar L.I.Tushinskiyniki).

Professor E.V.Kozlova va N.V.Konevoy tomonidan mikro, mezo va so'1 darajalariga qo'shimcha ravishda don miqdori alohida ajratiladi. Jadvaldagi har bir shkala darajasi uchun. 1.1-jadvalda strukturaning xarakterli tafsilotlarini ko'rsatadi [5].

Materiallarning strukturasi o'rganish uchun o'lehovlar darajasining boshqa tasnifi va tegishli uslublar 1.2-jadvalda keltirilgan [3]. Mualliflar

D. Brandon va U. Kaplan makro, mezo, mikro va nano-darajali darajalarni ajratib turadilar.

Tasniflash uchun boshqa variantlar mavjud. Shuning uchun, o'lehov darajasini ifodalovchi har qanday atamadan foydalanib, materialning tuzilishiga mos keladigan tafsilotlarni tushuntirish mantiqiy bo'ladi.

Strukturaviy darajalarni tasniflash N.A. Konevoy va E.V. Kozlov bo'yicha

1.1-jadval

№ p/p	Nomlanishi	Mashtab	Klassifi-katsiya
1	Vakansiya, atom	2...3 Å	Mikro-darajada
2	Burilish, chegarasi	5...50 Å	
3	Dislokatsiya, dona chegarasidagi pog'ona, kraudion	100 Å	
4	Dislokatsiyalar guruhi, dislokatsiyalar chirmashiqi, siljish polosasi, siljish zonasi, dislokatsion devor, alohida dislokatsiya tipidagi hosilalar, donalarchegarasi. Domenchegaralari. Vakansion, atomikva aralash klasterlar, segregatsiyalar, ikkinchi faza zarralari	100... 1000 Å	Mezo-daraja
5	Yacheyka, dislokatsion tugun va dipol, polosa va polasali substruktura, qayta tiklanish mikro-polosasi, mikroikkilamchilar, disklinatsiya guruhi. Martensit plitalari va reykalari. Mozaik bloklar, fragmenitlar, subdonalar	0,1... 1,0 mkm	
6	Dislokatsion ansambl. Uchastok Dona va monokristall uchastkasi. Paket reek Martensit reyka paketi. Siljish zonasi, siljish sistemasi	1mm...20 mkm	
7	Dona. Dendrit. Siljish zonasi, siljish sistemasi	10...200 mkm	Dona darajasi
8	Donalar guruxi. Kompozit tolasi	0,2...0,5 mm	Makro-daraja
9	Namuna uchastkasi	1 mm	
10	Oynadagi namuna	mm...sm	

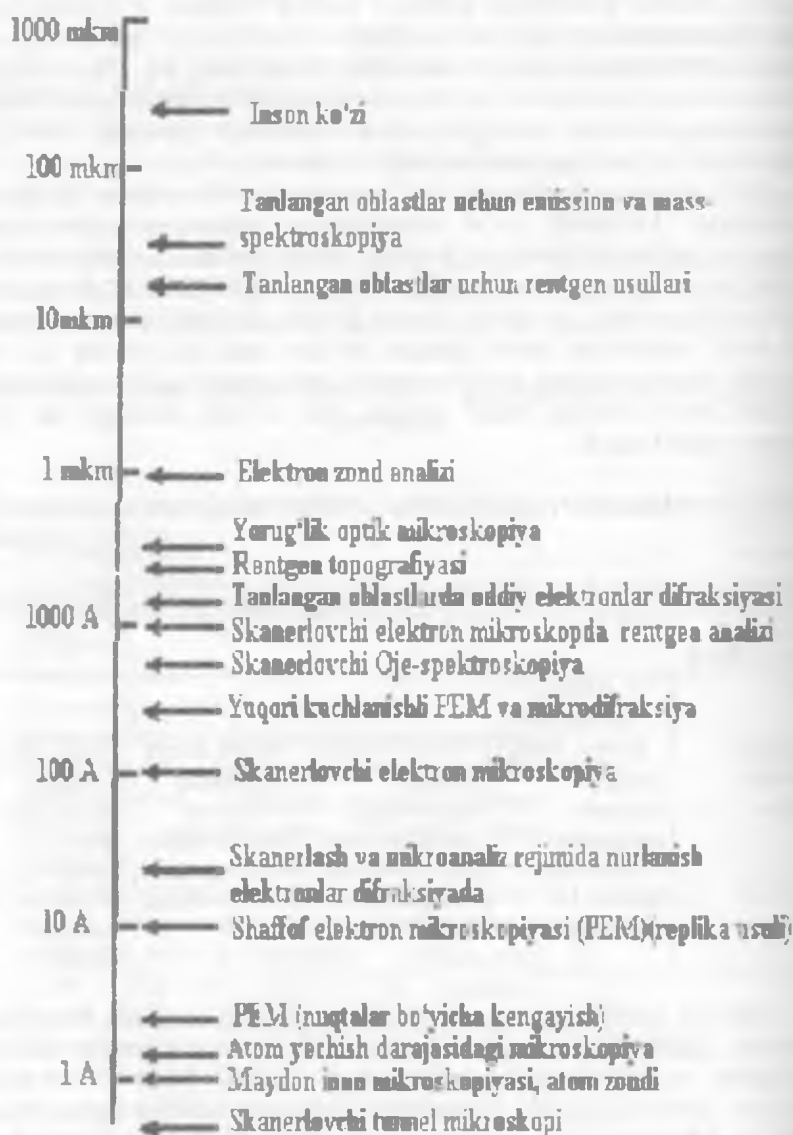
1.2-jadvalda keltirilgan tadqiqot usulini tanlash, o'rganilayotgan obyekt strukturasi miqyosi darajasiga va aniqroq o'rganilishi kerak bo'lgan strukturaning odatiy tafsilotlari bilan bog'liq. Shu nuqtayi nazardan, ushbu masalani ko'rib chiqish vositasida hal qilish zarur. Obyekt strukturasi ikkita ulashgan qismi orasidagi minimal masofani xarakterlaydi, bu alohida-alohida ajratilishi mumkin.

J.W. Rayleigh, obyektning ikki nuqtasi alohida-alohida farqlanishi mumkinligini ko'rsatdi, ya'ni nuqtalarning bittasining rasm intensivligining maksimal darajasi boshqa nuqta intensivligining birinchi minimal darajasiga to'g'ri kelib qolsa, ular yechilishi mumkin. Inson ko'zi tasviri millimetrning bir necha o'ndan biridan farqlash imkonini beradi. Inson ko'zi tomonidan qabul qilingan to'lqin uzunligi 0,4 dan 0,7 mm oralig'ida (quyuq rangdan qizil ranggacha rang oralig'i). Inson ko'zining maksimal sezuvchanligi yashil rangga ega, to'lqin uzunligi esa 0,56 mikronni tashkil qiladi.

Tegishli strukturani o'rganish uchun o'lchov darajalari va usullari [2] 1.2-jadval

Masshtab	Makro-daraja	Mezo-daraja	Mikro-daraja	Nano-daraja
Odatdagi kattalashtirish	$\times 1$	$\times 10^2$	$\times 10^4$	$\times 10^6$
Usul	Vizual tekshirish			
Masshtab	Makro daraja	Mezo- daraja	Mikro daraja	Nano- daraja
Odatdagi detallar	Ishlab chiqarish nuqsonlari G'ovakliklar, darzlar va Qo'shimchalar	Boshqa fazalarning dona va zarra- lari Faza mor- fologiyasi va anizotropiyasi	Subdonalar strukturasi Dona va faza- lar chegarasi Kristallarning tushishi	Kristallik va donalararo struktura Nuqtaviy nuqsonlar va nuqsonlar klasteri

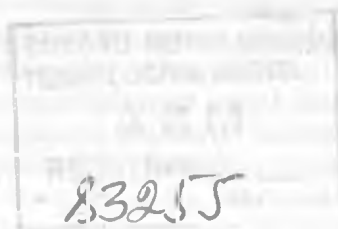
Turli xil qurilmalarning rezolutsiyasi sezilarli darajada farq qiladi (1.4-rasm). Qurilmaning rezolutsiyasi radiatsiya to'o'lqinining uzunligi, shuningdek, radiatsiyaning o'rganilayotgan material bilan o'zaro ta'siri xususiyati bilan belgilanadi. Metodning o'lchamini oshirish uchun to'lqin uzunligini kamaytirish va signalni qabul qilish burchini oshirish, ya'ni asbobning tashqi tomonini oshirish kerak. Hozirgi vaqtda sirtning atom strukturasi haqida ma'lumot olish uchun ion-maydonni, skanerlashni tunnellashni va atom-quvvatli mikroskoplarni olish mumkin. Ma'lum ma'noda, bu usullar atomni ko'rishga imkon beradi deb taxmin qilish mumkin.



1.4-rasm. Materiallarni tahlil qilishda inson ko'zi va asboblarning fazoviy qobiliyati chegaralari.

Nazorat savollar:

1. Metallning qanday umumiy xossalarini bilasiz?
2. Qora va rangli metallar haqida nimani bilasiz?
3. Metallarning kristall tuzilishi deganda nimani tushunasiz?
4. Kristall panjara nima?
5. Qanday kristall panjara turlarini bilasiz?
6. Qanday metallar yoqlari markazlashgan kub kristall panjaraga ega?
7. Koordinatsion son nima?
8. Kristall panjaradagi nuqsonlarning qanday turlarini bilasiz?
9. Nuqtali nuqson nima?
10. Dislokatsiya deganda nimani tushunasiz?
11. Vakansiya nima?
12. Sirtqi nuqsonlar haqida nima bilasiz?
13. Kristallanish jarayoni haqida nimani bilasiz?
14. Kristallanish markazlari nima?
15. Kristallanishda donachalarning o'lchami nimaga bog'liq?



2-BOB. OPTIK METALLOGRAFIYA

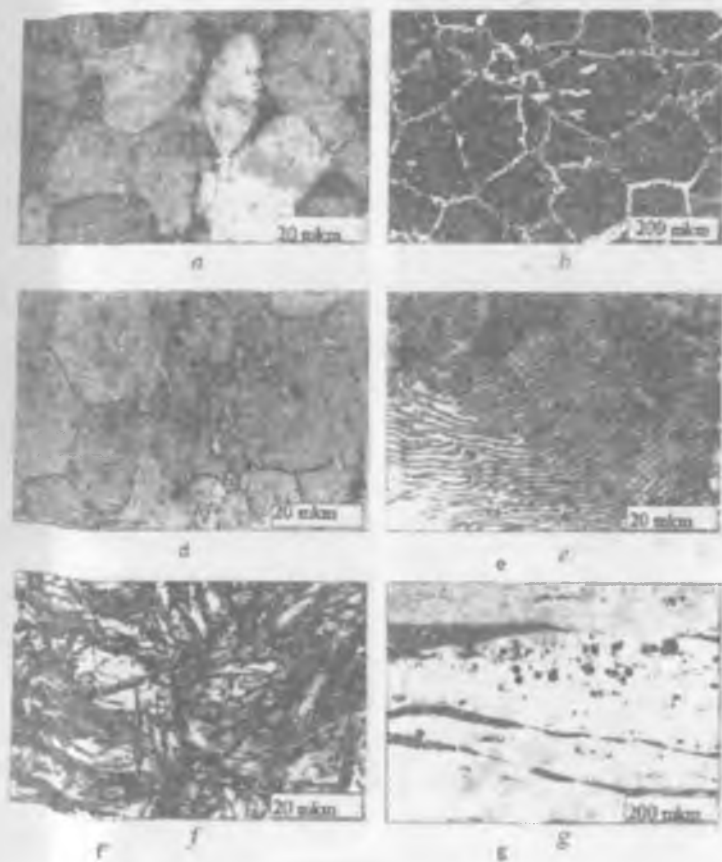
Materiallarni o'rganish uslubini tanlashda ekspertlar turli prinsiplarni qo'llashlari mumkin. Eng muhimlaridan biri quyidagilar: dastlabki bosqichda oddiy usullarni e'tiborsiz qoldirmaslik, darhol nozik va qimmatbaho narsalarni qo'llash kerak. Eng oddiy usullardan boshlash tavsiya etiladi. Ba'zida oddiy ko'z bilan bajarilgan makro tadqiqotlar, masalan, elektron va atom kuchi mikroskopi usullarini qo'llash uchun nozik ishlarga qaraganda ancha samarali. Misol tariqasida, biz portlash manbai topish masalasini (obyektdan tashqarida yoki uning ichida) topishimiz mumkin. Bunday holatda, savolga javob topishda makrotahlil tadqiqot usuli yordamida texnik vositalardan foydalanmasdan olish mumkin. Oddiy ko'z bilan olingan yoki kattalashtiruvchi linza yordamida olingan yoriqning tabiati haqida ma'lumot, odatda, yuqori piksellar soniga ega bo'lgan boshqa zamonaviy jihozlardan foydalanishdan ko'ra qimmatlidir. Bu yerda «katta-katta masofa ko'rinadi» degan ibora juda mos keladi. Agar makrotahlil tadqiqot usuli tadqiqotchiga qiziqishning barcha savollariga javob berishga imkon bermasa, unda bu holatda chuqurroq miqyosda borish va strukturaning elementlarini yanada yuqori aniqlik ta'minlaydigan uslubni qo'llash mantiqan to'g'ri keladi.

Optik metallografiya – bu eng muhim va eng ko'p ishlatiladigan strukturaviy metodidir. Metallografik mikroskoplar dona tarkibidagi metall bo'lmagan materiallarning strukturasi, ikkinchi bosqichning nisbatan katta zarralari, darzlar va yoriqlar kabi detallarni o'rganishga, ushbu tafsilotlar materiallarning eng muhim mexanik xususiyatlarini aniqlashga imkon beradi. Xato qilimasdan aytish mumkinki, bugungi kunda optik mikroskopni ishlatmasdan jiddiy metallografik tadqiqotlar o'tkaza olish mumkin emasligi ta'kidlanadi.

Optik mikroskopning usuli uchun odatiy holat bir fazali materiallarda dona o'lchamini aniqlash (misol uchun, ferrit donalar yoki austenit donalarining hajmi) metall va qotishmalarni tarkibida metall bo'lmagan qo'shimchalarning turini va tarkibini aniqlash, ikki va ko'p fazali tizimlardagi bosqichlar miqdorini aniqlovchi vazifalarni bajarish hisoblanadi. Metallografik mikroskop yordamida aniqlangan strukturalarning namunaviy misollari 2.1 – 2.3-rasmlarda keltirilgan.

Metallografik tadqiqotlar uchun obyektlar bo'lib shlitlar xizmat qiladi. Ularni tayyorlashning turli usullari mavjud. Biroq umumiy holatda, shlitlarni tayyorlash texnologiyasi ishchi (tekshiriladigan) yuzani, uning keyingi pardozlash va travleniya qilish (agar kerak bo'lsa) silliqish kabi bosqichlarni o'z ichiga oladi. Dastlabki ikkita operatsiyaning maqsadi sirtini iloji boricha silliqroq qilishdir. Jilvirlash turli xil abraziv materiallar

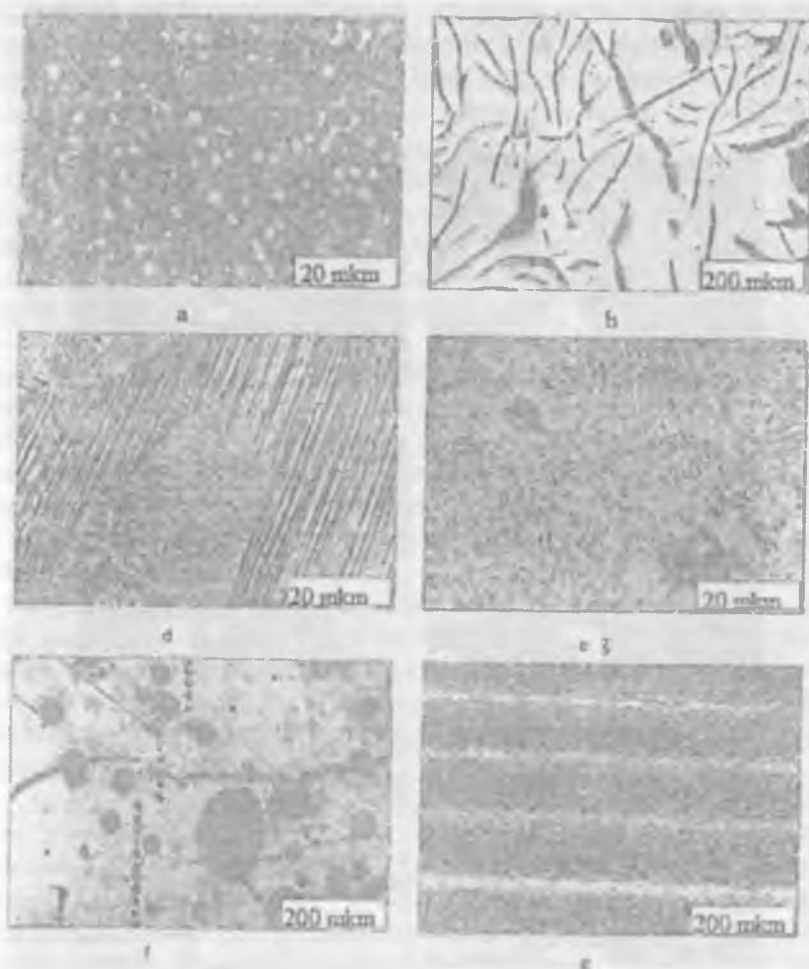
(silliqlash g'ildiraklari, abraziv shkurkalar, abraziv kukunlar) yordamida amalga oshiriladi. Shliflarni jilvirlash mexanik (nozik abraziv shkurkalar, silliqlash pastalari), kimyoviy va elektrokimyoviy usulda amalga oshirilishi mumkin. Yuqori sifatli yuzalarni olish tartibini soddalashtirishga imkon beruvchi maxsus qurilmalar va qurilmalar majmui mavjud. Bu yo'nalishdagi taniqli yetakchilardan biri Struers firmasidir. Metallografik tadqiqotlar uchun birinchi namunalar 1864-yilda Genri Sorbi tomonidan olib borilgan [5].



2.1-rasm.

Metall o'g'rafiy mikroskoplardan foydalanish davrida po'latda kuzatilayotgan xarakterli strukturalar: a-po'lat 20 dagi ferrit-perlitli struktura; b-po'lat 60 dagi ferrit-perlitli struktura; d-po'lat 20 da yaqol

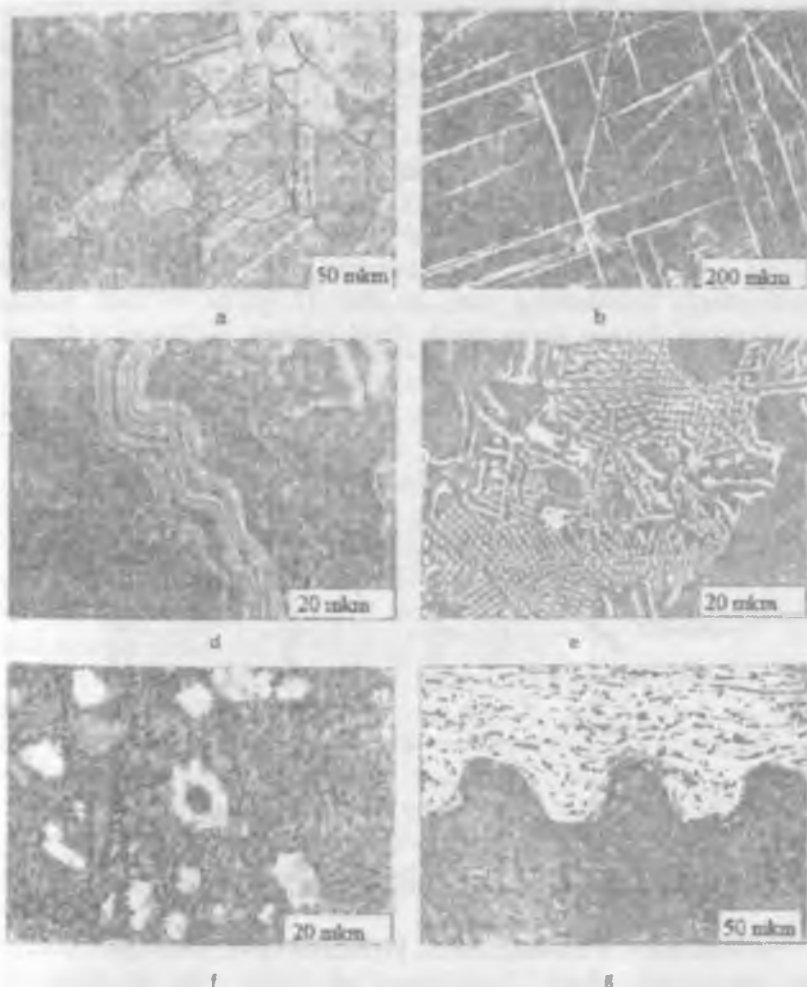
ko'ringan globulyar sementit; e-U8 po'latning plastinkasimon strukturasini; f-U8 po'latdagi martensi va qoldiq austenit; g-kamuglerodli po'latdagi nometall materialdagi qo'shimchalar.



2.2-rasm.

Metallografik mikroskoplardan foydalanish davrida po'latda kuzatilayotgan xarakterli strukturalar: a-U12 po'latdagi martensit matritsadagi sementitning globulyar zarrachalari; b-kulrang cho'yanda plastinkasimon grafitni ko'rinishi; d-plastik deformatsiyalangan 110G13L

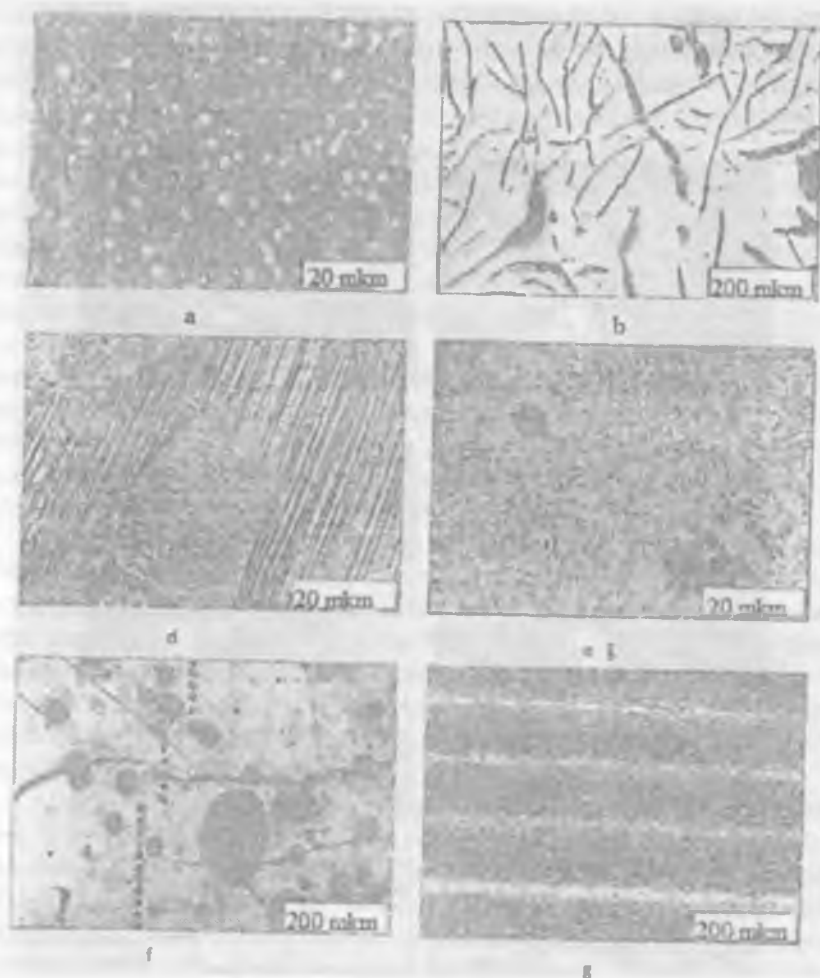
po'latda siljish chizig'i; e-60S2 po'latda ajralgan globulyar sementit va po'stloq ko'rinishdagi grafit; f-1420 alumin qotishmasi payvand chokidagi g'ovaklik va darz (shlif travit qilinmagan); g-bosim bilan texnik payvandlangan «po'lat U8-texnik temir» dagi qatlamli kompozitsion struktura.



2.3-rasm.

Metallografik mikroskoplardan foydalanish davrida metall qotishmalarda kuzatilayotgan xarakterli strukturalar:

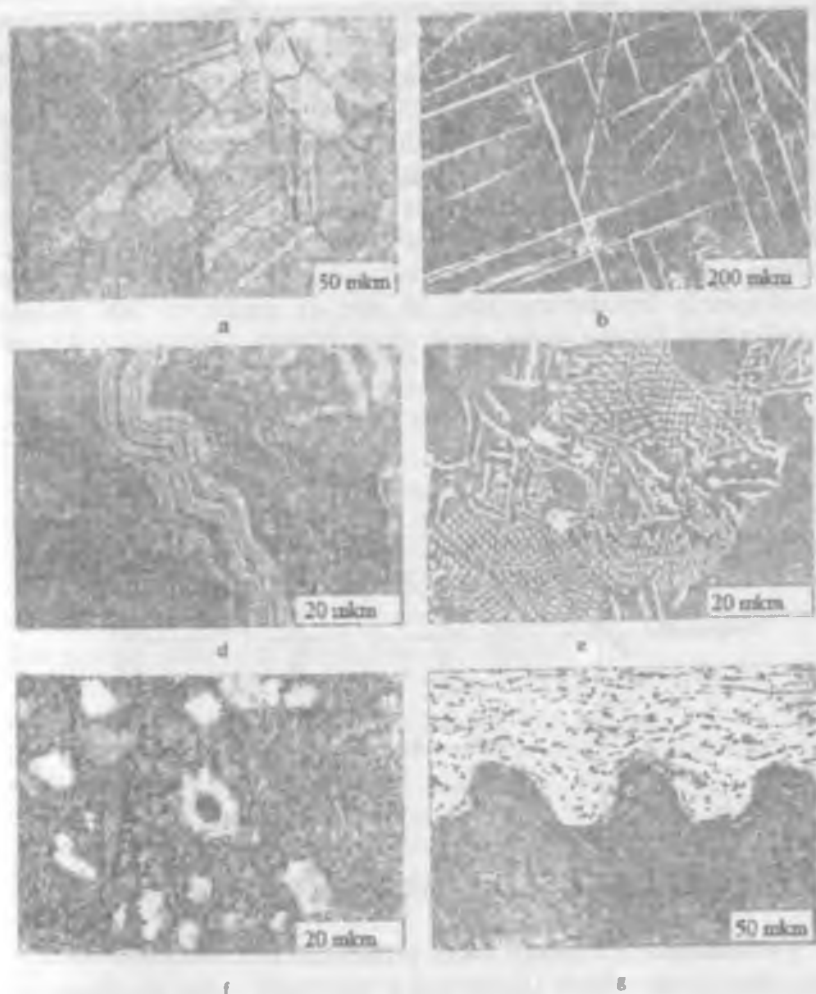
ko'ringan globulyar sementit; e-U8 po'latning plastinkasimon strukturasi; f-U8 po'latdagi martensi va qoldiq austenit; g-kamuglerodli po'latdagi nometall materialdagi qo'shimchalar.



2.2-rasm.

Metallografik mikroskoplardan foydalanish davrida po'latda kuzatilayotgan xarakterli strukturalar: a-U12 po'latdagi martensit matritsadagi sementitning globulyar zarrachalari; b-kulrang cho'yanda plastinkasimon grafitni ko'rinishi; d-plastik deformatsiyalangan 110G13L

po'latda siljish chizig'i; e-60S2 po'latda ajralgan globulyar sementit va po'stloq ko'rinishdagi grafit; f-1420 alumin qotishmasi payvand chokidagi g'ovaklik va darz (shlif travit qilinmagan); g-bosim bilan texnik payvandlangan «po'lat U8-texnik temir» dagi qatlamli kompozitsion struktura.

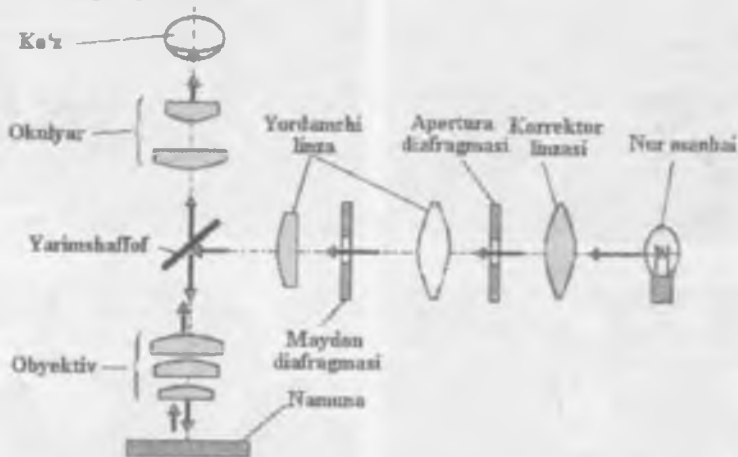


2.3-rasm.

Metallografik mikroskoplardan foydalanish davrida metall qotishinalarda kuzatilayotgan xarakterli strukturalar:

a-donador latun strukturasi; b-evtektoidgacha bo'lgan uglerodli po'latning (1,6% S) vidmanshtet sementitdagi plastinkasimon ajralmasi; d-vidmanshtet sementitning deformatsiyalangan kristallari (po'latni deformatsiyalanishi sovuq holatda); e-qattiq qorishma va po'lat orasidagi o'tish zonsi evtektikasi; f-o'zi flyuslanuvchi PN70X17S4R4 kukunlarini plazma yordamida qoplangan qoplama strukturasi; g-portlatish yordamida olingan po'lat 20 va U8 payvand birikma chokining strukturasi

Metallografik mikroskopning sxematik diagrammasi 2.4-rasmda ko'rsatilgan. Maxsus tayyorlangan ingichka bo'lak mikroskopning optik o'qiga vertikal ravishda joylashtirilgan, bu o'zining oldingi asosiy markazida tekisligiga to'g'ri keladi. Bo'lim yorug'lik nurlari bilan yoritilgan, u yorug'lik tizimidan tashkil topgan optik o'qga deyarli parallel bo'lgan linzalardan o'tadi. Yorug'lik tizimi yorug'lik manbai (chiroq), kollektorli linzalar, diafragma va yarim diafragmalar, yordamchi linzalarni, yarim shaffof plastinkalarni o'z ichiga oladi. Optik mikroskoplarda linzalarning soni 10 dan 12 gacha bo'lishi mumkin. Mikroskopdagi linzalar joyga qarab obyektivlarga, okulyarga yoki oraliq optik tizimlarga ajratiladi.



2.4-rasm. Metallografik mikroskopning prinsipial sxemasi.

Yoritiladigan yuzaning tekis joylaridan aks ettirilgan yorug'lik nurlari obyektivga tushadi. Obyektivga g'adir-budurlikdan aks etgan nurlar tushmaydi. Yakuniy tasvir okulyarda hosil bo'ladi. Mikroskopning optik o'qiga perpendikular bo'lgan ingichka bo'lakning tekis bo'aklari so'nggi tasvir ustida yorug'lik paydo bo'ladi va o'qi yo'nalgan joylar qorong'i

bo'ladi. Shu sababli donning chegaralari, ikkinchi faza zarralari, g'ovakliklar va materiallar strukturasi boshqa elementlari aniqlanadi.

Mikroskopning kattalashishi obyektiv va okulyarga mos keladigan kattalashishga tengdir. Asosiy kattalashish obyektiv tomonidan taqdim etiladi. Obyektivning kattalashuvi 100 marta oshishi mumkin. Okulyarni kattalashuvi odatda 20 martadan kamroq bo'ladi. Mikroskopning kattalashishini aniqlash uchun obyekt-mikrometr deb ataladigan maxsus plastinka ishlatiladi. Ushbu plastinka umumiy uzunligi 1 mm bo'lgan mikrometrik shkala qo'llaniladi. Obyekt-mikrometrda bitta bo'linma qiymati 0,1 mm teng.

2.1. Metallografik mikroskopning imkoniyatlari va kattalashtirishi

Optik mikroskopning maksimal kattalashtirish imkoniyati quyidagi shartlarga mos keladi

$$D = \lambda/2 \cdot n \cdot \sin \alpha = \lambda/2A, \quad (2.1)$$

bu yerda λ – nurning to'lqin uzunligi; n – obyekt va linzalar orasidagi vosita sinishi ko'rsatkichi (havo uchun $n=1$); a obyektiv o'qi optik o'qi ustida turgan obyekt nuqtasidan ko'rinadigan yarim burchakka teng obyektning burchak to'plami.

$A=n \cdot \sin \alpha$ qiymati linzalarning raqamli aperturasi deb ataladi. Obyektiv va tekshirilayotgan shlif orasidagi bo'shliqni immersion moy to'ldirish yo'li bilan obyektivni sonli aperturasini kattalashtirish mumkin. Immersion moy vositasi sifatida odatda kedr moyi qo'llaniladi, uning sindirish koeffitsiyenti $n=1.52$ ga teng. Immersion muhitlar bilan ishlash uchun maxsus immersion obyektivlar qo'llaniladi.

Burchak aperturasi odatda 72° dan oshinaydi. Shunday qilib, sinik ~ 0.95 maksimal qiymati, shuning uchun «quruq» obyektiv uchun apertura maksimal qiymati $A=1/0.95=1.05$ va immersion obyektivlari uchun $A=1.52/0.95=1.64$ teng.

Oq yorug'lik odatda metallografik mikroskoplarda moslamalarni yoritish uchun ishlatiladi. Buning uchun to'lqin uzunligi $\lambda=0.55$ mkm deb qabul qilinadi. Shuning uchun metallografik mikroskopning maksimal imkoniyatlari quyidagicha:

$$D=0.55/2 / 1.64=0.17$$

Metallografik tadqiqotlar o'tkazishda to'g'ri mikroskopning kattalashishini tanlash kerak. N kattalashtirishni foydali deyiladi, agar strukturasi detallari 2 dan 4 daqiqalik burchak ostida kuzatilishi mumkin bo'lsa, foydali kattalashish quyidagilar orasida yotadi:

$$N=500A \dots 1000A$$

(2.2)

Raqamli aperturaning maksimal qiymatini hisobga olgan holda, metallografik mikroskopdagi maksimal foydali kattalashtirishini aniqlash mumkin. Bu taxminan 1500 martani tashkil etadi ([5] ga ko'ra, optik mikroskopning foydali magnitlanishi 1000 martadan oshmaydi). 1000A dan ortiq kattalashtirishdan foydalanish maqsadga muvofiq emas, chunki u strukturaning tasvirida yangi tafsilotlarni keltirib chiqarmaydi, faqat tasvir sifati yomonlashishiga olib keladi.

Metallografik tadqiqotlar o'tkazilayotganda mikroskopning obyektivni zarur bo'lgan foydali kattalashtirish N asosida aniqlanadi. N ning qiymati $N=200/d$ ifodasidan aniqlanadi, bu yerda d – tadqiqotchi qiziqishning strukturaviy detallari (masalan, fazaning biror zarralari), mkm; 200 kuzatuvchining ko'ziga yechilishi mumkin bo'lgan masofa, mm. N qiymatini bila turib, (2.2) formuladan foydalanib mos keladigan raqamli apertura A va obyektivni, so'ngra okulyarni tanlash mumkin.

2.2. Metallografik mikroskopda ishlaganda nuqsonlar tasviri

Tasvir nuqsonlariga: xromatik va sferik aberratsiya, astigmatizm, koma, distorsiya va tasvirni qiyshayishi kiradi.

Xromatik aberratsiya, shartli ravishda nemonoxromatik nurni ishlatganda, qisqa to'lqin uzunligi bo'lgan nurlar linzalar tomonidan kuchliroq sindiriladi, ayni paytda to'lqin uzunligi kattalari esa kamroq sindiriladi. Natijada, har xil tekisliklarda joylashgan turli o'lchamdagi tasvirlar hosil bo'ladi.

Sferik aberratsiya monoxromatik nurlarning linzaning turli uchastkalaridan o'tganda turlicha sindirilishi bilan bog'liq bo'ladi.

Koma asimetriya nuqsone hisoblanadi. Bu turdagi nuqsonlar katta diametrdagi yorug'lik nuri tutamini qo'llanilganda hosil bo'ladi. Natijada koma nuqsonlari hosil bo'lishi natijasida detal namunalarning alohida qismlari tasviri linzalar o'qidan biroz masofada joylashgan tasviri xiralashgan ko'rinishda bo'ladi.

Astigmatizm tufayli, tutam nurlari linzalardan o'tib bo'lgach, optik o'qdan tashqarida joylashgan yorug'lik nuqtasi man'basidan, turli tekisliklarda joylashgan ikkita fokus chiziqlarida yo'nalish hosil bo'ladi. Astigmatizm mavjud bo'lganda, oraliq tekisliklarda nuqta tasviri yumaloq yoki elliptik sohadigan joy shaklida bo'ladi.

Distorsiya optik o'qdan turli masofalarda bo'lgan obyektning detallari bo'yicha boshqa o'sish bilan bog'liq. Distorsiya mavjud bo'lganda to'g'ri chiziqlar tasvirlari qiyshaygan bo'ladi.

Optik mikroskoplarda linza tizimlari (obyektivlar va okulyarlar) shunday tanlanadiki, tasvir nuqsonlarini maksimal darajada kamaytirishga harakat qilinadi.

2.3. Metallografik mikroskoplar uchun obyektivlar va okulyarlar

Obyektiv nuqsonlarni tuzatish darajasiga va spektning ish maydoniga qarab metallografik mikroskopning vazifalari axromatlar, apoxromatlar, planaxromatlar va planpoxromatlarga bo'linadi.

Axromatik obyektivlarda eng muhim kuzatishlar uchun sferik aberratsiya, koma va xromatik aberratsiya ikki rang uchun to'g'rilangan. Apoxromatik obyektivlar sferik aberratsiya va koma darajasining yuqori darajada tuzilishiga ega bo'lishi, shuningdek, aniq ranglarni uzatishni ta'minlash bilan farqlanadi. Ular, ayniqsa, yuqori kattalashtirish va mikrofotografik ishlar uchun to'g'ri keladi.

Planaxromatlar va planpoxromalar axromatik va apoxromatik obyektivlar bilan bir xil tarzda korreksiyalashgan. Bundan tashqari, ularda tasvirning egri chiziqlari tuzatilgan.

Okulyarlar o'zlarining kattalashishi va tasvirni tuzatish darajasi bilan ajralib turadi. Zamonaviy metallografik mikroskoplar 5 dan 20 martagacha kattalashgan okulyarlar bilan jihozlangan. Nuqsonlarni tasvirini tuzatish turi va darajasiga qarab okulyarlar oddiy hamda kompensatsion okulyarlar, fotookulyarlar va gomallarga farqlanadi.

Oddiy okulyarlar (Gyuygensning okulyarlari) odatda obyektivlar – kichik va o'rta aperturali axromatlar bilan ishlov berishda ishlatiladi. Kompensatsion okulyarlar obyektivlarning qoldiq aberratsiyasini tuzatish uchun maxsus ishlab chiqilgan va ular bilan ishlatiladi. Fotookulyarlar va gomallar mikrofotolarni hamda tasvirni ekranda aks ettirish uchun mo'ljallangan.

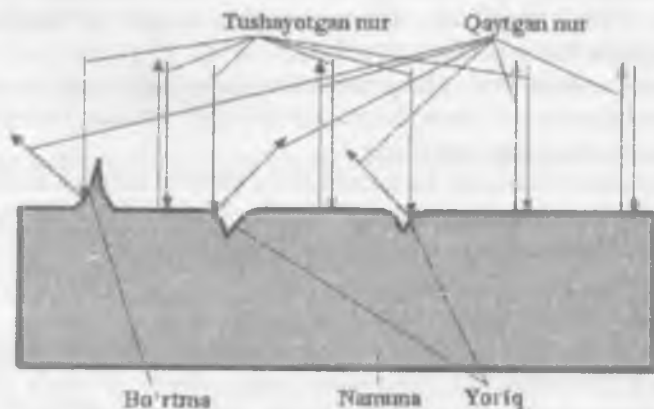
2.4. Mikroskopik tadqiqotlarning asosiy usuli

Materiallarning strukturasini nazorat qilish usullarini qo'llashda yetarli kontrastli tasvirni ta'minlash juda muhimdir. Tasvir kontrasti ma'lum tafsilotlardan va biz ushbu detalni ajratishni istagan fonning intensivligidan, signal kuchlanishidagi farq bilan aniqlanadi [5].

Ko'pgina metallografik tadqiqotlar yorqin (vertikal) yoritish yordamida amalga oshiriladi. Ushbu usuldan foydalanganda, o'rganilayotgan strukturaning topografik detallari linzalardan tashqaridagi sochadigan yorug'lik bilan aniqlanadi (2.5-rasm).

Ushbu tafsilotlar (botig'lik va bo'rtmalar) tuzilgan tasvirga nisbatan qoraroq ko'rinadi. Tasvirda mikroskop obyektivida nurni qaytargan yuza joylari yorug'roqdir. Kontrastni kuchaytirish uchun boshqa turdagi yoritish turlari qo'llaniladi. Masalan, [15] kitobida yorqin yorug'lik usullari, polarizatsiyalangan yorug'likda materiallarni o'rganish, faza o'zgarishlar kontrasti, interferensiyalar kontrasti usullari qo'llaniladi.

Qiyshiq yorug'lik usuli tizimning optik o'qiga parallel bo'lmagan nurlardan foydalanishga asoslangan. Bu holatda kontrastning ko'payishi, strukturaning turli elementlariga ajraladigan nurlarning roli ortib boradi va obyekt sirtining yorug'idan soyalarni hosil qilish natijasida paydo bo'ladi. Shuning uchun, qiyshiq yorug'likni nozik qismning yetarlicha keskin sirtini bartaraf qilishda foydalanish tavsiya etiladi [5].



2.5-rasm. Ochiq rangli tasvir usulini qo'llanganda ko'rilayotgan strukturaning turli elementlaridan qaytgan nurlar.

Qorong'i polosali yoritish usuli obyektiv nurlanish tizimidan chiqarib olinganligiga asoslanadi [6]. Obyektni yoritish uchun maxsus qorong'i maydon kondensori ishlatiladi. Bunday holda, to'g'ridan-to'g'ri nurlar linzalardan o'tmaydi. Tasvir tarqalgan nurlar bilan hosil qilingan. Qorong'i maydon tasvirini ishlatganda, tekis joylar qorong'i ko'rinadi. Yorqin rangli tasvirga nisbatan qorong'i maydon tasvirlari farqlanadi. Qorong'i maydonning yoritilish usuli o'rganilayotgan materiallarning strukturaviy elementlarining yuqori kontrastli qiyofasini ta'minlaydi (dona chegaralari, fazalararo chegaralar, g'ovakliklar, yoriqlar, timalishlar). Yorqin maydon, qora maydon va yoritilgan yoruqlik usullarini qo'llashda kontrastning shakllanishi xususiyatlari 2.6-rasmda ko'rsatilgan.

Ko'plab metall fazalar va metall bo'lmagan qo'shimchalar optik jihatdan anizotropdir. Shuning uchun metallografik tadqiqotlar o'tkazishda bir qator holatlarda polarizatsiyalangan yorug'likni ishlatish tavsiya etiladi [5,6]. Polarizatsiyalangan nurda materiallarni o'rganish usulini qo'llash uchun kollektorli linzalarning old qismiga polarizatorlar joylashtiriladi.

Obyektni aks ettirgandan keyin polarizatorda yaratilgan polari-zatsiyalangan yorug'lik obyektiv va okulyar orasidagi ko'zgu orqali yoki analizator orqali o'tadi. Obyekt optik jihatdan izotropik bo'lsa, unda polarizator va analizatorning o'zaro pozitsiyasi bilan nurning to'liq absorbsiyasini olish mumkin. Biroq har qanday faza optik jihatdan anizotropik bo'lsa, u holda kesib o'tgan polyarfiltrli chiziqlar bilan nurlar to'liq yo'qolmaydi va alohida kristallar nurga aylanadi, ya'ni aniq kontrastli tasvir olinadi. Ko'pincha polarizatsiyalangan nur po'latlarda metall bo'lmagan qo'shimchalarni aniqlash uchun ishlatiladi. Ta'riflangan usulni tatbiq qilish uchun mikroskopning konstruksiyasi polar filtrlarini va analizatorni 0 dan 90 gradus oraligida ochish va aylantirishni o'z ichiga olishi kerak.

Faza kontrasti usuli relyefni tafovut darajasini ~ 5 nm gacha bo'lgan farqni aniqlab beradi. Uni dona chegaralarini, dvoyniklarni, siljish chiziqini va dispers cho'kindilarni o'rganish uchun foydalanish tavsiya etiladi. Usul shlif yuzasida notekisliklarni aks ettirilgan yorug'lik nurlari orasidagi farqni hosil qilishiga asoslanadi. Mikroskoplarda bu farqni halqali diafragma va faza plastinkasidan tashkil topgan tizimda kuchaytiriladi.



2.6-rasm. Nurlanish maydoni, qora maydon va qiyshiq yoritish usullaridan foydalanilganda chuqurligi mavjud nishon ko'rilganda nur intensivligini o'zgarish xususiyatlari.

Interferentsiya kontrasti usuli sirt mikrorelyefidagi kichik o'zgarishlarni aniqlash imkonini beradi. Ikki nurli va ko'p nurli interferometriya usullarini qo'llash mumkin. Ikki nurli interferometriya usuli yordamida Linnik interferometrida yorug'lik ikki tutamga ajratiladi. Bir nur tekshirilayotgan yuzaga tushadi, ikkinchisi oynaning etalon-optik tekis yuzasini yoritadi. Ushbu sirtlardan qaytgan nurlar bir-birining ustiga yopishadi. Ikki chiziqli davomida farq mavjud bo'lganda, interferensiyalar suratlari paydo bo'ladi, bu maksimal va minimal nurlanishning almashinishida ifodalanadi. Ushbu surat to'lqin uzunligining $1/20$ lari aniqligi bilan relyefni chuqurligini aniqlashga imkon beradi.

2.5. Metallografik mikroskoplarning asosiy turlari

Korxonada va tadqiqot laboratoriyalarida ishlatiladigan mikroskoplar odatda yorug'lik va qorong'i joylarda hamda polarizatsiyalangan nurlarda 1500 marta kattalashtirib ko'rishingiz mumkin. Masalan, MMP-4, MIM-8, MIM-10, Neofot-32 mikroskoplari haqida gapirish mumkin.

Metallografik tadqiqotlar o'tkazishda sifatli strukturaviy tahlil juda ko'p vaqt talab qiladi. Ushbu operatsiyani avtomatlashtirilgan tasvir analizatorlari juda osonlashtiradi. «KVANTIMET», «EPIKVANT» kabi analizatorlar juda mashhurdir. Zamonaviy tasvir analizatorlari ko'p funksional avtomatlashtirilgan tizimlar bo'lib, ular kompyuterlar yordamida amalga oshiriladi. Sifatli tarkibiy tahlil qilish uchun metallografik mikroskoplar videokameralar bilan jihozlanishi mumkin. Olingan tasvirlarni tahlil qilish kompyuterda maxsus dastur yordamida amalga oshiriladi. Ushbu tizim obyektlarni aniqlash va tasniflash, obyektlarning geometrik rang va yorqinligi parametrlarini aniqlash, statistik tahlil qilish hamda tadqiqot natijalariga hisobot berish imkonini beradi.

Nazorat savollari:

1. Optik metallografiya qanday metod?
2. Metallografik tadqiqotlar uchun obyektlar bo'lib nima xizmat qiladi?
3. Shlif qanday tayyorlanadi?
4. Metallografik mikroskopni asosiy qismlari va ishlash prinsipi qanday?
5. Metallografik mikroskoplarda nechta linza mavjud?
6. Metallografik mikroskoplarda necha marta kattalashtirish mumkin?
7. Metallografik mikroskoplarda imkoniyatlari qanday?
8. Tasvir nuqsonlariga nimalar kiradi?
9. Metallografik mikroskoplarning ish maydoniga qarab vazifalari qanday?
10. Okulyarlar nima bilan ajratiladi?
11. Metallografik mikroskoplarda faza kontrast usuli?
12. Metallografik mikroskoplarda interferentsiya usuli?
13. Metallografik mikroskoplarning qanday turlari mavjud?

3-BOB. TRANSMISSION ELEKTRON MIKROSKOP

3.1. Elektronlarni moddalar bilan o'zaro ta'siri

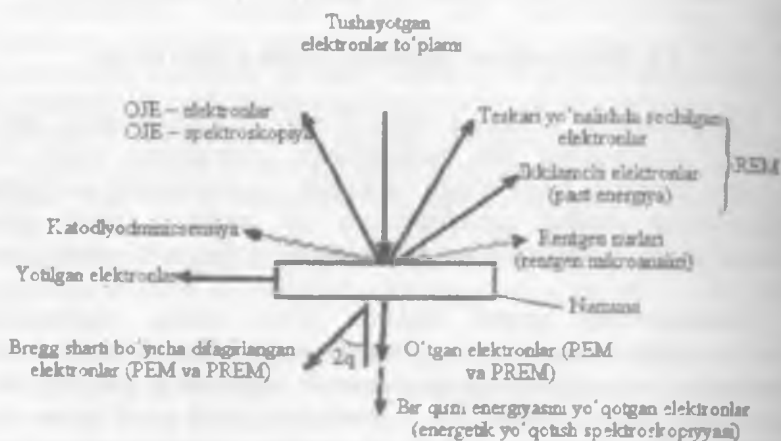
Elektronlarning moddalar bilan o'zaro ta'sirlashuvining turli xil jarayonlari elektronning turli funksiyalarini o'rganishga imkon beradi (3.1-rasm) Elektron bilan o'zaro ta'sirlash xususiyatlarini aniqlaydigan elektronlarning asosiy xarakteristikasi va natijada qabul qilingan ma'lumotlarning tabiati modda elektronlarning tezligi yoki aniqroq kinetik energiyasi.

Elektronlarning yuzlab elektron vorisi (sekin elektronlardagi diffraksion usul) energiyasi bilan ularning izchil (elastik) tarqalishi qattiq qatlamlarning sirt qatlamining atom-kristall tuzilishini o'rganishga imkon beradi. Uch o'lchovli atomik kristall tuzilishini tahlil qilish uchun elastik tarqalgan elektronlarning o'nlab va yuzlab kiloelektronvolt (tezkor elektron diffraksion usuli) tartibidagi energiya bilan diffraksiyasi ishlatiladi. Tezroq elektronlar diffraksiya usuli rentgen diffraksiyasiga o'xshaydi.

Tez elektronlarning bikir tarqalishi va diffraksiyasi elektron-optik analiz usuli shaffof elektron mikroskopi usuli (SHEM) asosida amalga oshiriladi. Kristalli moddalarni o'rganish uchun qo'llaniladigan bu usul ko'pincha diffraksion elektron mikroskopi deb ataladi. Ba'zan atamalar elektron mikroskopi (transmisson elektron mikroskopiysi) atamasi ishlatiladi.

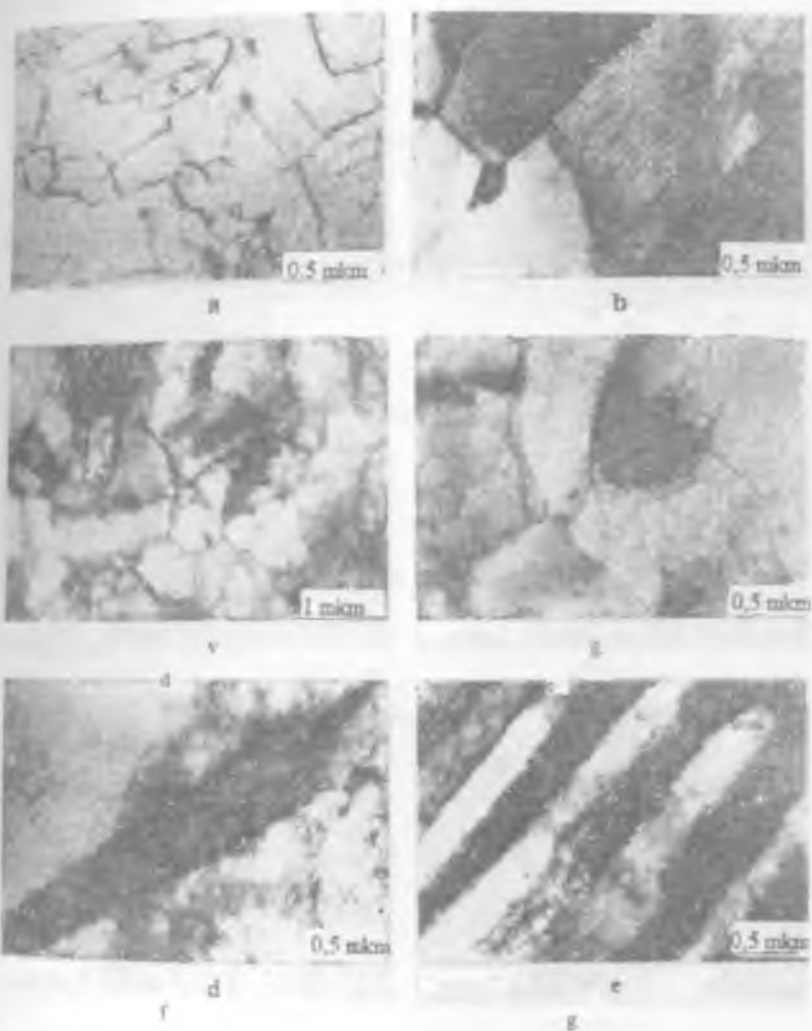
Shaffof elektron mikroskopi (SHEM) elektron nurning o'rganilayotgan obyektga ta'siriga asoslangan. Obyektda paydo bo'ladigan nurlanish sxematik tarzda 3.1-rasmda ko'rsatilgan bo'lib, uning natijasida Bragg holatiga mos keladigan obyekt va elektronlar orqali o'tadigan elektronlar shaffof elektron mikroskopi usuli qo'llanilishida ishtirok etadi.

SHEM ni yaratishda birinchi qadamlar 30-yillar boshlanishiga (1931-1932) to'g'ri keladi. Ular elektron optikani rivojlantirish bilan bog'liq edi. Elektron mikroskopning birinchi prototipi taxminan 1934-yilda Rusk (E. Ruska) tomonidan qurilgan. Amalda ishlatiladigan elektron mikroskoplarning birinchi namunalari 1939-yil oxirida paydo bo'ldi. Borres va Rusk tomonidan ishlab chiqilgan mikroskop «Siemens» mikroskopining prototipi bo'lib xizmat qildi. 1939-yilda birinchi mara tasvirlangan Prebus va Hiller dizayni RCA mikroskopining prototipi bo'ldi. Taxminan besh yil mobaynida bir necha kompaniyalar ushbu turdagi asbob-uskunalarni ishlab chiqarishni yo'lga qo'ygan. 1950-yilga kelib, elektron mikroskoplari 20 dan 10A gacha bo'lgan imkoniyatlar bilan yaratildi. O'shandan beri elektron mikroskoplari ko'plab ilmiy tadqiqot institutlari amaliyotida mustahkam o'mashib olingan.

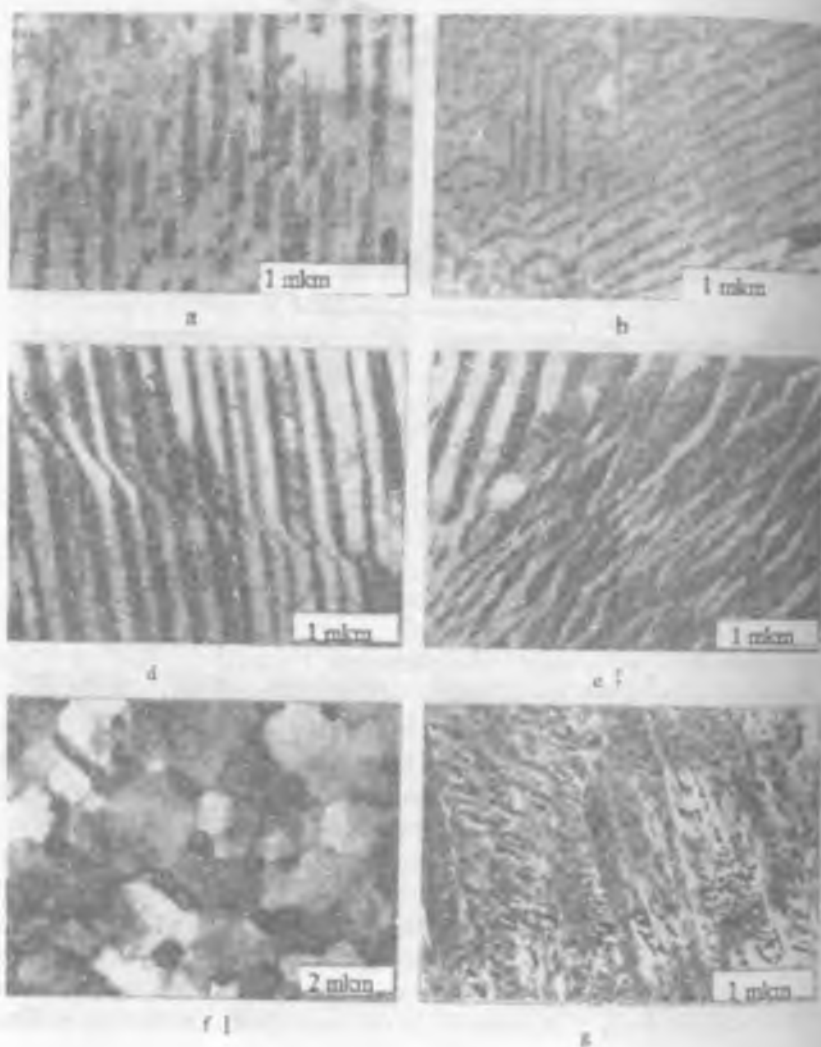


3.1-rasm. Elektronlar bilan nurlanganda namunada hosil bo'ladigan nurlanish turlari.

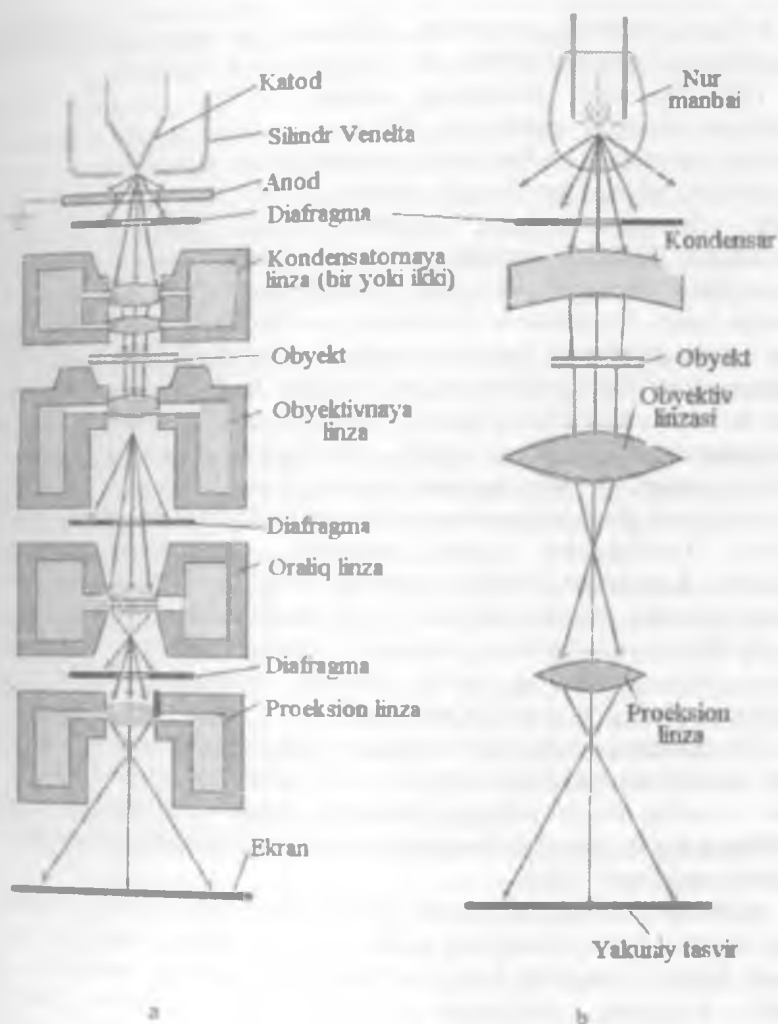
Transmisson elektron mikroskopidan foydalanishda o'zgarishlar konvertatsiya qilish mexanizmlari, donalarning chegaralari va interfeys sirlari tuzilishi, plastik deformatsiya jarayonlari, ko'pburchak shakllantirish, qayta kristallanish, nurlanish zaryadlari hamda boshqa ko'plab jarayonlar va hodisalar asosini tashkil etuvchi zamonaviy tushunchalarni shakllantirishga hal qiluvchi zamonaviy materialshunoslikka ta'sir ko'rsatdi. Metall materiallarning dislokatsiya tuzilishini o'rganish uchun shaffof mikroskopidan foydalanishning ba'zi bir misollari 3.2-rasmda ko'rsatilgan. 3.3-rasmda xarakterli geterofaza strukturasiga ega bo'lgan materiallarning yupqa tuzilishi ko'rsatilgan. Yuqoridagi tasvirlar sementit zarralarining shakli va hajmini ishonchli tarzda baholash imkonini beradi, ferrit matritsadagi joylarini ochadi, lamellar perlitidagi deformatsiyalar mexanizmlarini va plastinkali perlit koloniyalarini yemirilish qayta hosil qiladi.



3.2-rasm. Shaffof elektron mikroskop qo'llanganda qayd etilgan po'latdagi dislokatsion struktura: a- po'lat 5 dagi dislokatsiya «o'rmoni»; b- U8 po'latini subdona chegarasidagi dislokatsiya tuzilishi; d, e- 09G2S po'latdagi dislokatsiya substrukturasi; f-12XN3A po'latida dipol maxsus disklinatsiyasi; g-12XN3A po'latdagi polosali struktura.



3.3-rasm. Shaffof elektron mikroskopda qayd etilgan uglerodli po'latlarning strukturasi: a- eutektikagacha bo'lgan po'latda psevoperlit; b-U8 po'latida turli yo'nalishlarda yo'naltirilgan martensit plastinalari; d-U8 po'latda sementitni deformatsiyalangan plastinalari; e-U8 po'latida mo'rt singan sementit plastinalari; f-U8 po'latida subdonalar chegarasida joylashgan sementitning globulyar zarralari; g-U8 po'latida pastki beynit.

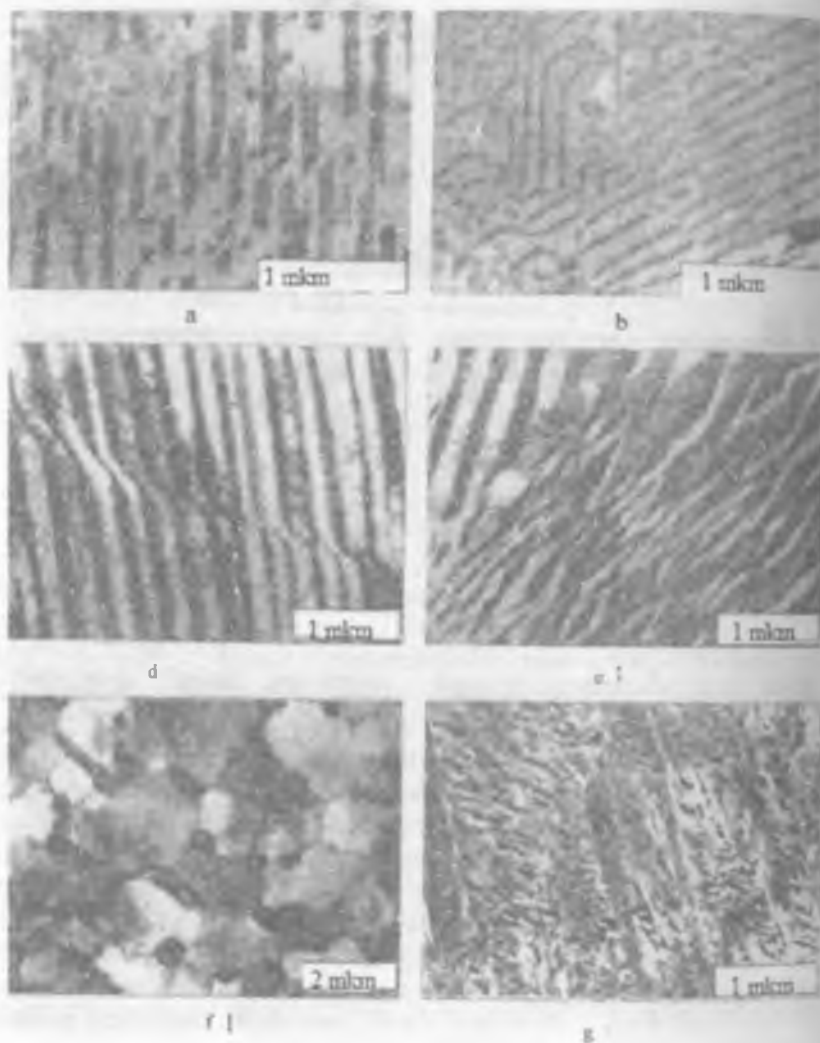


3.4-rasm. Shaffof (a) va yorug'lik (b) mikroskoplarining asosiy uzellari.

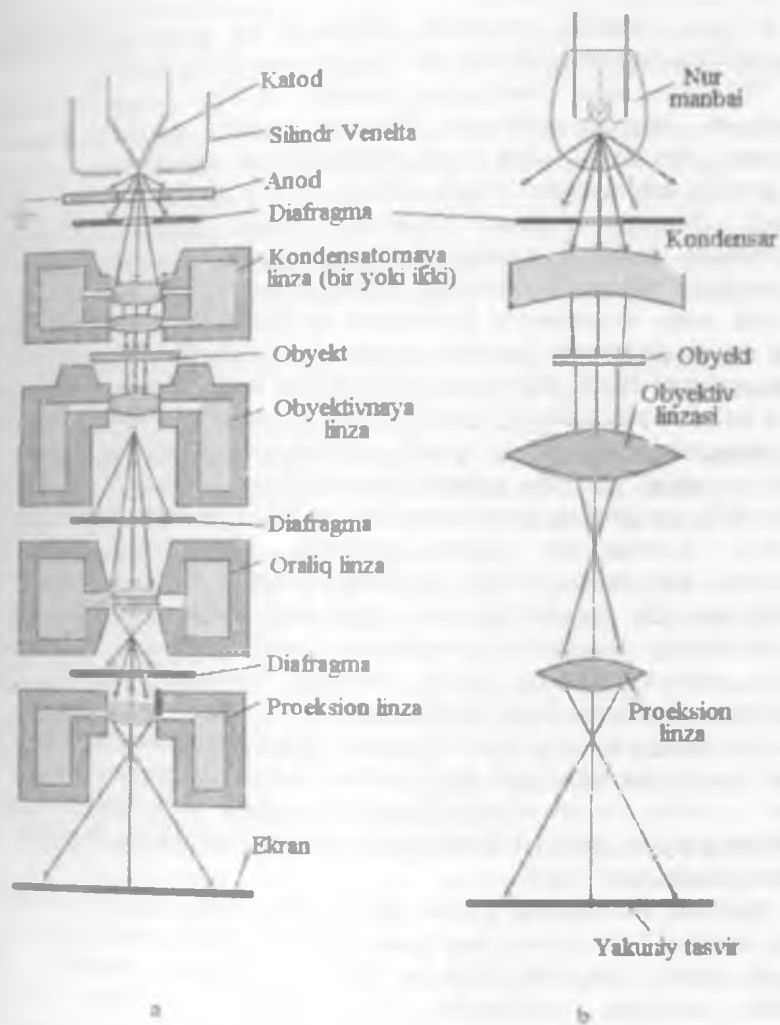
3.2. Mikroskopni tuzilishi

Transmission elektron mikroskopi elektron pushka va elektromagnit linzalar tizimidan iborat bo'lib, u vertikal kolonda $10^{-3} \dots 10^{-4}$ Pa bo'lgan vakuum bilan qamralgan.

Transmission elektron mikroskopining optik sxemasi an'anaviy nur mikroskopiga o'xshash (3-rasm). Elektron manbai (nurlanish manbai) o'zida



3.3-rasm. Shaffof elektron mikroskopda qayd etilgan uglerodli po'latlarning strukturasi: a- evtektikagacha bo'lgan po'latda psevoperlit; b-U8 po'latida turli yo'nalishlarda yo'naltirilgan martensit plastinalari; d-U8 po'latda sementitni deformatsiyalangan plastinalari; e-U8 po'latida mo'rt singan sementit plastinalari; f-U8 po'latida subdonalar chegarasida joylashgan sementitning globulyar zarralari; g-U8 po'latida pastki beynit.



3.4-rasm. Shaffof (a) va yorug'lik (b) mikroskoplarining asosiy uzellari.

3.2. Mikroskopni tuzilishi

Transmission elektron mikroskopi elektron pushka va elektromagnit linzalar tizimidan iborat bo'lib, u vertikal kolonda $10^{-3} \dots 10^{-4}$ Pa bo'lgan vakuum bilan qamralgan.

Transmission elektron mikroskopining optik sxemasi an'anaviy nur mikroskopiga o'xshash (3-rasm). Kondensator linzasi to'g'ri elektron pushka

ega bo'lgan obyektни «yoritadi». Obyektiv va proyektorli linzalarni kengaytirilgan hajmdagi obyekt tasvirlari ekranga o'tkaziladi.

TEMning asosi elektronlar manbai bo'lib, vakuum xonasida joylashgan elektron pushkadir. Elektron pushka yoritish tizimining vazifasini bajaradi. U uchta asosiy elementlardan iborat: katod, anod va ular orasida ishlaydigan Venelt silindri, u o'z navbatida setka (triode tipidagi chiroq) vazifasini bajaradi. Katod volfram chiviqidan tayyorlangan. Natijada katodni qizdirganda uning yaqinida joylashgan termoelektron emissiya elektronlar bulutini hosil qiladi. Katod va anod o'rtasida yuqri tezlashuvchi kuchlanish qo'llaniladi. Ushbu kuchlanish ta'siri ostida elektronlar katoddan anodgacha ko'chiriladi. Anodda kichik teshik mavjud. Ba'zi elektronlar bu teshikka kirib, elektron mikroskop ustuni bo'ylab yurishadi (3.4-rasm). Anod bo'shlig'iga o'tgan elektronlar elektromagnit linzalardan ta'sirlanib, mikroskopning tarkibiga qarab farq qilishi mumkin. Elektron tushgan birinchi linza kondenser linzalaridir. Konstruktiv ko'rinishda kondensator bir yoki ikki linzadan iborat bo'lishi mumkin. Kondensator uchun muammo, elektronlarni namunaga qaratishdir. Kondenser linzalari namunaga elektron manba kichraytirilgan tasvirini qaratishi mumkin, bu esa ~ 2 mm nuqtaga aylantirilishi mumkin. Bu obyektning tekshirilgan maydonini yaxshi yoritishni ta'minlaydi. Asosiy elektron nurining kichik burchagi birlamchi elektron tutam kondenserli diafragma orqali ta'minlanadi.

Obyektning birinchi tasviri (tadqiqot qilinayotgan namuna) obyektiv linzasi tasvirining tekisligida hosil bo'ladi. Kelajakda bu tasvir yana ikki marta — oraliq va proyeksion linzalarida ortadi. Proyeksion linzalari obyektning oxirgi tasvirini fluorestantslovchi mikroskopning ekranda yoki fotoplasinkada hosil qiladi.

Apertura diafragmasi yonida joylashgan obyekt orqali elektronlar uning atomlari bilan o'zaro bog'lanib, asl yo'nalishdan ajralib qoladi va tarqalib ketadi. Tarqalish bikir va bikir emas bo'lishi mumkin. Bikir tarqalib turganda, elektronlar tezligi faqat yo'nalish bo'yicha o'zgaruvchan, qiymati o'zgarmaydi. Bikir bo'lmagan tarqalishda elektron tezligi har ikkala kattalikda ham, yo'nalishda ham o'zgaradi. Bunday holda, elektron energiyasining bir qismi obyektning atomlarida elektronni uyg'otish va ionlashiga sarflanadi. Mendeleyev jadvaldagi element sonining ko'payishi bilan bikir tarqalish ulushi ortadi.

Maydon bo'ylab tarqalgan elektronlar parchalangan nurni shakllantiradi. Maydonning orqa markazida joylashgan tekisligida diametri 10 dan 50 mm gacha bo'lgan bir qator teshiklar bilan almashtiriladigan diafragma o'rnatilgan. Diafragmaning diametri bilan aniqlangan obyektiv linzaning ochiladigan burchagidan katta burchakka cho'zilgan elektronlar

bu diafragma materialining qalinligida so'riladi va mikroskopning ekranda tasvir shakllanishida ishtirok etmaydi. Bu sizga obyektning o'tkir, kontrastli qiyofasini olish imkonini beradi. Diafragmaning diametrlari qanchalik kichik bo'lsa, tasvir yana farqlanadi.

Natijada, ushbu obyektning boshqalarga nisbatan tarqalish qobiliyati qanchalik katta bo'lsa, obyektiv linzaning ochiladigan burchagidan katta burchak bilan tarqalgan elektronlar sonining ko'payishi va bu obyektning tasvirini shakllantirish jarayonida ishtirok etadigan elektronlar sonining ko'payishi kuzatiladi. Shunday qilib, tekshirilayotgan obyektning ma'lum bir qismini tarqalish qobiliyati qanchalik katta bo'lsa, uning tasviri shunchalik qora bo'ladi.

Obyektivning markazlashtirilgan uzunligini o'zgartirish orqali tasvirga e'tibor qaratiladi. Fokus masofasining o'zgarishi linzalarni o'rab turgan oqimni o'zgartirish orqali amalga oshiriladi.

Birlamchi elektron nurini diafragma stoliga nisbatan almashtirish orqali, faqat tarqoq elektronlar u orqali o'tishi uchun obyektning qorong'i maydoni tasvirini olish mumkin. Keyin obyektning mikroskop ekrani bo'ylab tarqaladigan elektronlar yorqin bo'ladi.

Obyektiv tasvirining linza tekisligida harakatlanuvchi selektor (mikrodifraksion) diafragma joylashadi. Ushbu diafragma yordamida uni belgilangan joylaridan mikrodifraksion tasvir olish mumkin. Selektor diafragma o'rnatilgandan so'ng, oraliq linzadagi oqim kuchini ushbu linzaning obyektiv tekisligi orqa fokal tekisligiga mos keladigan qiymatga kamaytiradi. Diafragma chetga suriladi. Natijada, mikroskop ekranida namunaning tanlangan selektor diafragma qismidan diffraksion tasvir proyeksion diafragma yordamida hosil qilinadi.

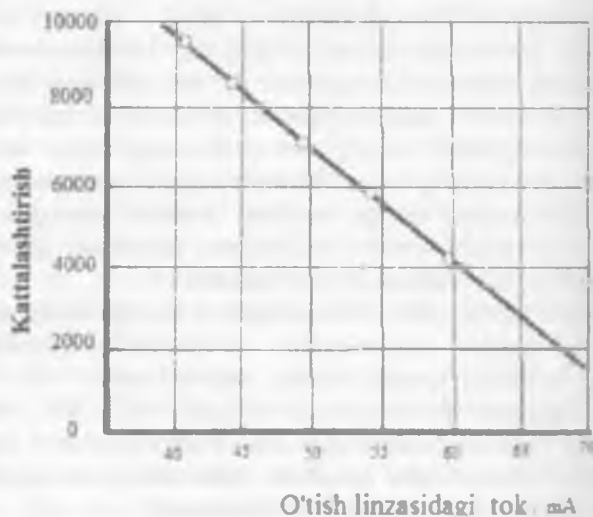
Metrologik va metallofizik tadqiqotlar o'tkazish uchun odatda 100 ... 200 kV kuchlanishli mikroskoplar qo'llaniladi. Obyektning turiga (materialning zichligi) qarab, bunday mikroskoplar ~ 0,2 ... 0,6 mm qalinlikdagi narsalarni ko'rishga imkon beradi. 400, 500, 1000, 1500 va hatto 3500 kV kuchlanishli yuqori kuchlanishli elektron mikroskoplari mavjud. Ushbu mikroskoplar bir necha mikrometrgacha qalinligi bo'lgan metall buyumlarni tadqiqot qilish imkonini beradi.

Shaffof elektron mikroskoplari doimiy ravishda takomillashtirilmoqda. Hozirgi vaqtda 500 kV kuchlanishli va yana 0,1 ... 0,2 nm o'lchamli, elektron nurni skanerlash uchun elektron-optik tizimlar bilan jihozlangan va turli jarayonlarning dinamikasini o'rganish uchun har xil birikmalar bilan jihozlangan mikroskoplar yuqori mahalliy va yuqori darajada sezgir kimyoviy tahlillar o'tkazish mumkin.

3.3. Shaffof elektron mikroskoplarining kattalashtirishi va imkoniyatlari

Odatda transmission elektron mikroskop tomonidan erishilgan kattalashtirish $\sim 200...300000$ marta. Kattalashtirishni tanlash obyektning o'rganilayotgan qismlarining o'lchamiga va xususiyatlariga bog'liq. Kichik qismlarga ajratib olishni ta'minlash kerak bo'lsa, siz katta hajmdan foydalanishingiz kerak.

Etalon setkalardan tayyorlangan maxsus replika yordamida kattalashtirishni onson kalibrlash mumkin. Bu setklar elektron asboblari tayyorlaydigan firmalar tomonidan yetkazib beriladi. Elektromagnit linzalarning oqimlarini turli qiymatlari bilan test obyektining fotosuratlarini olib, kalibrlash bog'anishini qurish va u yordamida asbobni kattalashtirishi aniqlanishi mumkin. 3.5-rasmda shaffof elektron mikroskop uchun odatdagi kalibrlash bog'liqligi ko'rsatilgan. Olingan bog'lanish faqat ma'lum bir qurilma uchun va faqat ma'lum bir tezlashtirilgan kuchlanish uchun amal qiladi.

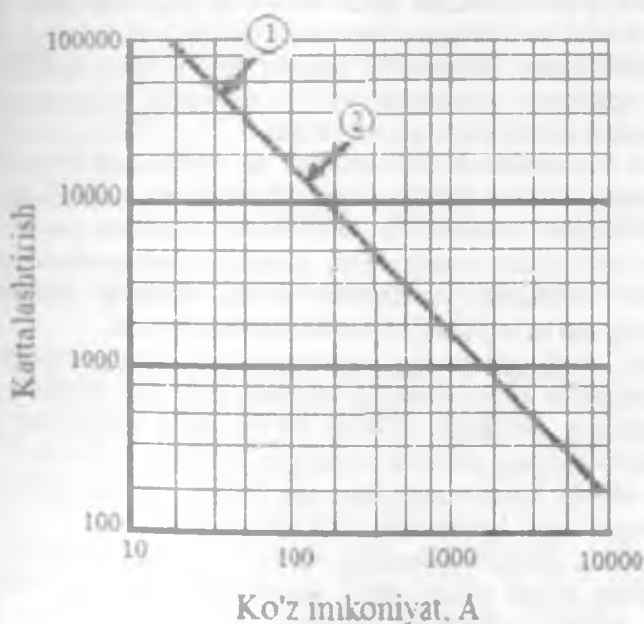


3.5-rasm. Shaffof elektron mikroskop uchun odatdagi kalibrlash egri chizig'i.

Nisbatan kattaliklardan foydalanish sizni bir-biriga yaqin bo'lgan chizig'larni yoki nuqtalarni masalani ko'zdan alohida qismlar sifatida ko'rib chiqishga imkon beradi. Har qanday optik qurilma nazariy imkoniyatlari obyektни yoritish uchun ishlatiladigan nurlanish to'lqin uzunligi tartibiga ega. Yuzkilovolt kuchlanishli elektron mikroskopi uchun elektronlarning to'lqin uzunligi 0,03 A ni tashkil qiladi. Biroq elektron

optikasida nuqsonlar mavjudligi (xromatik va sferik aberatsiya, astigmatizm) mavjudligi sababli, elektron mikroskoplarining aniq o'lchamlari 2-3 nazariy jihatdan yomonroqdir. Shunga qaramay, transmission elektron mikroskopi atomik (~ 0.1 nm) ga qadar yuqori darajadagi tasvirlarni olish imkonini beradi. Yaponiyaning JEOL kompaniyasining elektron mikroskopida to'g'ridan-to'g'ri metallar: mis va oltinlarni atomini ko'rish imkonini berdi. Xususan, oltinning atom tuzilishi qalinligi 10 nm bo'lgan plyonkada kuzatildi.

3.6-rasmda qurilmaning hal qilish imkoniyati va ko'zga zarur bo'lgan kattalashtirish hamda bu kattalikni amalga oshirish o'rtasidagi bog'liqlik ko'rsatilgan. Hal qilish imkonini oshirirmay turib, tasvirni yanada kattalashtirish obyekt haqida yangi ma'lumot bermaydi.



3.6-rasm. Ko'z imkoniyati va kattalashtirish o'rtasidagi bog'liqlini hal qilish uchun zarur bo'lgan munosibat.

Aperturaning kengaytirilishi hal qilish imkoniyatini oshiradi. Biroq juda yirik kattalashtirishda katta aperturani ishlatilishi aniqlik chuqurligini qisqartiradi. Shunday qilib, nazariy jihatdan kichikroq tezlatish kuchlanishi va kichik apertura qiymatlari yordamida tasvir sifati yaxshilanadi, ya'ni yaxshi kontrast, katta aniqlik chuqurligi va yaxshi hal qilish imkoniyatini beradi.

3.4. Kontrast va tasvirni hosil qilish

Amorf moddalarni o'rganish natijasida, elektron mikroskopning ekranidagi kontrastning paydo bo'lishi elektronlarning tarqoq tarqalishi bilan bog'liq. Moddaning qatlami qalinroq bo'lsa, atomlarning tarqalishi qobiliyati (ya'ni davriy jadvalda elementning buyurtma sonining kattaroqligi) yoki uning zichligi qanchalik katta bo'lsa, elektronlarning ko'proq tarqalishi yanada kengroq burchak ostida amalga oshiriladi.

Elektron mikroskopning hal qilish imkonini oshirish uchun apertura obyektivini ochilishini maxsus apertura diafragmasi bilan cheklash mumkin. Ushbu diafragmani obyektivning orqa fokal tekisligi yonida o'rnatiladi. Faqat apertura diafragmasi teshigiga tushgan elektronlar tasvirni hosil qilishda ishtirok etadi. Tarqalish natijasida katta burchakka oqqan elektronlar va diafragma aperturasi teshigiga elektronlar kirmasa, u holda elektron tutami intensivligi, qaysiki tasvirni hosil qilishda ishtirok etayotgan elektronlar zaiflashadi va o'z navbatida mikroskop ekranida tegishli maydon tasviri yanada qora bo'ladi.

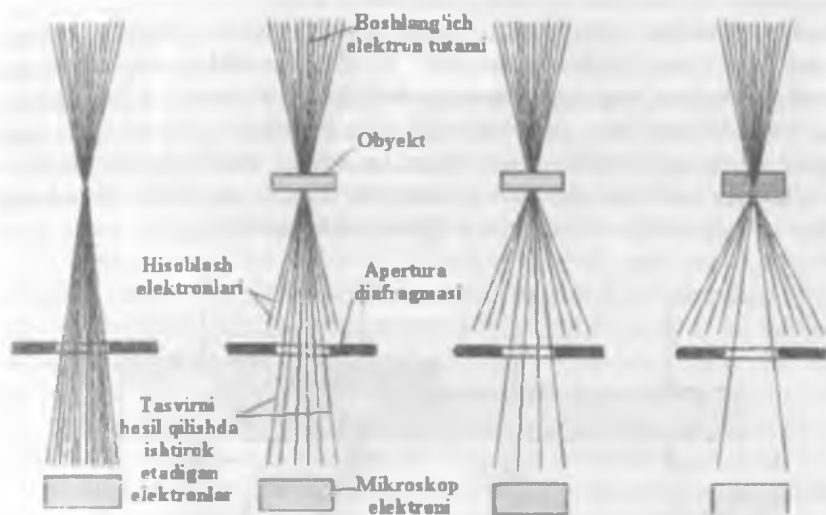
3.7 va 3.8-rasmlarda turli qalinlik va zichlikdagi obyektlar orqali elektronlarning o'tishini ko'rsatadigan diagrammalar keltirilgan. Qalin va zichroq obyektlarni o'rganishda elektronning tarqalishi yanada ko'proq darajada bo'lishi o'zini namoyon etdi, shuning uchun apertura diafragmasi orqali kam miqdorda elektronlar o'tadi. Buning ma'nosi qalin obyektlarning tasviri yupqasiga nisbatan qoraroq bo'ladi.

Obyekt bir xil qalinlikdagi qismlarga ega bo'lsa-da, turli zichlikda, u holda bu qismlarda elektronlarning tarqalishi ham turli darajada namoyon bo'ladi. Maydon qanchalik zichroq bo'lsa, unda elektronlar tarqaladi, elektron mikroskopning ekranda yaqqolroq ko'rinadi (3.8-rasm).

Agar obyekt kristalli tuzilishga ega bo'lsa, u holda diffuzion tarqalishdan tashqari tasvir kontrastiga difraksion tarqalishi ham ta'sir ko'rsatadi. Umumiy holatda, difraksiya burchagi obyektivni apertura burchagidan oshib ketadi, shuning uchun yorqin rangli tasvirda barcha boshqa narsalar teng bo'lganda, kristall uchastkalar amorfga ko'ra qorong'iroq quyuqroq ko'rinadi. Obyekt polikristall tuzilishga ega bo'lsa, obyektning elektron nuri tutamiga nisbatan yo'nalishiga qarab, alohida bo'laklarning (donalarning) tasvirining yorqinligi juda boshqacha bo'lishi mumkin.

Folgan bukilishi yoki nuqsonlar oldida kristall panjarani lokal o'zgarishi, masalan dislokatsiyalar oldida elektronlarni qaytish sharti o'zgarishi mumkin. Metall folganing egriligi ba'zi bo'limlarida Vulf-Bregg sharti to'liq bajarilishi va yorqin rangli tasvirlardagi uchastkalarda qora polosalar ko'rinishidagi ekstinksiya egilgan chizig'i sifatida paydo bo'ladi. «Ekstinksiya» so'zi aslida so'ngish, yo'q bo'lib ketishi, yo'q

bo'lish degan ma'noni anglatadi. Agar o'zgaruvchi qalinlikdagi kristallni tadqiqot qilinsa (masalan, folga chetida) elektron interferensiyasi bilan bog'liq bo'lgan qalinlik ekstinsion konturlari kuzatilishi mumkin.



3.7-rasm. Turli qalinlikdagi obyektivlarni qo'llanganda amorf materiallarda kontur sxemasini hosil bo'lishi.

Tasvirming difraksion kontrasti har qanday o'q atrofida og'ishi nazorat qilinadigan obyekt yordamida boshqarilishi mumkin. Ushbu operatsiya obyektning azimutal aylanishini o'qi atrofida har qanday burchakka, mikroskopning optik o'qiga parallel va $20...40^\circ$ burilishni ta'minlaydigan maxsus gonometrik qurilmalar yordamida amalga oshiriladi.

Tasvirming yorqinligi tezlashtirilgan kuchlanishga mos, kimyoviy elementning atom nomeriga teskari proporsional va folga qalinligi bilan mutanosib. Yorqinlik, shuningdek, namunaning burchagi bilan ham o'zgaradi, chunki bu burchak elektron nurlari tutamini o'tishining samarali qalinligini aniqlaydi.

Obyektiv linzaning aperturasini kamaytirish orqali rasm kontrastini yaxshilash mumkin. Nazariy jihatdan mikroskopning hal qilish imkoniyatini yo'qolishiga olib kelishi kerak. Tezlashuvchi kuchlanishning pasayishi ham kontrastning yaxshilanishiga olib keladi.

Replikalar tadqiqot obyektlari sifatida ishlatilsa, bu holda replikani xrom, platina, palladiy yoki oltin-palladiyli qotishma bilan purkalsa kontrastning kuchayishiga yordam beradi.

3.4. Kontrast va tasvirni hosil qilish

Amorf moddalarni o'rganish natijasida, elektron mikroskopning ekranidagi kontrastning paydo bo'lishi elektronlarning tarqoq tarqalishi bilan bog'liq. Moddaning qatlami qalinroq bo'lsa, atomlarning tarqalishi qobiliyati (ya'ni davriy jadvalda elementning buyurtma sonining kattaroqligi) yoki uning zichligi qanchalik katta bo'lsa, elektronlarning ko'proq tarqalishi yanada kengroq burchak ostida amalga oshiriladi.

Elektron mikroskopning hal qilish imkonini oshirish uchun apertura obyektivini ochilishini maxsus apertura diafragmasi bilan cheklash mumkin. Ushbu diafragmani obyektivning orqa fokal tekisligi yonida o'rnatiladi. Faqat apertura diafragmasi teshigiga tushgan elektronlar tasvirni hosil qilishda ishtirok etadi. Tarqalish natijasida katta burchakka oqqan elektronlar va diafragma aperturasi teshigiga elektronlar kirmasa, u holda elektron tutami intensivligi, qaysiki tasvirni hosil qilishda ishtirok etayotgan elektronlar zaiflashadi va o'z navbatida mikroskop ekranida tegishli maydon tasviri yanada qora bo'ladi.

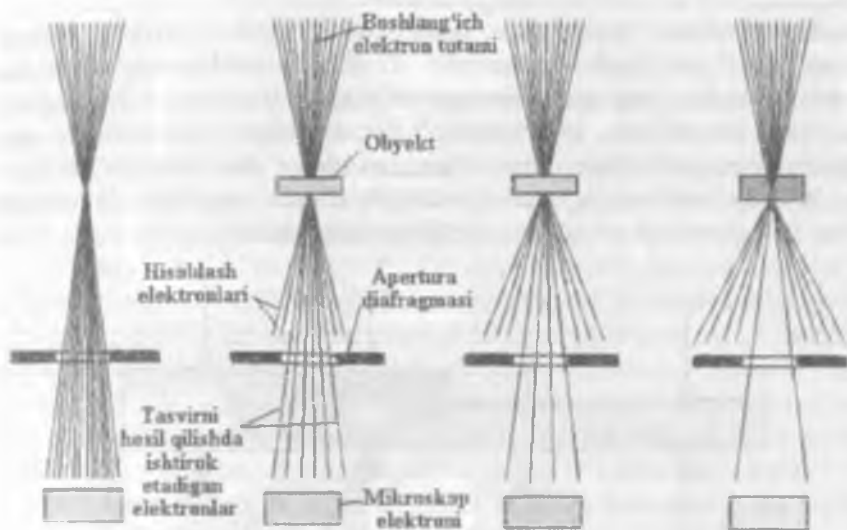
3.7 va 3.8-rasmlarda turli qalinlik va zichlikdagi obyektlar orqali elektronlarning o'tishini ko'rsatadigan diagrammalar keltirilgan. Qalin va zichroq obyektlarni o'rganishda elektronning tarqalishi yanada ko'proq darajada bo'lishi o'zini namoyon etdi, shuning uchun apertura diafragmasi orqali kam miqdorda elektronlar o'tadi. Buning ma'nosi qalin obyektlarning tasviri yupqasiga nisbatan qoraroq bo'ladi.

Obyekt bir xil qalinlikdagi qismlarga ega bo'lsa-da, turli zichlikda, u holda bu qismlarda elektronlarning tarqalishi ham turli darajada namoyon bo'ladi. Maydon qanchalik zichroq bo'lsa, unda elektronlar tarqaladi, elektron mikroskopning ekranda yaqqolroq ko'rinadi (3.8-rasm).

Agar obyekt kristalli tuzilishga ega bo'lsa, u holda diffuzion tarqalishdan tashqari tasvir kontrastiga difraksion tarqalishi ham ta'sir ko'rsatadi. Umumiy holatda, difraksiya burchagi obyektivni apertura burchagidan oshib ketadi, shuning uchun yorqin rangli tasvirda barcha boshqa narsalar teng bo'lganda, kristall uchastkalar amorfga ko'ra qorong'iroq quyuqroq ko'rinadi. Obyekt polikristall tuzilishga ega bo'lsa, obyektning elektron nuri tutamiga nisbatan yo'nalishiga qarab, alohida bo'laklarning (donalarning) tasvirining yorqinligi juda boshqacha bo'lishi mumkin.

Folgani bukilishi yoki nuqsonlar oldida kristall panjarani lokal o'zgarishi, masalan dislokatsiyalar oldida elektronlarni qaytish sharti o'zgarishi mumkin. Metall folganing egriligi ba'zi bo'limlarida Vulf-Bregg sharti to'liq bajarilishi va yorqin rangli tasvirlardagi uchastkalarda qora polosalar ko'rinishidagi ekstinksiya egilgan chizig'i sifatida paydo bo'ladi. «Ekstinksiya» so'zi aslida so'nish

bo'lish degan ma'noni anglatadi. Agar o'zgaruvchi qalinlikdagi kristallni tadqiqot qilinsa (masalan, folga chetida) elektron interferensiyasi bilan bog'liq bo'lgan qalinlik ekstinsion konturlari kuzatilishi mumkin.



3.7-rasin. Turli qalinlikdagi obyektivlarni qo'llanganda amorf materiallarda kontur sxemasini hosil bo'lishi.

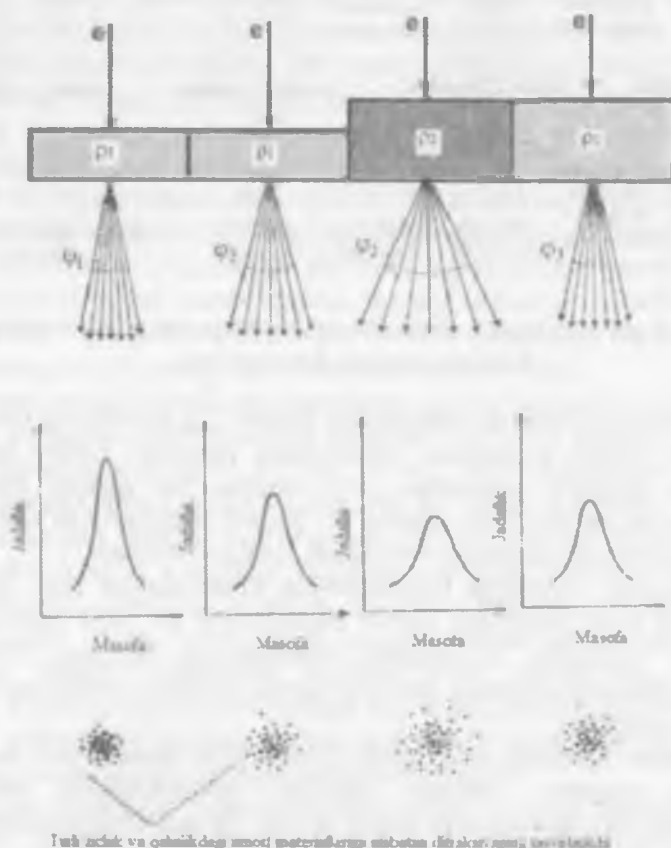
Tasvirning difraksion kontrasti har qanday o'q atrofida og'ishi nazorat qilinadigan obyekt yordamida boshqarilishi mumkin. Ushbu operatsiya obyektning azimutal aylanishini o'qi atrofida har qanday burchakka, mikroskopning optik o'qiga parallel va $20...40^\circ$ burilishni ta'minlaydigan maxsus gonometrik qurilmalar yordamida amalga oshiriladi.

Tasvirning yorqinligi tezlashtirilgan kuchlanishga mos, kimyoviy elementning atom nomeriga teskari proporsional va folga qalinligi bilan mutanosib. Yorqinlik, shuningdek, namunaning burchagi bilan ham o'zgaradi, chunki bu burchak elektron nurlari tutamini o'tishining samarali qalinligini aniqlaydi.

Obyektiv linzaning aperturasini kamaytirish orqali rasm kontrastini yaxshilash mumkin. Nazariy jihatdan mikroskopning hal qilish imkoniyatini yo'qolishiga olib kelishi kerak. Tezlashuvchi kuchlanishning pasayishi ham kontrastning yaxshilanishiga olib keladi.

Replikalar tadqiqot obyektlari sifatida ishlatilsa, bu holda replikani xrom, platina, palladiy yoki oltin-palladiyli qotishma bilan purkalsa kontrastning kuchlanishiga sezilarli darajada oshiriladi.

Tasvirning aniqligi asosan obyekt sirtining tozaligiga boqliq. Ko'pgina mikroskoplarda uglevodorod molekulalari kolonnada mavjud. Ushbu molekulalar diffuziya nasosi hamda vakuum yog'idan bug'lanadi, namunaning sirtiga adsorblanadi va elektron nurlari ostida bo'linadi, uglerod polimerlari plyonkasini hosil qiladi. Ushbu plyonka tufayli kontrast va yemirilish kamayadi. Ushbu aralashuvning ta'sirini kamaytirish uchun eng quyi intensivlikdagi elektron nurlari ishlatilishi kerak. Yana bir yechim – obyektga iloji boricha yaqin joylashtirilgan azot «Tutgich»larini qo'llashdir. Azo: tutgichlari suyuq azot bilan to'ldirilgan idish. Bunday qurilmaning sovuq yuzasida ifloslantiruvchi uglevodorod bug'leri konsentratsiyasi taxminan 95% ni tashkil qiladi.



3.8-rasm. Elektronlarni tarqalishi, intensivlikni taqsimlanishi va difraksiyon ko'rinishni amorf materiallarni o'zgaruvchi zichligi va qalinlik semasi: ϕ -elektronlarni tarqalish burchagi; α -materiallarning qalinligi.

3.5. Elektronlarni modda tomonidan tarqalishi. Elektron mikroskopda difraksion tasvirni hosil bo'lishi

Elektron mikroskopida elektronlar bir moddadan o'tib ketganda, ularning ba'zilar turli yo'nalishlarda va turli burchaklar ostida asosiy nur tarqalish yo'nalishidan chetlanadi. Namuna moddasi qanchalik zich va uning qalinligi qanchalik katta bo'lsa, u holda tushayotgan elektronlarning ko'p qismi tarqoq bo'lib, tarqaladigan burchak ham katta bo'ladi. Bu sxematik shaklda turli zichlik va qalinligida amorf namunalar misolida 3.8-rasm ko'rsatilgan. Xuddi shu rasmda tegishli intensivlidagi elektron nurlar tutamini taqsimlanishi ko'rsatilgan.

Obyektni tasvirlari elektron mikroskopning ekranda har safar paydo bo'lganda, obyektivning orqa fokal tekisligida difraksion tasvirlari paydo bo'ladi. Bir difraksion tasvirlarini hosil bo'lishi (3.9-rasm, a) ko'rsatilgan. Namunaning bir nuqtasidan kelib chiqqan nurlarning birinchi tasvir tekisligida fokuslanishi kuzatiladi. Shunday qilib, namunaning A nuqtasini tark etgan ikkita nur, birinchi kattalashagan tasvirning V nuqtasida fokuslanadi. S nuqtasidan chiqqan ikkita chiroq D nuqta fokuslanadi.

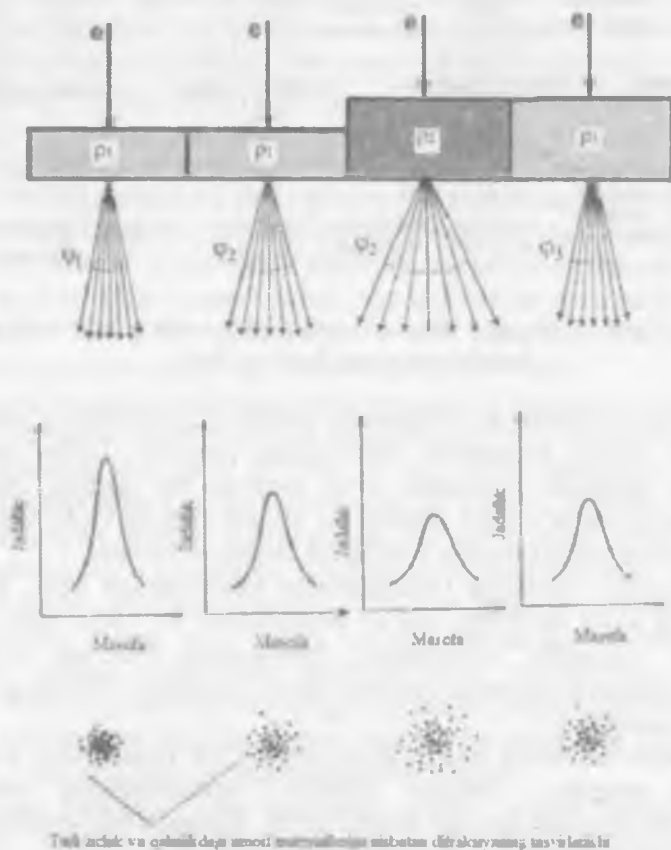
Bundan tashqari, ko'rinib turibdiki, namuna tomonidan singdirilgan bir xil yo'nalishda tarqalgan barcha nurlar obyektiv linzaning orqa fokal tekisligida fokuslanadi. Shunday qilib, R va N nurlari linzaning orqa fokus tekisligining Vb nuqtasiga fokuslanadi, singmagan bir xil yo'nalagan R va S nurlari W nuqtasida fokuslanadi.

Natijada, namunaning bir nuqtasida tarqalgan nurlar (masalan, S va A nuqtalaridan kelib chiqqan ikkita nur) birinchi tasvir tekisligiga fokuslanadi, shu bilan birga namunalar bir xil yo'nalishda tarqalgan nurlar (masalan, R va N) obyektiv linzasining orqa fokal tekisligida fokuslanadi. Obyektivning orqa fokusli tekisligida shakllangan bu «tasvir» difraksion tasvir deb ataladi.

Agar polikristallik namunası o'rganilayotgan bo'lsa, elektron-gammada konsentrik doiralari shaklidagi reflekslar kuzatiladi (3.10-rasm, a). Monokristall namunalarni tadqiqot qilinganda elektrogramma tasvirlari muntazam ravishda joylashgan dog'lar ko'rinishida bo'ladi (3.10-rasm, b).

Bu difraksion maksimumlar markaziy nuqtaga yaqinidagi diffuzion tarqalish fonida sodir bo'ladi. Difraksion maksimumining paydo bo'lishining sababi elektronlar kristalli namunadan o'tganda ma'lum bir yo'nalishdagi parallel parchalanuvchi tekisliklar yordamida tarqalgan elektron to'lqinlar bir-birining kuchayib, o'zaro ta'sirlashib, bir-birining kuchayishiga olib keladi. Boshqa yo'nalishlarning panjarali tekisliklar tomonidan tarqalgan elektron «to'lqinlar» «fazada emas» bo'lib chiqadi va

Tasvirning aniqligi asosan obyekt sirtining tozaligiga boqliq. Ko'pgina mikroskoplarda uglevodorod molekulari kolonnada mavjud. Ushbu molekularlar diffuziya nasosi hamda vakuum yog'idan bug'lanadi, namunaning sirtiga adsorblanadi va elektron nurlari ostida bo'linadi, uglerod polimerlari plyonkasini hosil qiladi. Ushbu plyonka tufayli kontrast va yemirilish kamayadi. Ushbu aralashuvning ta'sirini kamaytirish uchun eng quyi intensivlikdagi elektron nurlari ishlatilishi kerak. Yana bir yechim – obyektga iloji boricha yaqin joylashtirilgan azot «Tutgich»larini qo'llashdir. Azot tutgichlari suyuq azot bilan to'ldirilgan idish. Bunday qurilmaning sovuq yuzasida ifloslantiruvchi uglevodorod bug'lari konsentratsiyasi taxminan 95% ni tashkil qiladi.



3.8-rasm. Elektronlarni tarqalishi, intensivlikni taqsimlanishi va difraksiyon ko'rinishni amorf materiallarni o'zgaruvchi zichligi va qalinlik semasi:
 φ – elektronlarni tarqalish burchagi; ρ – materiallar zichligi, $\rho_1 < \rho_2$.

3.5. Elektronlarni modda tomonidan tarqalishi. Elektron mikroskopda difraksion tasvirni hosil bo'lishi

Elektron mikroskopida elektronlar bir moddadan o'tib ketganda, ularning ba'zilar turli yo'nalishlarda va turli burchaklar ostida asosiy nur tarqalish yo'nalishidan chetlanadi. Namuna moddasi qanchalik zich va uning qalinligi qanchalik katta bo'lsa, u holda tushayotgan elektronlarning ko'p qismi tarqoq bo'lib, tarqaladigan burchak ham katta bo'ladi. Bu sxematik shaklda turli zichlik va qalinligida amorf namunalar misolida 3.8-rasm ko'rsatilgan. Xuddi shu rasmda tegishli intensivlidagi elektron nurlar tutamini taqsimlanishi ko'rsatilgan.

Obyektni tasvirlari elektron mikroskopning ekranda har safar paydo bo'lganda, obyektivning orqa fokal tekisligida difraksion tasvirlari paydo bo'ladi. Bir difraksion tasvirlarini hosil bo'lishi (3.9-rasm, a) ko'rsatilgan. Namunaning bir nuqtasidan kelib chiqqan nurlarning birinchi tasvir tekisligida fokuslanishi kuzatiladi. Shunday qilib, namunaning A nuqtasini tark etgan ikkita nur, birinchi kattalashgan tasvirning V nuqtasida fokuslanadi. S nuqtasidan chiqqan ikkita chiroq D nuqta fokuslanadi.

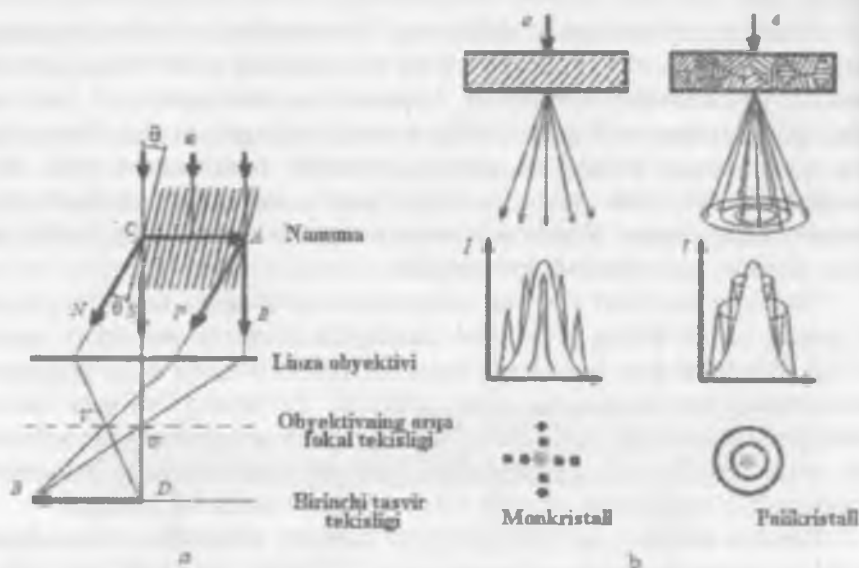
Bundan tashqari, ko'rinib turibdiki, namuna tomonidan singdirilgan bir xil yo'nalishda tarqalgan barcha nurlar obyektiv linzaning orqa fokal tekisligida fokuslanadi. Shunday qilib, R va N nurlari linzaning orqa fokus tekisligining Vb nuqtasiga fokuslanadi, singmagan bir xil yo'nalagan R va S nurlari W nuqtasida fokuslanadi.

Natijada, namunaning bir nuqtasida tarqalgan nurlar (masalan, S va A nuqtalaridan kelib chiqqan ikkita nur) birinchi tasvir tekisligiga fokuslanadi, shu bilan birga namunalar bir xil yo'nalishda tarqalgan nurlar (masalan, R va N) obyektiv linzasining orqa fokal tekisligida fokuslanadi. Obyektivning orqa fokusli tekisligida shakllangan bu «tasvir» difraksion tasvir deb ataladi.

Agar polikristallik namunasi o'rganilayotgan bo'lsa, elektron-gammada konsentrik doiralar shaklidagi reflekslar kuzatiladi (3.10-rasm, a). Monokristall namunalarni tadqiqot qilinganda elektrogramma tasvirlari muntazam ravishda joylashgan dog'lar ko'rinishida bo'ladi (3.10-rasm, b).

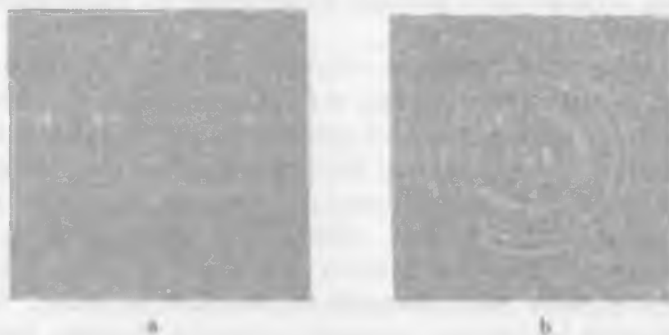
Bu difraksion maksimumlar markaziy nuqtaga yaqinidagi diffuzion tarqalish fonida sodir bo'ladi. Difraksion maksimumining paydo bo'lishining sababi elektronlar kristalli namunadan o'tganda ma'lum bir yo'nalishdagi parallel parchalanuvchi tekisliklar yordamida tarqalgan elektron to'lqinlar bir-birining kuchayib, o'zaro ta'sirlashib, bir-birining kuchayishiga olib keladi. Boshqa yo'nalishlarning panjarali tekisliklar tomonidan tarqalgan elektron «to'lqinlar» «fazada emas» bo'lib chiqadi va

o'zaro ta'sirlashib, ular bir-birini zaiflashtiradi. Ushbu tarqalgan elektronlardan hech qanday difraksiyon maksimumlar hosil bo'lmaydi.



3.9-rasm. Difraksiyon ko'rinishni hosil bo'lishi: a-obyektiv linzasida elektron nurini yurish sxemasi; b- monokristall va polikristallar namunaga qarab elektronlarni tarqalishi, intensivlikni taqsimlanishi va difraksiyon shaklni ko'rinishi.

3.9,b-rasmda intensivlikni taqsimlanishini olingan sxematik tasvirini, intensivlikni diskret maksimumli elektrogrammasi dog'lar yoki halqalar shaklida, qaysiki diffuzion fonda tarqalishini ko'rsatadi.



3.10-rasm. Monokristall (a) va polikristall (b) materiallarning difraksiyon ko'rinishi.

Oraliq masofa d bo'lgan panjara ko'p tekisli orintatsiyasi elektronlar difraksiyasi dog'lar yoki halqalar shaklida alohida reflekslarni hosil qilish uchun paydo bo'ladi hamda ma'lum Vulf-Bregg qonuni bilan belgilanadi.

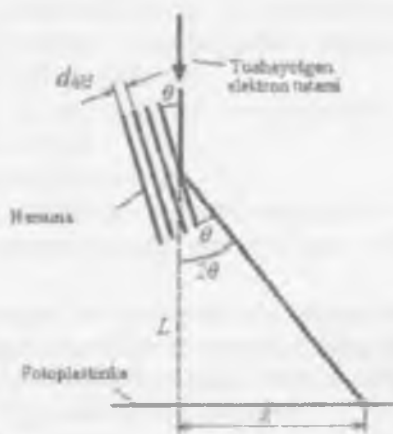
$$\lambda = 2d_{hkl} \cdot \sin\theta,$$

bunda, λ – tushayotgan elektronlarning to'lqin uzunligi (tezlash-tiruvchi kuchlanishga bog'liq bo'lib, kuchlanish katta bo'lsa, to'lqin uzunligi kichik bo'ladi), θ – elektron nuri yo'nalishi va atom tekisligi orasidagi burchak (3.11-rasm), d_{hkl} – ushbu tekislik seriyasining alohida tekisliklari orasidagi masofa.

Diskret difraksiya nuqtalari yoki halqalar faqat shu holda hosil bo'ladiki, agar Vulf-Bregg qonunini qondiradigan elektronlar atom tekisliklarida tarqaladi, qachonki tushgan nurga nisbatan θ burchagi ostida tushayotgan bo'lsa.

Agar ko'rsatilgan qonuniyat bajarilmasa, o'zaro ta'sirdagi tarqoq elektron to'lqinlar bir-birini zaiflashtiradi. Natijada, elektrogrammada markaziy dog' atrofida faqat zaif diffuzion tarqalish fondi paydo bo'ladi. Lekin aslida, kristaldagi ko'plab tekisliklar tizimida, doimo bir nechta tekislik topiladi va u tushayotgan nurlarga nisbatan Bregg burchagi ostida joylashgan.

Natijada, kristalli obyektidan olingan elektronogramma har doim diskret reflekslari bo'ladi. Umumiy atama «refleks» ko'pincha difraksiya nuqtalari va difraksiya halqalarini belgilash uchun ishlatiladi.



3.11-rasm. Elektron nurga θ burchak ostida joylashgan tekisliklar orasidagi masofasi d_{hkl} teng panjaraning parallel tekisliklarining ketma-ketligidan elektronlarning tarqalishi.

Nazorat savollari:

1. Transmission elektron mikroskopning qanday turlari mavjud?
2. Transmission elektron mikroskopi qanday tizimdan iborat?
3. Transmission elektron mikroskopning elektronlar manbai nima?
4. Katod nimadan tayyorlangan?
5. Transmission elektron mikroskopning asosiy qismlari nima?
6. Metallofizik tadqiqotlar o'tkazish uchun qanday kuchlanish ishlatiladi?
7. Transmission elektron mikroskop tomonidan erishilgan kattalashtirish qancha?
8. Transmission elektron mikroskop uchun namuna nima?
9. Vulf-Bregg qonuni qanday?
10. Obyektni tasvirlari elektron mikroskopning ekranda hosil bo'lishi.

4-BOB. RASTR ELEKTRON MIKROSKOPI

4.1. Kirish

Bu makro-mezo va mikroskopik darajadagi materiallarning strukturaviy holatini o'rganish uchun juda ko'p tomonlama va istiqbolli vositalardan biridir. Rivojlanish darajasi va shaffof elektron mikroskop (ShEM) modellari soni bo'yicha rastor elektron mikroskoplari (REM) oldinda [16,20,25].

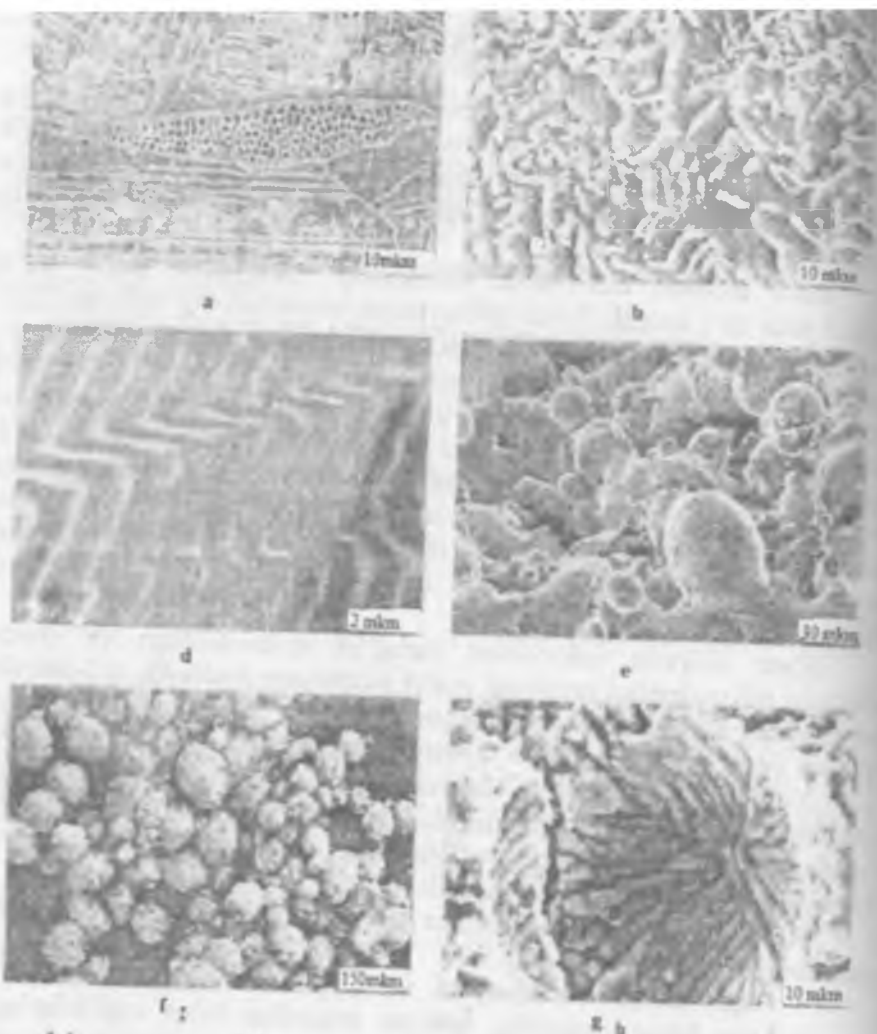
Rastr elektron mikroskopi obyektlarni fraktografik tadqiq qilish uchun juda qo'l keladi. Tahlil qilinayotgan obyektlarning deformatsiyasi va yemirilish xususiyatlarini aniqlash, materialning mo'rtlashish darajasini aniqlash, yemirilish manbaini topish, yemirilish bosqichini kuzatish imkonini beradi. Ushbu usul kukun metallurgiyasida ishlatilgan zarrachalarning o'lchami va shaklini o'rganishda kukun metallurgiyasida ham keng qo'llaniladi. Shu bilan birga, rastor spektroskopik mikroskoplardan foydalanib, oldindan aniqlangan mikrostruktura bilan metallografik shliflarni tadqiq etish mumkin. Rastr elektron mikroskoplari yordamida olingan tasvirlarning namunalari 4.1 va 4.2-rasmlarda ko'rsatilgan.

Rastr elektron mikroskopi yorug'lik mikroskoplari va shaffof elektron mikroskoplari orasidagi oraliq pozitsiyani egallaydi. 4.1-jadvalda bu tadqiqot usullarining hal qilish imkoniyatlari, fokusning chuqurligi va boshqa xususiyatlarga nisbatan qiyosiy ko'rsatkichlari aks ettirilgan [25].

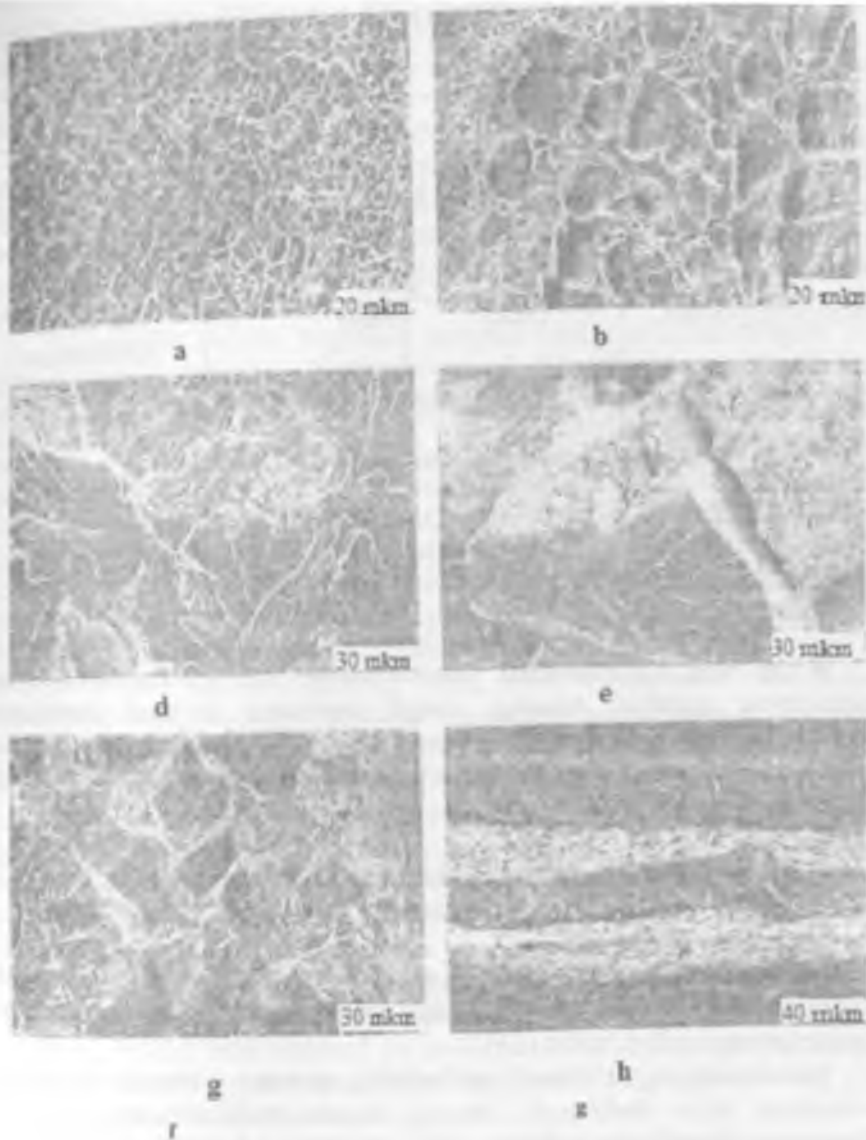
Yorug'lik, rastor va elektron mikroskoplar raqobatlashadigan qurilmalar sifatida qaralmaslik kerak. Ular muvaffaqiyatli tarzda bir-birini to'ldiradi, shuning uchun metallografik tadqiqotlardagi mukammal foydalanish eng istiqbolli hisoblanadi.

Rastr elektron mikroskopi tez rivojlanishini aniqlashda REMning quyidagi afzalliklari mavjud:

- yuqori hal qilish imkoniyati;
- katta fokus chuqurligi tasvirni yaqqolligi bilan uyg'unlashgan, hamda aniq sirt topografiyasiga ega bo'lgan obyektlarni o'rganishga imkon berishi;
- REM ning yuqori ish faoliyatini ta'minlovchi va artefaklarga yo'l qo'ymaydigan tadqiqot obyektlarini tayyorlashning soddaligi;
- REMda yuqori aniqlikdagi tadqiqotlarni ta'minlaydigan kichik va katta nishonlardagi o'zgarishlarning soddaligi;
- rentgen va katodli luminesans, elektron spektrometriya tahlillari hamda magnit va elektr mikromaydonlarni, difraksiya effektlari va boshqalarni o'rganish.



4.1-rasm. Rastr elektron mikroskopidan foydalanib olingan metall obyektlarning rasmi: a- evtektoidgacha bo'lgan cho'yanda lediburit koloniyasi; b-po'lat 20 da sementit zurrallari ferrit matritsasida; d-evtektoid po'lat perlitida plastik deformatsiyalangan sementit plastinalari; e-elektron nuri bilan eritilgan qoplamali qattiq qotishma yuzasi; f-kukun material zurrallari; g-alyumin qotishmasi 01420 payvand chokidagi g'ovaklik tubi.



4.2-rasm. Metall materialarning yuzalarini yemirilish rasmi: a- texnik temimi yunishoq yemirilishi; b-09G2S po'latni yumshoq yemirilishi; d-U8 po'latning transkristallik ariqchali sinishi; e, f- puxtalangan U8 po'latni interkristallik sinishi; g-«po'lat 7XNM- texnik temir» qatlamli kompozitsiyani sinishi.



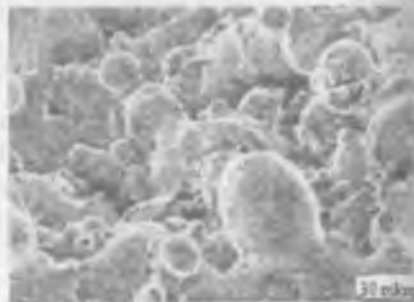
a



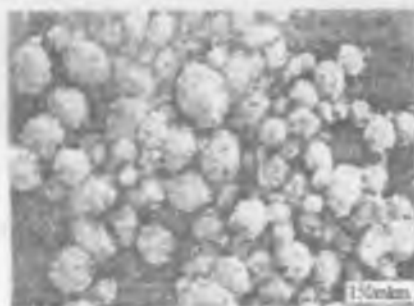
b



d



e

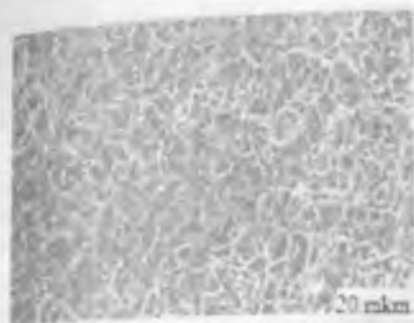


f

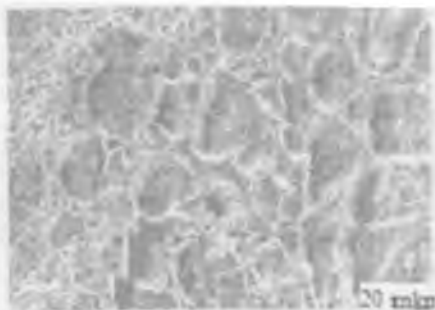


g

4.1-rasm. Rastr elektron mikroskopidan foydalanib olingan metall obyektlarning rasmi: a- evtektoidgacha bo'lgan cho'yanda lediburit koloniyasi; b-po'lat 20 da sementit zarralari ferrit matritsasida; d-evtektoid po'lat perlitida plastik deformatsiyalangan sementit plastinalari; e-elektron nuri bilan eritilgan qoplamali qattiq qotishma yuzasi; f-kukun material zarralari; g-alyumin qotishmasi 01420 payvand chokidagi g'ovaklik tubi.



a



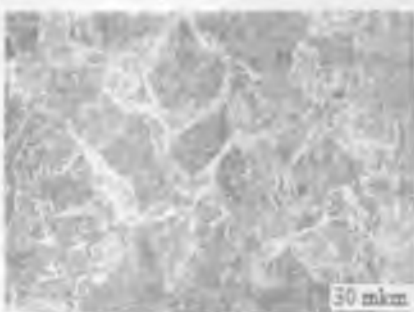
b



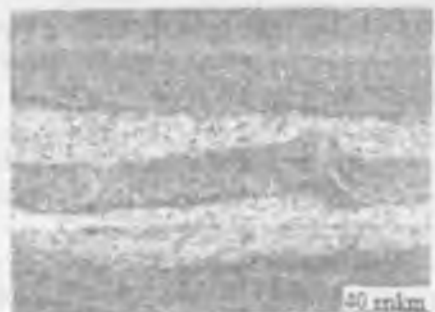
d



e



g



h

f

z

4.2-rasm. Metall materiallarning yuzalarini yemirilish rasmi: a- texnik temimi yunishoq yemirilishi; b-09G2S po'latni yumshoq yemirilishi; d-U8 po'latning transkristallik ariqchali sinish; e, f- puxtalangan U8 po'latni interkristallik sinishi; g-«po'lat 7XNM- texnik temin» qatlamli kompozitsiyani sinishi

Turli tipdagi mikroskoplarning solishtirma xarakteristikasi

4.1-jadval

Xarakteristika	EM	REM	SHEM
Imkoniyati	5 mkm	0.2 mkm	10 nm
Fokus chuqurligi	Kichik	Yuqori	O'rtacha
Ishlash rejimi:			
Nur o'tish	+	+	+
Nur qaytarish	+	+	-
Difraksiya	+	+	+
Namuna tayyorlash	Oddiy	Oddiy	Murakkab Artefaktlari mavjud
Tadqiqot uchun maksimal qalinlik	Ommaviy	O'rta	Juda nozik
Ishchi muhit	Turli-tuman	Vakuum	Vakuum
Foydali maydon	Kichik	Katta	Kichik
Signal	Faqat tasvir	Ishlov berish mumkin	Faqat tasvir
Tannarxi	Past	Yuqori	Yuqori

REM ning kamchiliklari yuqori narxni, namunadagi strukturani aniqlashning mumkin emasligi, rangli tasvirning yo'qligi, namunani vakuumda joylashtirish, tadqiqot vaqtida ba'zi materiallarning radiatsiyaviy ziyonni, dielektrlarni o'rganishdagi qiyinchilikni o'z ichiga oladi.

4.2. Rastr elektron mikroskopida tekshirish uchun namunalarni tayyorlash

Rastr elektron mikroskopi bo'yicha tadqiqotlar uchun namunalarni tayyorlash juda sodda bo'lib, usulni amalga oshirishning o'ziga xos talablariga rioya qilish kerak [26].

Namunalarning o'lchami qurilmaning namuna o'rnatish jihozining o'lchamlari bilan cheklanadi. Hozirgi kunda foydalaniladigan ko'plab mikroskoplarda obyekt tutgichning diametri 20 mm, balandligi 10 mm dan oshmaydi. Kichik o'lchamdagi namunalar, shu jumladan, 1 mm dan kam (ingichka simlar, lenta, changlar va boshqalar) o'rgamlishi mumkin.

REM bo'yicha tadqiqotlar uchun namunalarni kesishda, tekshiriladigan yuzaning isitilishi va ifloslanishini oldini olish kerak. Bunday holda, tahlil qilinadigan sirt folga bilan ehtiyotkorlik bilan qoplanadi qizib ketishini oldini olish ...

bajiriladi, to'xtash joylari suv yoki emulsiya bilan sovutiladi. Kesishdan keyin emulsiya namlik izlari, so'ngra folga olib tashlanadi, namuna spirt yoki aseton bilan yuviladi va suyuqlikni butunlay olib tashlash uchun siqilgan havo bilan purkaladi.

Yoriq yuzasida ifloslanish mavjudligi, ikkinchi darajali emissiyasiga salbiy ta'sir qiladi, tasvirlarni shakllanishida buzilishlarni keltirib chiqaradi. Ba'zi begona zarralar elektronlar tutamidan zaryadlanib, uni chetlashtiradi. Oksidli plyonkalarni borligi sezilarli tasvir detallarini pasaytiradi. TEMda bo'lgani singari, sinishdan keyin darzliklar o'rganish tavsiya etiladi.

Namunalar obyekt tutgichda maxsus elektr o'tkazmaydigan kley bilan o'rnatilishi mumkin. Namunani obyekt tutgich bilan yetarli darajada kontaktda bo'lmasa, tasvir sezilarli darajada yomonlashadi.

4.3. Rastr elektron mikroskopning xususiyatlari

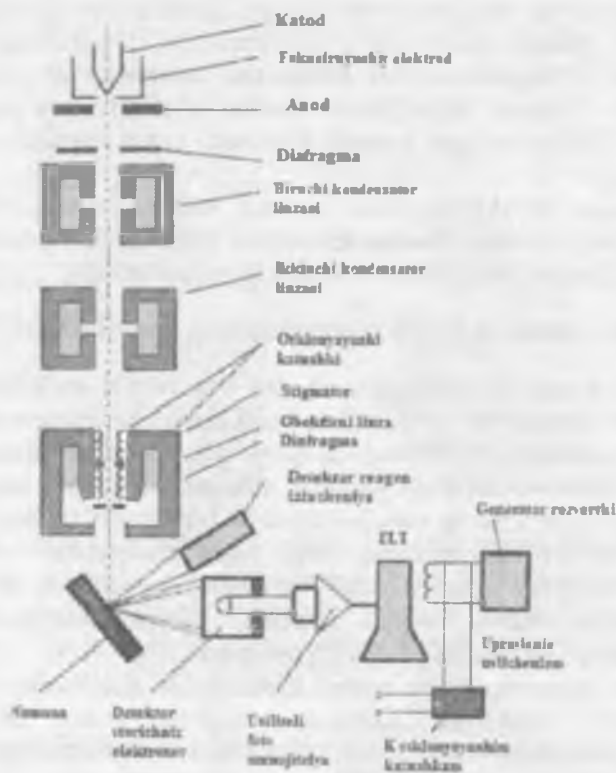
Rastr elektron mikroskoplari $\times 5$ dan $\sim \times 200000$ ga kattalashtiradi. Fraktografik tadqiqotlar o'tkazishda maksimal kattalashtirish odatda $\times 30000$ dan oshmaydi. REM ning hal qilish imkoniyati taxminan 100 A ni tashkil etadi. Fokus chuqurligi yorug'lik mikroskopidan 300 barobar ko'p. Bu 1000 mkm $\times$ 1000 marta kattalashtirishda, taxminan 10 mkm dan ziyod bo'lgan $\times$ 1000 kattalashtirishdan ortiq fokal chuqurlikka mos keladi. Namunalar fokusini o'zgartirmasdan har qanday yo'nalishda 45 darajadan ko'proq burchak ostida bo'lishi mumkin. Obyektivdan namunagacha bo'lgan ish masofasi odatda 10 dan 25 mm gacha.

Elektron mikroskopning asosiy tizimlari va qurilmalari (4.3-rasm) quyidagilar[3]: zond va namuna yuzasida uning skanerlashini ta'minlaydigan elektron-optik tizim; vakuumli avtomatlashtirilgan tizim va nozik mexanik qurilmalar (shlyuzlar, namuna tutgichlar, namunalarga turli xil mexanik ta'sir etish qurilmalari va boshqalar). Elektron-optik tizim elektron pushka, elektromagnit linzalardan, diafragmadan va sistemani o'z ichiga oladigan katushkadan iborat. Elektron pushka elektron manbai bo'lib, katoddan, fokuslovchi elektrod va anoddan iborat. Anod yerga ulangan, katod va fokuslovchi elektrod yuqori kuchlanish manbaiga (odatda 10 ... 30 kV, ba'zan q 1,5 kV) ulangan.

Yupqa volfram simidan elektron pushka ishlatilganda, elektronlar tutam termoemissiyasi hisobiga sodir bo'ladi.

Katodli elektron pushka geksoberid lantanli o'tkir charxlangan katoddan iborat bo'lib, har tomonidan qizdiruvchi elementlardan va sterje katodli avtoemission pushka katta yorug'likka hamda o'lchami sovut kichik samaradorlikdagi katoddan iborat, faqat olinadigan tutam

... tomonidan chiqariladigan elektronlar tezlashadi, diafragmadan, kondensor linzasida va obyektiv linzasidan o'tadigan tutamga aylanib, sezilarli darajada elektronlar manbai tasvirini kamaytiradi hamda uni namuna yuzasiga fokuslaydi.



4.3-rasm. Rastr elektron mikroskopining prinsipial sxemasi.

Elektron mikroskopning o'lchamlari elektron zondning diametri bilan belgilanadi (diametri kichikroq, mikroskopning o'lchamlari kattaroq), bu elektron optikaga, katod uchi hajmiga, emissiya qiluvchi elektronlarga, elektron nurlarining oqimiga va tezlashtirilgan kuchlanishga bog'liq.

Fokusslangan birlamchi elektron nurlari sinish yuzasiga tekkanda, bir nechta signallar paydo bo'ladi (3.1-rasm) [15]: aks ettirilgan va ikkilamchi elektronlar, katod lyuminesans va rentgen nurlari, ba'zi elektronlar namunadan o'tib ketadi va ba'zilar so'riladi. Fraktagrafiya nuqtayi nazaridan ikkilamchi elektronlar va elastiki tarqalgan (qarshi tomonga tarqalgan elektronlar) katta qiziqish uyg'otadi.

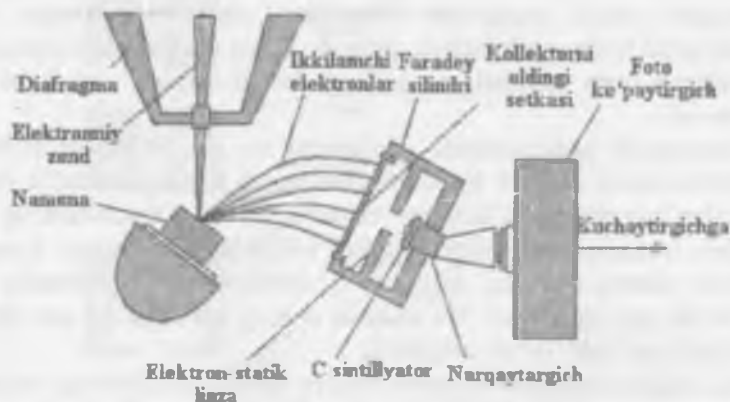
Namuna yuzasini tark etadigan elektronlar detektor yoki kollektor tomonidan tutib olinadi. Tegishli signal kuchaytiriladi va elektron nurli naychani yorug'ligini nazorat qilish uchun ishlatiladi. Bu nuqta elektron zond bilan o'zaro aloqada namunadagi analiz qilingan nuqtada paydo bo'ladigan signalning intensivligini aks ettiradi. Rasmini ko'rish generatorini elektron mikroskop ustunidagi chetlanuvchi katushkalarga va qabul qiluvchi elektron naychasining ajratuvchi plitalariga ulash yo'li bilan yaratiladi. Chetlashtirilgan elektron nurlari sinish yuzasida rastr hosil qiladi, bu elektron nurli naychadagi kattalashtirishda namoyon bo'ladi. Nuqta pirinsipi bo'yicha hosil qilingan tasvirning yorqinligi (kontrasti) har bir daqiqada sinish yuzasidan chiqadigan elektronlar soniga bog'liq ravishda signal bilan modulatsiya qilinadi. Uzoq vaqt nurdan keyin o'tishi bilan elektron nurli naychalarni qo'llash butun tasvirni vizual ko'rishga imkon beradi.

Fraktografik tadqiqotlarda ikkilamchi va aks ettirilgan elektronlar keng foydalaniladi. Deyarli har doim ikkilamchi tomonga afzallik beriladi, chunki ular eng yaxshi o'lchamni ta'minlaydi va namunalarning soyali qismlarini o'rganadilar. Biroq ayrim hollarda, tasvirning kontrastini yaxshilash uchun, ayniqsa, kichik o'lchamdagi tekis namunalar uchun ruxsat berish tavsiya etiladi. Bu mikroskopning ish uslubini aks ettirilgan elektronlarda qo'llash orqali erishiladi.

Aks etgan elektronlar yuqori energiya hamda tezlikka ega va namuna detektorga to'g'ri yo'nalishdagi trayektoriyalar bo'ylab harakat qiladi, natijada «soya» effektlari va o'z navbatida tasvirning yuqori ko'rinishi paydo bo'ladi. Aks etgan elektronlarda ishlash tartibi, piksellar sonini sezilarli darajada pasayishi bilan tavsiflanadi. Aks etgan elektronlarda ishlash rejimi hal qilish imkoniyati sezilarli darajada pasayishi bilan tavsiflanadi. Aks ettirilgan elektronlar 300 A gacha chuqurlikda namunada hosil bo'ladi. Namuna ichida tarqalishi tufayli, aks ettirilgan elektronlar zonasining diametri elektron zondning diametridan juda katta. Shu bilan birga, ikkilamchi elektronlar 20 dan 50 gacha energiyaga ega. Bu sirt qatlamidan 100 A qalinligi bilan chiqish uchun yetarlicha. Shunday qilib, 100 A qalinlikdagi sirt qatlami detektorga yetkazadigan ikkinchi darajali elektronlar manbai bo'lib xizmat qiladi. Ushbu ikki va elektron indekslarining generatsiya hududlari kattaligidagi farq. olingan hal qilish imkoniyatlaridagi farqlarni aniqlaydi.

Detektor tomonidan tutiladigan ikkilamchi va aks ettirilgan elektronlarning nisbiy miqdori detektordagi sozlanadigan kuchlanish bilan tartibga solinadi. Ikkilamchi elektronlarning odatdagi detektori 4,4-rasmda ko'rsatilgan [21]. U setkali Faraday silindridan (ichki maydonni tashqi elektrostatik ta'sirlardan butunlay himoyalovchi yerga ulangan metall

uchragan. Musbat kuchlanish (past energiya va tezlik bilan) ikkilamchi elektronlarni yig'ish uchun xizmat qiladi, lekin aks ettirilgan elektronlarning trayektoriyalariga ta'sir qilmaydi. Ya'ni siljish kuchlanishi kuchayib borayotganligi sababli, ko'p sonli ikkilamchi elektronlar ushlanib qoladi. Agar siljish kuchlanishi salbiy bo'lsa, ikkilamchi elektronlar detektorga yetib bormaydi va faqat aks ettirilgan elektronlar ushlanadi. Aks ettirilgan elektronlarning detektoriga minimal kirib kelishini, uni tekis elektron trayektoriya kollektoriga o'tmagan burchakka burish orqali erishiladi.



4.4-rasm. Elektronlarning ikkilamchi detektor sxemasi.

Kollektor panjarasidan o'tgan elektronlar shu darajada tezlashadiki, uni energiyasi stintillyatorni faollashtirish va yorug'lik hosil qilish uchun yetarli darajada kuchayib boradi. Stintillyatorga ulangan yoritgich yorug'lik nurlanishini fotoko'paytirish qurilmaga uzatadi, u yerda elektron nurlarning yorqinligini modulatsiya qilish uchun ishlatiladigan elektron nurli signallariga aylanadi. Ikkilamchi elektron detektorini aks ettirilgan elektronlarni (siljitish yo'li bilan va setkadagi siljish kuchlanishni o'zgartirish orqali) to'plash uchun ham foydalanish mumkin bo'lsada, ikkita alohida detektorni qo'llash yanada samaralidir.

Elektron mikroskopini skanerlashning asosiy maqsadlaridan biri turli xil tashqi yuklarni qo'llashda materiallarni yemirilish yuzasining tahlili [15] yoriqlar tasnifini asosiy xususiyatlarga muvofiq taqdim etiladi. Sinov namunasining yoki muayyan detalning har qanday yoriqlarida halokat nuqtasi, yoriq kelib chiqishi zonasi, rivojlanish va dolom zonasini aniqlanishi mumkin. Yoriqning kelib chiqishi sodir bo'lgan yoriq qismi yemirilish markazi deb ataladi. Yoriq kelib chiqishi markaziga ulashgan

yemirilish yuzasi yoriqning kelib chiqish zonasidir. Ilk yorilish manbaidar uzoqda joylashgan yoriqning maydoni yoriqlar rivojlanish zonasidir. Yoriq rivojlanish zonasi oxir-oqibat obyektning chekka qismiga o'tadi.

Darzlar bo'lishi mumkin birinchi, yemirilish markazidan tarqalgan va yemirilish yuzasini hosil qiladi; an hamda ikkilamchi darajali, sirt ustida joylashgan sinishdan alohida yemirilish markazlaridan tarqalgan Yoriqning yuzasi siniqlar, chuqurliklar, pog'analar, ariqchalar, tillar va ajralish taroqlari kabi elementlarni mavjudligi bilan tavsiflanadi.

Siniqlarni mikrotuzilishini tasvirlash uchun, parchalanish, kvaziparchalanish va mikrobo'shliqlar kabi tushunchalar qo'llaniladi. Parchalanish — bu mo'rt sinish mexanizmi bo'lib, unda metallning kristallografik tekisliklar (intragranulyar bo'linish) yoki tekis bo'laklar (intergranulyar ajralish) bilan tekislangan yuzalarga bo'linadi. Parchalanish zarracha o'lchamlari bilan mos keladigan qirralarning hosil bo'lgan yoriq yuzasi bilan ajralib turadi va deyarli plastik deformatsiyaning belgilari yo'q.

Kvaziparchalanish — bu donlararo kvazimo'rt yemirilish mexanizmi, metallarni tekisliklar bo'yicha ajralishi donalarning kristallografik tekisliklar mos kelmasligi bilan xarakterlaydi. Mahalliy plastik deformatsiyaning zaif belgilari donning kattaligidan kichikroq bo'lgan fasetlardan tashkil topgan halokat yuzasi bilan tavsiflanadi. Donalar ichki yoki donalararo yumshoq yemirilish mexanizmi mikrobo'shliqlar birlashishini anglatib, metall oqimini plastik deformatsiyasi davrida metallni kelib chiqishi, o'sishi va mikrobo'shliqlarni birikishini xarakterlaydi. Ushbu mexanizm chuqurlarning turli darajalari va butun yuzaning muqim plastik deformatsiyasiga ega bo'lgan yassi mikrorelyef sinishi yuzasi bilan tavsiflanadi.

Nazorat savollari:

1. Rastr elektron mikroskopning kattalashtirish chegarasi.
2. Rastr elektron mikroskopi qanday qismlardan tashkil topgan?
3. Rastr elektron mikroskopning imkoniyatlari qanday aniqlanadi?
4. Namuna qanday tanlanadi va tayyorlanadi?
5. Rastr elektron mikroskopda olingan rasmni tasvir deb atash mumkinmi?
6. Rastr elektron mikroskopda kontrast va uning fizik ma'nosi qanday?
7. Rastr elektron mikroskopda topografik kontrast qanday?

SKANERLOVCHI ZONDLI MIKROSKOPLAR

Bugungi kunda real obyektlar jumladan, metall buyumlar bilan muhim xususiyatlarining aksariyat qismi sirtlarining holati aniqlanadi. Sirt qatlamlarining xususiyatlari ularning nozik (atomik) strukturasi, sirtning atmosfera va qattiq moddalari bilan o'zaro bog'liqligi bo'lgan materiallarning hajmidan sezilarli darajada farqlanadi. So'nggi yillarda sirt qatlamlarini o'rganish materialshunoslikning eng muhim vazifalaridan biri bo'ldi. Ko'plab mutassislarining sa'y-harakatlari ushbu muammolarni hal etishga qaratilgan. Sirt hodisalarini o'rganishda olingan bilimlar zamonaviy nanotexnologiya sohasida muvaffaqiyatga erishdi. Yuqorida keltirilgan muammolarni muvaffaqiyatli hal etishda sirtni o'rganish uchun axborot va qulay usullarni qo'llash juda muhimdir.

So'nggi 10 – 15 yillarda skanerlash zond mikroskopi (SZM) turli xil tabiiy materiallarni, shu jumladan metallni o'rganish uchun keng qo'llanilgan. Gap skanerlovchi tunnel mikroskopi (STM) va atom kuchi mikroskopi (ASM) [1-6] skaneridan o'tkazish haqida ketyapti. Yuqorida keltirilgan tadqiqot usullarini aniqlash uchun ingliz adabiyotida quyidagi yozuvlar qo'llaniladi: SZM (Scanning Probe Microscopy), STM (Scanning Tunnelling Microscopy), AKM (Atomic Force Microscopy).

STM va AKM usullarining eng muhim afzalligi shundaki, ular o'rganilayotgan materialning sirtini uch o'lchovli tasvirini yaratish uchun juda yuqori sifatdagı yechimlarni beradi. Ushbu usullarning umumiyliğı juda ko'p va ko'pincha parallel ravishda qo'llaniladi. Skanerlashda zond mikroskopik usullarining eng muhim xususiyati ularning nisbiy arzonligi. Elektron mikroskopi, tunnelli va atomik kuch mikroskopi bilan taqqoslaganda, bu kattalik bir necha barobar arzonlashadi. Havo da zond mikroskopida skanerlash usullarini qo'llash alohida ahamiyatga ega. Ushbu holat tadqiqot metodologiyasini keskin ravishda soddalashtiradi.

Skanerlash zondli mikroskopining paydo bo'lishi bilan, obyektlar yuzasida alohida atomlarni yoki ularning kichik guruhlarini kuzatish muammosini hal qilish ancha aniq bo'ldi. Bir necha o'n yillar davomida bu haqiqiy emas edi.

Skanerlashda zond mikroskopi paydo bo'lishidan oldin, sirtni o'rganishning asosiy usuli sekin elektronlarni difraksiya usuli (DEM). Elektron nurlarining past energiyasi tufayli o'rganilayotgan obyekt yuzasiga tushadigan elektronlar faqat bitta yoki ikkita atom qatlamiga kirib boradi. Bunday zond yordamida olingan ma'lumotlar biz o'rganilayotgan materialning sirt qatlamidagi atomlarning joylashuvi haqida gapirishga imkon beradi. Shu bilan birga, DEM metodi obyektning alohida atomlarini to'g'ridan-to'g'ri namoyish etishga imkon bermaydi. Uning yordami bilan

olingan ma'lumotlar obyektning ma'lum bir sirt maydoni bo'yicha o'rtacha hisoblanadi.

Zond mikroskopini skanerlash usullari moddalarning strukturasi kabi kichik obyektlar bilan alohida atomlarni kuzatish va ishlashga imkon beradi. Ushbu usullarning rivojlanishi sirt hodisalari, materillarning konsentratsiyalangan holatini va fizikasini o'rganishda yangi kashfiyotlar ehtimoli haqida dalolat beradi. Shunubhasiz, skanerdan o'tkaziladigan zond mikroskopik usullardan foydalanish nanotexnologiyaning, shu jumladan materialshunoslik sohasida yuzada rivojlanishini ta'minlaydi.

5.1. Skanerlovchi tunnel mikroskopi

1986-yilda N. N. Rohrer (Shveytsariya) va G. Binning (Germaniya) fizika bo'yicha Nobel mukofoti oldi. Ushbu olimlarga beriladigan mukofot, materiallarni o'rganishning eng ilg'or usullaridan biri – tunnel mikroskopini skanerdan o'tkazishdagi ajoyib tadqiqotlari uchun berildi. Ushbu qurilmalarning yaratilish qo'llanilishi 1981-yilda turli tabiat materiallariga xos bo'lgan sirt hodisalarini o'rganishda yangi yo'nalish uchun asos bo'ldi.

Taniqli ifoda: «Barcha qobiliyatli oddiy» – tunnel mikroskopini skanerlash usuliga to'lo mos keladi. STM harakati prinsipi quyida ko'rsatilganidek, juda sodda. Shu bilan birga, ishlab chiqilgan qurilmalarning salohiyati shunchalik ulkanki, mutaxassislar yaqin kelajakda ilm-fanning ta'sirini oldindan taxmin qilishga majbur emaslar.

Tunnel mikroskoplari optik va skanerlash elektron mikroskoplari bilan solishtirganda mutlaqo boshqa prinsiplarda ishlaydi. Shunga qaramay, ular o'rganilayotgan sirtning vizual tasvirini olishga imkon beradi. Tunnel mikroskoplarini skanerlashning eng muhim ustunligi – 2 mingga 30 milliongacha bo'lgan masofa bo'ylab kengaytirishni o'zgartirish imkonini beradi. Mikroskopning rezusi angstromning nisbati Rezolutsiyani yaxshilashda asosiy cheklov – bu vibratsiyadir. Muhim vaziyatlar ham – kompaktlik va qurilmalarning kichik vaznlari (kilogrammi birliklari). Bugungi kunda, havoda ishlaydigan tunnelli mikroskoplar maxsus gazli muhitda va vakuum sharoitida ishlatiladi.

Ko'p sonli sifatlar tufayli skanerlovchi tunnelli mikroskoplari noyot zamonaviy qurilmalarga tegishli. Birinchidan, ushbu qurilmalar turli xil nuqsonlik turlari kabi kamchiliklarga ega emas. Bu zond mikroskopd linzalarni o'z ichiga olmaydi. Ikkinchidan, mikroskoplar ko' materiallarga yumshoq rejimlarda ishlaydi. Tasvirni shakllanishida ishtiro etadigan elektronlarning energiyasi odatda kimyoviy boglanis energiyasidan kam bo'lgan bir necha elektron voltdagidan oshmaydi.

paydo bo'lmaydi, bu esa ushbu qurilmalarni materiallarni yaratish sinovidan o'tkazish imkonini beradi.

Skannerlovchi tunnel mikroskopi deb ataladigan qurilmalar yaratishda ikki elektrod o'rtasida tunnel tokining ko'inishiga asoslangan edi. Ushbu turdagi tok kichik elektrodlar dielektrik - vakuum, gaz yoki suyuqlik bilan ajratilgan bir-biriga yaqinlashganda paydo bo'ladi. Tunnel tokining kattaligi elektrodlanga qo'llaniladigan kuchlanish U_1 bilan mutanosib va elektrodlar orasidagi masofaga ekspansional bog'liqlikda bo'ladi. Past kuchlanish ($U_1 \ll 1B$) ga tekis elektrodlar uchun Fowler-Nordxeym tenglamasi to'g'ri:

$$I_t = KU_1 \exp(-A\sqrt{Vt}) \quad (5.1)$$

bu yerda, K doimiy, t elektron ishining funksiyasiga $2nm$ teng bo'lgan potensial to'siqning balandligi, A - proporsionallik faktoridir. $A \approx 10 \text{ nm}^{-1}$, $eB^{-1/2}$. Namuna va zond o'rtasida nanometr tartibining tunnelning toki uchun obyektlar orasidagi masofa bir necha angstrom bo'lishi kerak.

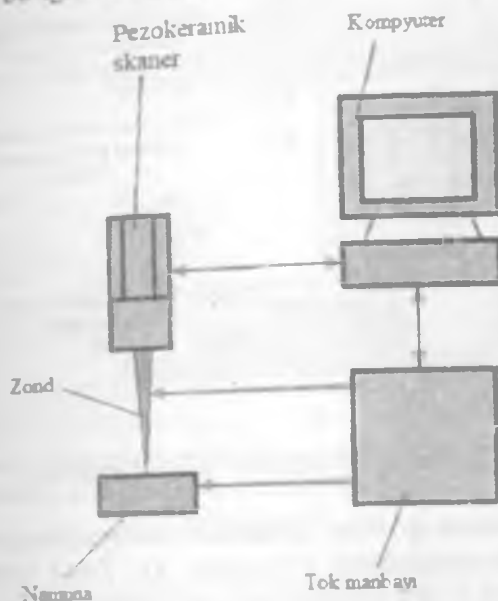
Aytib o'tilganidek, mikroskopni tekshirish usuli tekshirilayotgan obyektlarning atomik hal qilish imkonini beradi. Aslida, zond atomlarni emas, balki turli atom energiyasining atomlarning atrofidagi zichligini taqsimlashga imkon beradi. Shunday qilib, skanerlash tunnel mikroskopi obyektning sirt topografiyasini emas, balki Fermi darajasida joylashgan sirt elektron strukturasi ta'virini nazorat qiladi. STM ga yuqori sifatli tasvirlarni olish uchun zarur bo'lgan shart-sharoit - bu materialning yaxshi elektr o'tkazuvchanligi.

Eng oddiy tunnel mikroskopining sxemasi 5.1-rasmga ko'rsatilgan. Mikroskopning asosiy elementari o'tkir zond (igra, elektron birlik, monitoring voltaji va tunnel to'li, mikroskopni razzo qilish va olingan ma'lumotlarni yozib olish uchun kompyuterga ega bo'lgan pezo keramik skanerdir.

Ko'rinishda tunnelli mikroskoplarni yaratishda uchta tushunchalar amalda joriy etilgan: skanerlash, tunnellash va lokal zondlash. Ushbu fikrning soddaligiga qaramasdan, tunnelli mikroskoplar yuqori texnologiyani amalga oshirish natijasidir. Ularning ishlab chiqarilishi ko'plab texnik muammolarni hal qilish zarurati bilan bog'liq. Barcha ishlab chiqarilgan mikroskoplar, albatta, atomik hal qilishga erisha olmaydi.

Pezo skaneri tunnellash va atom kuchlari mikroskoplarida eng muhim funksiyalarni bajaradi. Zondni obyektning ustidagi istalgan nuqtaga olib borishni ta'minlaydi, topografiya va yuzaning elektron holati

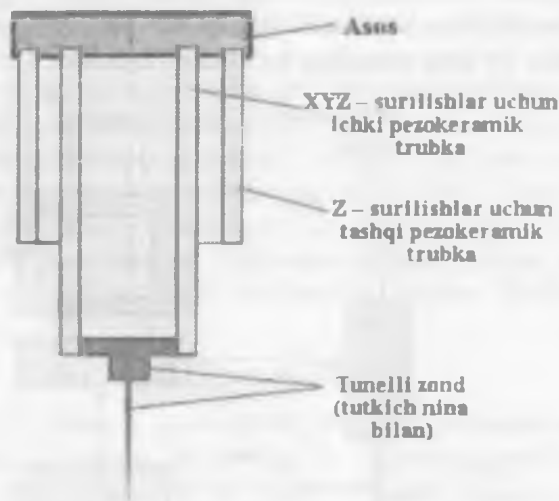
haqida ma'lumot beruvchi o'lchovlar uchun mikro skaner
 pezoskaner konstruksiyalari zond ignasini bir necha angstromdan o'nlab
 mikrometrgacha bo'lgan masofaga ko'chirishi mumkin.



5.1-rasm. Tunnelli mikroskop blok-sxemasi.

Pezosanner funksiyasini tripod yoki seksiyalarga bo'linadigan pezo tubka tomonidan bajarilishi mumkin. Bu tripod uchta o'zaro perpendikular pezokristalli plitalardan iborat. Ignali (zond) tripod ustiga qotiriladi. Zamonaviy qurilmalarda tripod endi ishlatilmaydi. Buning o'miga uchburchakli pezosanner bor edi, bu tripod bilan taqqoslaganda, yanada ixcham, qattiqroq va yuqori rezonans chastotaga ega. Oxirgi holat ayniqsa, tunnel mikroskoplarini ko'rish uchun muhim ahamiyatga ega.

Truba shaklli pezoskanerning sxemasi 5.2-rasmda ko'rsatilgan. Turli diametrdagi ikkita pezokeramik naychaning foydalanish va dizayni ko'rish oraliq'ini kengaytiradi va Z - koordinatasidagi issiqlik oqimining ta'sirini pasaytiradi. Pezokeramik trubkaning devor qalinligini kamaytirish bilan o'rganilayotgan sirtни skanerlashda zondni katta siljishini ta'minlash mumkin.

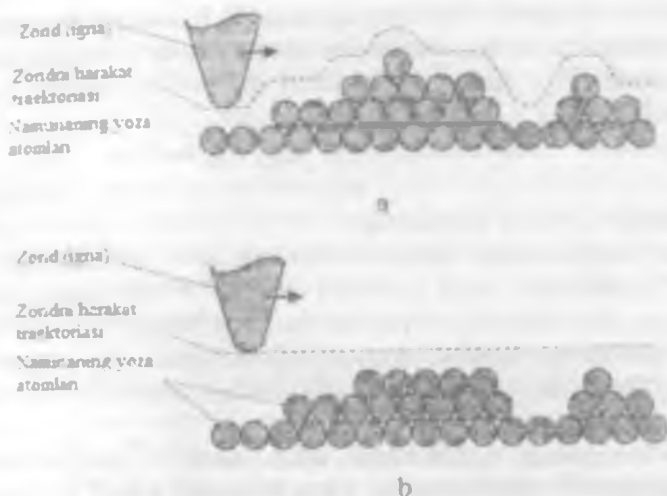


5.2-rasm. Pezoskanerni tuzilish sxemasi.

Tunneli mikroskop bilan ishlashda ikkita rejimdan foydalaniladi. Bulardan biri quyidagichadir (5.3-rasm, a). Zond ignasi bir nechta angstrom masofada o'rganiladigan sirtga yaqinlashadi. Bunday holda, igna va obyekt orasidagi bo'shliqda nano-amper tartibida tunnel tok paydo bo'ladi. Tunnelning toki kuchli darajada obyektlar orasidagi masofaga bog'liq. Agar siz igna gorizontal yo'nalishda (X) harakat qilishni majbur qilsangiz, u holda tunnel tokining doimiy qiymatini ta'minlash uchun ($I_t = \text{konst}$) siz ignani vertikal yo'nalish bo'yicha (Z) sinov joyining profiliga muvofiq harakat qilishingiz kerak. Zondning yo'li obyektning haqiqiy yuzasiga teng bo'lishi kerak.

Namuna va zond o'rtasidagi masofani barqarorlashtirish qurilmaning tok manbai sxemasi platasida taqdim etilgan qayta aloqa yordamida amalga oshiriladi. Pezoskanerning Z qismiga yetkazib beriladigan kuchlanish miqdori X yo'nalishi bo'yicha kompyuterning ekranida ko'rsatiladigan ma'lumotdir.

Agar skanerlash ko'p qatorda ketma-ket ravishda o'tkazilsa, kompyuterda tekshirilgan yuzaning topografiyasining tavsifi X,Y,Z koordinatalarida ko'rsatiladi. Olingan materiallarning grafik ishlanishi o'rganilayotgan sirt morfologiyasini tasavvur qilish imkonini beradi.



5.3-rasm. Skanerlovchi tunelli mikroskoplar ishini asosiy rejimlari: a-tunnel tokini doimiy ushlab turish; b -namuna ustida harakatni to'g'ri trayektoriyasini ushlab turish.

Ko'zga tashlangan tunnel mikroskopining ikkinchi ishlash tartibi Z yo'nalishida qat'iy kuchlanish qiymatini taqdim etishdan iborat. Zondni to'g'ri chiziq bo'ylab gorizontall tekislikda surish bilan tunnel toki I_t o'lchanadi. I_t ning qiymati relyef yuzasini grafik rekonstruksiya qilish uchun sanoqli ma'lumot sifatida xizmat qiladi. Ushbu rejim amalga oshirilganda, teskari aloqa bo'g'ini tunnel toki qiymatini nazorat qilmaydi. Shuning uchun indentorni tekshirilayotgan namuna yuzasiga «botish» ehtimoli oshadi. Bunday rejim tekis-atom yuzalarni tadqiqot qilganda afzaldir.

5.2. Atom energiyasi mikroskopi

Atom energiyasi mikroskopi (AFM) G.Binning, S.Kuayte va K. Gerber tomonidan 1986-yilda G. Binning va X. Rohremning fikrlarini hisobga olgan holda kashf qilingan. Atom energiyasi mikroskopning ishlashi va tunnel mikroskopi tamoyillari o'rganilayotgan sirt bilan o'tkir zondning o'zaro ta'siriga asoslangan. Ikkala turdagi qurilmada tasviri olish uchun zond yuzani skanerlaydi va har bir nuqtasining koordinatalari bo'yicha bir qator ma'lumotlarni olish imkonini beradi. Tunnel mikroskopini skanerlash g'oyasi tunnel tokining elektrodlar orasidagi

mikroskopı uchun ajralib turadigan muhimlik F jismlarining masofadagi o'zaro ta'sir kuchiga keskin bog'liqligi. Atom kuchi mikroskopining asosi zondning atomlari (o'tkir igna) va tahlil qilinadigan obyektning kuchli o'zaro ta'siri:

$$F = \frac{C_1}{R^{13}} - \frac{C_2}{R^7} \quad (5.2)$$

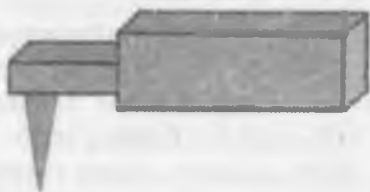
bu yerda, C_1 va C_2 konstantlar.

Ushbu tenglamadagi birinchi a'zo kontaktli atomlarning elektron bulutlarini itarishning qisqa muddatli kuchlarini tavsiflaydi, ikkinchisi nisbatan uzoq masofalardagi obyektlar orasidagi harakat qiluvchi tertishish kuchlarini tasvirlaydi. Atom-energiyasi mikroskopning kuch-quvvat ta'siri kuchlarning har qanday harakatiga kamaytirilishi mumkin emas. U doimo murakkab xarakterga ega.

Atom energiyasi mikroskopik usuli metallar, yarimo'tkazgichlar, biologik, kimyoviy obyektlarning topografiyasini tahlil qilishga imkon beradi. Tadqiqotlar vakuumda, atmosfera muhitida va maxsus gaz muhitida amalga oshirilishi mumkin. Agar obyektlarning yuzasida suyuqlik plyonkasi bor bo'lsa, uni ham o'rganish mumkin.

Oxirgi holat biologiya, tibbiyot va kimyo masalalarini hal qilishda alohida ahamiyatga ega.

Atomik energiyasi mikroskoplari bilan bir qatorda tunnel tipli mikroskoplarda bo'lgani kabi, ingichka tunnel zond bilan sirtni skanerlash tamoyili qo'llaniladi. Mikrozon - nozik plastinka ko'pincha kantilovchi (inglizcha «cantilever» dan – konsol, nur) deb ataladigan nazorat. Kontilaverning oxiri ~ 1 ... 10 nm radiusli egri chiziqli o'tkir igna bilan jihozlangan. Kontilaverning sxemasi 5.4-rasmda ko'rsatilgan. Iгна turli xil rejimlarda obyekt bilan ta'sir o'tkazadi. Ulardan biri patefon ignasini gramplastinga ko'chirish mexanizmiga mos keladi.



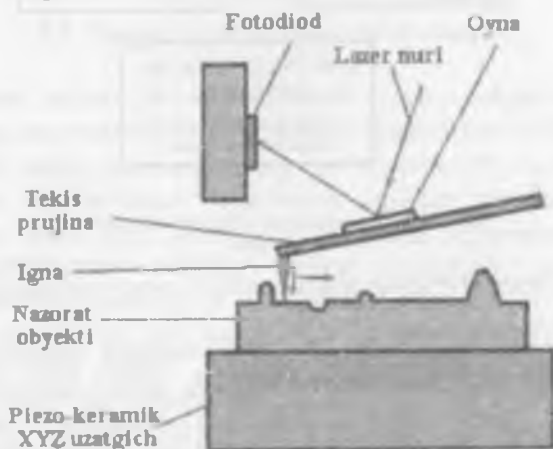
5.4- rasm. Atom energiyasi mikroskop sxemasi (kantilevera)

Zond obyektning yuzasiga yaqinlashadi va uch koordinatli piezoelektrik XYZ-translator yordamida skanerlanadi. Yuzani ko'rish vaqti odatda bir necha daqiqa. Zamonaviy qurilmalarda tezkor tasvirli yozuvlar bir necha soniya ichida (100x100 mikronli ko'rish maydoni bilan) amalga

oshiriladi. Tadqiqotlarini amalga oshirishga imkon berildi (vaqt shkalasi bo'yicha), bular kristallarini o'sishini tahlil qilish va boshqa shunga o'xshash vazifalarni bajarishda alohida ahamiyatga ega. Zondning vertikal harakatlanishi optik tizim yordamida yoziladi. Ro'yxatga olish prinsipi fotodiod bilan o'lchashga va lazer nurlarining yuzasiga qarab yo'naltirilganligi va uning ustida turgan oynada aks ettirilishiga asoslanadi (5.5-rasm). Fotodiod matritsa devorining deformatsiyalari turini qayd etadi (egilish, burish). Fotodiodlar tomonidan qayd etilgan yorug'lik oqimining qayta taqsimlanishi baholanadi va keyin pezo-skanerdan foydalangan holda qayta ishlash tizimining yordami bilan qayta ishlanadi.

Atom energiya mikroskoplarining o'lchamlari gorizonttal ravishda 0,1....1 nm va vertikal ravishda 0,01 nm. AKM ning xususiyatlaridan biri namunadagi elektr o'tkazuvchanlik talablariga qo'yilmaslikdir.

Bir qator jismoniy hodisalardan foydalanib, zamonaviy mikroskoplar faqat nazorat obyektlarining topografiyasini tekshirishga emas, balki ikkita obyektning (zond va namunalarning) o'zaro ta'sirini o'rganish hamda ishqalanish, elastiklik va amal kuchlarini o'lchash imkonini beradi. Muayyan sharoitlarda, bu usuldan foydalanib, alohida atomlarni ko'chirish, ularni cho'ktirish yoki yuzadan chiqarish mumkin. Atom energiya mikroskoplarining so'nggi xususiyati ushbu qurilmalarni nafaqat tadqiqot uskunalariga, balki uskunalarni qayta ishlashga ham yo'naltirish imkonini beradi. Hozirgi vaqtda, bir qator nanotexnologiyalarni amalga oshirishda atom energiyasi mikroskoplaridan foydalanish istiqbolli. Ushbu texnologiyalarning ba'zilari faol rivojlanishda.



5.5-rasm. Atom energiyasi mikroskop ishlash prinsipi.

Tadqiqot namunasiga zondning uchi yaqinlashishi natijasida o'z ta'siri, ularning tabiati (tortishish yoki tirqish) narsalar orasidagi masofa bilan belgilanadi. Bunga qarab zondning ikkita ko'rish tartibi amalga oshiriladi – aloqa va kontaktsiz (5.6-rasm).

Kontakt rejimi – «jismoniy aloqa» rejimida zond uchining obyektga itarilishi kuzatiladi. Bu holatda itarilish konsolning egiluvchanlik kuchi-kantilevera bilan muvozanatlanadi. Konsentratning kuchi uning siljishi bilan aniqlanib, optik tizim tomonidan belgilanadigan, u o'z navbatida lazer, oyna va foto qabul qilgichni o'z ichiga oladi. Teskari bog'lanish tizimi, kantileverni egilishini doimiyligini ta'minlaydi. Usulning kamchiligi kantileverning tekshirilayotgan obyekt bilan juda katta bog'lanish kuchidir (masalan, $\sim 10^{-6}$ N). Konsolning bikirligi shunday bo'lishi kerakki, zond sirt profilini yemirmasdan kuzatishi kerak. Kontakt rejimi skanerlanishini qo'llanishi asosan yuqori darajali qattiqlik va mustahkamlikka ega bo'lgan tekshirilayotgan namuna bilan chegaralanadi.

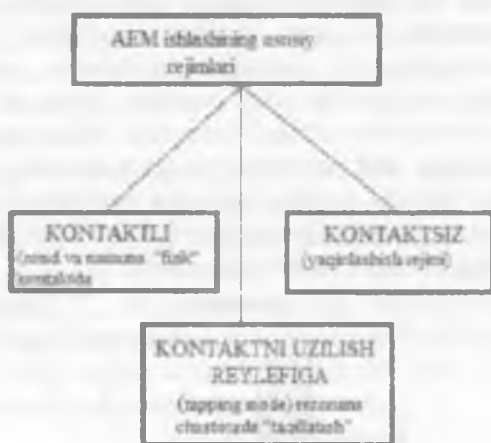


Fig. 5.6. Osiy rejimlari ishlatish rejimlari

5.6-rasm. Atom energiyali mikroskoplarni asosiy ishlash rejimlari.

Polimerlar, biologik narsalar kabi yumshoq materiallarni tadqiq qilishda mikroskopning o'lchamini oshirish uchun intervalgacha aloqa rejimi (tapping mode) amalga oshirilishi mumkin. Ushbu rejimda namunadagi zond kuchi $\sim 10^{-12}$ N ni tashkil etadi. Ushbu rejim rezonansga yaqin chastotali va o'nlab nanometrlarga ega bo'lgan amplitudali harakatlarda amalga oshiriladi. Kantileverani majburiy mexanik

tebranishlarini ta'minlash uchun qo'shimcha pezelektrik manipulator qo'llaniladi.

Kontaktni uzilish rejimi amalga oshirilganda kantilevera tebranishlar amplitudasidagi o'zgarishlar nazorat qilinadi. Uning qiymati tashqi kuchga bog'liq. Teskari aloqa tizimining yordami bilan amplitudani doimiy o'zgarishini yoki faza tebranishini qo'llab turish mumkin. Ushbu zondni skanerlash rejimining afzalliklari ishqalanish kuchi va lateral (yonbosh) kuchlarning ta'sirini yo'qotishdir.

Mikroskopning kontaktsiz ishlash tartibi Van-der-Vaalsning tortish quvvati kuchidan foydalanishga asoslanadi va vertikal yo'nalishda kantileveraning harakatini aniqlash uchun yanada sezgir detektirlash sxemani qo'llashni ko'zda tutadi. Yuqorida tavsiflangan usullar bilan solishtirganda, kontaktsiz rejim kamroq qo'llaniladi.

Skanerlashda zond mikroskopik usullarini yanada rivojlantirishning istiqbollarini tahlil qilishda, atom energiyasi mikroskopi usuli tunnel mikroskopiga nisbatan ancha jadal rivojlanayotganligini ta'kidlash mumkin. Atomik energiyasi mikroskopi qisqa vaqt ichida topografiya va materiallarning bir qator muhim xususiyatlarini o'rganish uchun ko'p funksiyali analitik vositaga aylandi. Fanning turli sohalaridagi ko'plab mutaxassislar AEM usulini yanada rivojlantirish va qo'llash istiqbollari haqida umid bog'lashmoqda. Zamonaviy qurilmalar havo obyektlarini, ultra yuqori vakuumda, gaz-suyuqlik oralig'ida, xonada va kriogen haroratlarda, shuningdek, materiallar qizdirilganda ham sezishga imkon beradi.

5.3. Tunnel va atom mikroskop zondlari

Tadqiqotlar uchun juda kichik asbob – igna tadqim etilgan bo'lib, unga bir nechta aniq talablar qo'yilgan. Igna materiallari volfram, kremniy, kremniy nitridi Si_3N_4 , platina asosidagi qotishmalar (Pt - Ir, Pt-Rh).

Zondning funksiyasini bajaradigan ignalar yetarlicha qattiq va shuning uchun juda uzun bo'lishi kerak emas. Egrilikning radiusi va uchining yaqinlashuvi burchagi bilan pasayishi, o'rganilayotgan obyektning tasviriga zondning ta'sir darajasini kamaytiradi. Zondning uchi radiusining minimal bo'lishi kerak deb hisoblashadi. Turli texnologik metodlarni qo'llash orqali, zondning uch qismida bitta atom bilan zondlarni olishga erishilmoqda. O'tkir zondning mustahkamligini ta'minlash uchun u katta asosga ega bo'lishi kerak.

Ultra o'tkir zondlarni olish uchun bug' fazasidan kristallni o'stirish va uning keyingi termokimyoviy o'tkirlash texnologiyasi taklif etilgan. Nisbatan kichik zondlarni (umiyatlar) dan foydalanishga asosiangan ushbu

texnologiyada kremniy kristallaridan foydalanilgan. 5.7-rasmda kantileverada kremniyli ultra-o'tkir zond ko'rsatilgan. Uch to'ntoqlanib radiusi ~ 3 nm. Zondning uchida konusning minimal burchagi $2 \dots 3$ darajaga teng. Ushbu zondning geometriyasi yuqori darajada rivojlangan sirlarni tadqiqot qilish imkonini beradi. Elektrokimyoviy travleniya bilan olingan zondning yana bir konstruksiyasi 5.8-rasmda ko'rsatilgan.

Hozirgi vaqtda talab qilinadigan geometriyadagi zondlarini olish muammosi asosan hal qilingan. Ba'zi turdagi tunnelli mikroskoplarda mexanik o'tkirlangan yoki kesilgan zondlar ishlatiladi. Ularda o'tkirlanish o'z miqyosiga eng yaqin bo'lgan atom tomonidan amalga oshiriladi. Shunga qaramay, eng yaxshi natijalarni maxsus o'tkirlangan zondlar olinmoqda. Egriligi katta radiusiga ega zondlardan foydalanganda, turli vaqtlarda yuzaning balandliklariga yaqinroq bo'lgan o'tmas ignaning bir nechta qismlarini o'zaro faoliyat ishlashi bilan bog'liq bo'lgan turli xil artefaktlarning namoyon bo'lishi mumkin.

Uchni kerakli geometrik parametrlarga ega bo'lishi juda murakkab texnologik vazifadir. Zondlarni ishlab chiqarish uchun zagotovka sifatida $\sim 0,2 \dots 1,0$ mm diametrli simlardan foydalaniladi. So'nggi paytlarda asosan platina qotishmali simlari ishlatilgan.

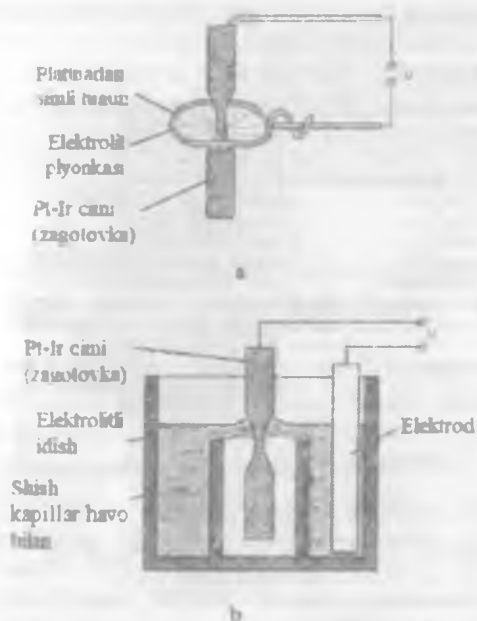


5.7-rasm. Kantileverada kremniyli juda o'tkir.



5.8-rasm. Elektrokimyoviy travleniya qilish texnologiyasi bilan tayyorlangan volfram simli zond.

5.9-rasmda ignalarni elektrokimyoviy charxlashning ikki sxemasi ko'rsatilgan. Ulardan biri, Pt - Ir qotishmasidan olingan simni simlar tugunida olingan elektrolit plyonkasida travleniya qilib olishdir (5.9-rasm, a). Ish qismini atrofida joylashgan tugin antielektrod funksiyasini bajaradi. Simni bir qismini uzunligi taxminan 10 mm bo'lgan, meniskning ostida joylashgan qismi, paychalarining muayyan miqdordagi ingichka qismini buzishini ta'minlaydigan yuk vazifasini bajaradi. O'tkir zondlarni olishning ikkinchi usuli 5.9. b-rasmda ko'rsatilgan. Zagotovkani elektrolitlar bilan to'ldirilgan idishga ~ 10 mm chuqurlikka tushiradi va mahalliy elektrokimyoviy travlenie olib boradi. Simning pastki qismini erib ketishini oldini olish uchun havo bilan to'ldirilgan shisha kapillarga joylashtiriladi.



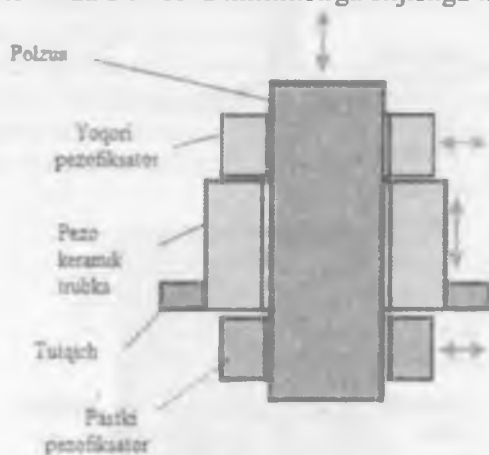
5.9- rasm. Ignani elektrokimyoviy charxlash: a- simli tugun yordamida elektrolit plyonkasida travit qilish; b- zagotovkani elektrolitli idishga botirib travit qilish.

So'nggi yillarda konsentrat ishlab chiqarishda yangi g'oyalar amalga oshirildi. Quvvatli, pezo-konstruksiyalarda kalibrlash vositalari mavjud edi. Olmosga ishlangan zondlar bilan zondlarni ishlab chiqarish yo'lga qo'yildi. Atom energiyasi mikroskop zondlarining uchi sifatida uglerod nanotubalarini ishlatish bo'yicha tadqiqotlar mavjud.

5.4. Pezo-skanerlarni harakatlanishi

Zond mikroskopini ishlatishda muhim texnik topshiriq ushbu zondning bir mikrondan kam masofada o'rganilayotgan yuzaga aniq yondashuvidir. Pezoskanerlarning mikro-harakatlanishi mikrovin yordamida ta'minlanishi mumkin. Zondni avtomatlashtirish odatda kompyuter tomonidan boshqariladigan qadamli dvigatellar tomonidan amalga oshiriladi. Bu val milini burilishning yuzinchi qismiga aylantirish imkonini beradi.

Skanerlovchi zond mikroskopida mexanik ta'minot moslamasidan tashqari, piezoelektrik ta'minot tizimlari ham qo'llaniladi. Qurilma piezoelektrik motor Inchworm («sudraluchi chuvalchang») tasviri 5.10-rasmida ko'rsatilgan. Bunday motor pezo-skanerni minimal qadam bilan 1 nm va 0,5 mm/s tezlikda bir necha millimetrga siljishga imkon beradi.



5.10-rasm. Ishchi «Sudraluvchi chervyak» piezoelektrik dvigatel qurilmasi (strelkalar bilan pezo-keramik dvigateli elementini mumkin bo'lgan harakati ko'rsatilgan).

Dvigatelning asosiy elementlari pezo-keramik naycha, polzun, pastki va yuqori pezo fiksatorlardir. Pezoskaner polzun ustiga o'rnatiladi. Slaydni pastga tushirish uchun yuqori fiksator siqiladi va trubkadagi kuchlanishni oshiradi, uning uzayishini ta'minlaydi. So'ngra yuqori fiksator qisiladi, pastkisi bo'shatiladi. Trubkadagi kuchlanish asta-sekin pasaytiriladi, uni qisqarishiga erishiladi. Shunda trubka pezoskaner mahkamlangan polzunni pastga tortadi. Natijada ketma-ket harakatlar natijasida polzun qadamlari bilan kerakli yo'nalish bo'ylab siljiydi. Motorni bir tekis ishlashini

ta'minlash uchun uning detallarining yuzalariga juda aniq ishlov berilgan bo'lishi kerak.

5.5. Zondli mikroskoplari ishlatishda hosil bo'ladigan nosozliklar

Skanerlovchi zond mikroskoplari yordamida hosil qilingan tasvir sifati asosan tebranish va ovoz izolatsiyasi tizimi tomonidan aniqlanadi. Binning va Rorer mikroskopning dastlabki tarkibida namunaning titrash izolatsiyasi muammosi super o'tkazuvchan magnitlangan podves yordamida hal qilindi. Tashqi tebranishlarni kamaytirish uchun, skanerlovchi tunneli mikroskoplarni o'lchov bloklari katta tebranishda izolatsiya qilingan platformaga o'rnatiladi. Механик titrashlardan himoya qilishda prujina yoki rezina podveskalar himoya qilishi mumkin. Akustik tebranishlarni bartaraf qilishda tovushni so'ndiruvchi qoplamali metall yoki shisha qobiqlar qo'llaniladi. Metall korpuslarni yerga ulash o'lchov tizimini tashqi elektromagnit ta'sirlardan himoyalashga ham imkon beradi. Atomik energiyali mikroskoplari, tunnel mikroskoplaridan farqli o'laroq, past chastotali shovqinlarga nisbatan ko'proq chidamli bo'lib, ko'pincha atomning hal qilish imkoniyatini olish uchun maxsus tebranishdan himoya talab qilmaydi.

5.6. Skanerlovchi zondli mikroskoplarni rivojlantirishning istiqbollari

So'nggi yillarda mutaxassislar sirt qatlamlarining turli xil xususiyatlarini o'rganish uchun juda ko'p e'tiborli takliflar berishdi. Ilm-fan va nanotexnologiyaning zamonaviy bosqichining o'ziga xos xususiyati – g'oyaning taklifidan real qurilmaga aylantirilishi davridan keskin qisqarish kuzatilmoqda. Ko'pgina uskunalarni tadqiqot uskunalari bozorida xarid qilish mumkin. Hozirgi kunda skanerlovchi zond mikroskopi materiallarni o'rganish uchun eng tez rivojlanayotgan usullardan biri hisoblanadi. Ushbu usulning imkoniyatlari juda tez o'sib boradi, natijada o'rganilayotgan obyektlarning sirt holati haqida ishonchli ma'lumotni taqdim etadigan yanada murakkab va qulay foydalanish asboblari yaratiladi.

Hozirgi kunda ham skanerlashda foydalaniladigan mikroskoplar, ham skanerlovchi tunnel mikroskopini hamda atom energiyasi mikroskopik tekshiruv usullarini tatbiq etmoqda. Masalan, misol tariqasida SPM-9500J2 mikroskop turi (Shimadzu) keltirish mumkin. Dastlabki ishlovsiz ushbu qurilma yordamida metall, yarimo'tkazgich keramika buyumlari uchun yuzaning topografik xaritasi olinishi mumkin.

Mikroskopning qo'shimcha xususiyatlari optik mikroskop, optik-tolali yoritgich, keng G' tor formatli va chuqur skanerlash moslamalari, namunani qizdiruvchi iqlim xonasi, magnit va elektr quvvatli mikroskoplardan bilan jihozlangan. Bundan tashqari, qurilma namunalar yuzasida yopishqoqlik kuchini aniqlashga, mikroto'lqinlarni o'lchashga (LFM rejimida lateral quvvatli mikroskopda), zarracha kattaligi taqsimotini tahlil qilishga imkon beradi.

Rossiyada ko'rsatilgan zond mikroskoplari NT-MDN (Moskva) tomonidan ishlab chiqariladi. Ko'pgina ilmiy va ilmiy tadqiqot laboratoriyalari ushbu kompaniya tomonidan ishlab chiqarilgan mahalliy asbob-uskunalar bilan jihozlangan (5.11-rasm). Solver seriyasidagi mikroskopning surati: Solver Ls berilgan. Hozirgi kunda tunnel mikroskopini, atom energiyasi mikroskopini va elektron mikroskopni birlashtirgan juda murakkab tadqiqot komplekslari yaratilgan.



5.11-rasm. Solver seriyasidagi Solver Ls mikroskopning umumiy ko'rinishi.

Darhaqiqat, biz alohida atomlar, molekulalar va ularning assotsiatsiyalarini (klasterlar) manipulyatsiya asosida nanotexnologiyalarni ishlab chiqish va qo'llash haqida gapiramiz. Bunday jarayonlarning rivojlanishida asosiy vazifa - obyektning yuzasi bo'ylab atomlarni tashish jarayonini ishonchli boshqarish. Ushbu muammoni hal etish zamonaviy nanotexnologiyaning rivojlanishidagi muhim qadamdir.

Obyektning sirtini zondning uchi orqali oziqlangan tok impulsleri orqali o'zgartirish uchun tunnelli mikroskoplardan foydalanish misoli mavjud. Bunday impulsning ta'siri ostida mahalliy sirt joylari qizib ketadi va bug'lanadi. Shunday qilib, nanolitografiya texnologiyasi amalga oshiriladi. Nanolitografiya texnologiyasi atom energiyali mikroskopi yordamida amalga oshirilishi mumkin. Ushbu texnologiyaning boshqa turlari quyidagilardan iborat, sirtning «sarapanic» (timash), elektrokimyoviy litografiya (kimyoviy-mexanik litografi), kimyoviy-mexanik litografiya.

Nazorat savollari:

1. Skanerlovchi tunnel mikroskopi qachon yaratilgan?
2. Skanerlovchi tunnel mikroskopini ishlash prinsipi?
3. Pezoskaneri tunnellash va atom kuchli mikroskoplarida qanday funksiyani bajaradi?
4. Atom energiyasi mikroskopi kim tomonidan yaratilgan?
5. Atom energiyasi mikroskopida zond qanday?
6. Atom energiyasi mikroskopida qanday metallar tadqiqot qilinadi?
7. Zondni ishlash prinsipi?
8. Kontakli va kontaktsiz rejimlar nima?
9. Zondli mikroskoplarni ishlashdagi asosiy nosozlik qanday?
10. Skanerlovchi mikroskoplarning rivojlanish istiqboli qanday?

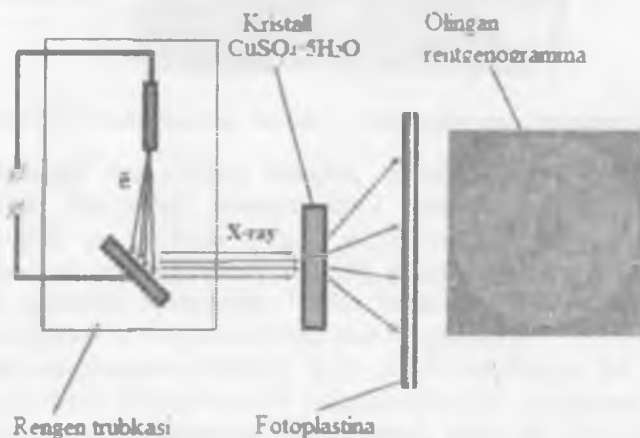
6-BOB. MATERIALLAR SIFATINI RENTGEN NAZORATI

6.1. Rentgen nuri haqida asosiy ma'lumot

6.1.1. Kirish

Tadqiqot materiallarining jismoniy usullari orasida rentgen nurlaridan foydalanish bilan bog'liq muhim rol o'ynaydi. Ushbu nurlanish nemis fizigi V.K. Rentgen tomonidan 1895-yilda aniqlangan. Uzoq vaqt davomida rentgen nurlarning – zarrachalar oqimi yoki elektromagnit to'lqinlar I ekanligi sirigicha qolib keldi. Ushbu yillardagi rentgen nurlarini tabiatini difraksiya yoki interferensiya bilan tasdiqlash mumkin emas edi. Bu rentgen nurlari uchun barcha moddalarning sinishi indeksining deyarli 1 ga tengligi bilan izoqlanadi (ko'pchilik metallarning ko'pchiligi 10^{-6} gacha bo'lgan miqdorda birlikdan ajralib turadi).

Rentgen nurlarining tabiati haqidagi shubhalarni tugatish Laueni bajargan fizik tajriba bilan (6.1-rasm) amalga oshirildi. «Oq» (polixromatik) rentgen nurlari bilan mis kuporosi kristalli ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) nurlanishining natijasi sifatida, birinchi diffraksiya tasviri kristallning orqasiga o'rnatilgan fotografik plastinkada qayd etilgan. Laue o'zi paydo bo'lgan tasvirni darhol izohlay olmadi.



6.1-rasm. Maks fon Laue (1912y.) tajribasi. Mis kuporosikristallida olingan rentgen nurlari difraksiyasi.

Birinchi rentgen tasvirlarni ta'riflash ingliz olimlari Villiamu Genri Bregga (1862 – 1942) va Villiamu Lorensu Bregga (1890 – 1972). Laue tajribasini takrorlab, rux (ZnS) yuqori simmetriya kristallari va tosh tuzi

(NaCl) oldi. Rentgenogrammalarda kuzatilgan simmetriyaning tekshirilgan kristallarning simmetriyasiga mos kelishi aniqlandi. Keyinchalik katta Bregg va undan mustaqil ravishda, Moskva universitetining professori Yu.V. Vulf kristalldan o'tayotganda rentgen nurlarining difraktsiyasi tarqalishining oddiy va ravshan izohini oldi. Rentgenostruktura analizining asosiga aylangan formula Vulf-Bregg formulasi deb ataladi

6.1.2. Rentgen nurlarining tabiati va hosil bo'lishi

Rentgen nurlari elektromagnit nurlanishi bo'lib, to'liq uzunligi 10^4 dan 10^2 Å gacha (ultrabinafsha to'liqlar uzunligidan kamroq va γ - nurlarining to'liq uzunligidan ko'proq). Shuni ta'kidlash kerakki, ko'pchilik kristall materiallarda atomlararo masofalar bir xil tartibga ega, masalan, ferritning kristall panjarasi 2,56 Å gacha bo'lgan parametrga ega.

Rentgen nurlari paydo bo'ladi:

- γ - nurlanishning bir modda bilan o'zaro ta'sirida,
- ba'zi materiallarning atomlariga tez harakat qiluvchi elektronlarni (yoki boshqa zaryadlangan zarralarini, masalan, protonlarni) tormozlashda.

Bunda, energetikaning katta qismi (99% gacha) issiqlik ajralishi bilan birga sekinlashuvga va haqiqiy rentgen nurlarining hosil bo'lishiga faqat kichik bir qismiga (taxminan 1%) sarflanadi.

Shunday qilib, agar yuqori tezlikli elektronlar nurlari metall nishonga yo'naltirilsa, elektronlarning kinetik energiyasining bir qismi ular tomonidan rentgen nurlarning chiqarilishiga sarflanadi. Olingan nurlanish uzluksiz spektrdan (to'liq uzunliklarining keng diapazonida nurlanish) va unga kiritilgan chiziqli spektrdan iborat. Chiziqli spektr yuqori zichlik intensivlikdagi (to'liq diapazonlari) chiziqlaridan iborat.

Yorug'lik nuri bilan taqqoslaganda, doimiy rentgen nurlari spektr oq nurlanish deb ham ataladi. Monoxromatik nurlanish analoglari bo'lgan chiziqli spektr xarakterli spektrning nomini oldi, chunki uning tarkibiy qismlarining (chiziqlari) to'liq uzunligi anod materialida aniqlanadi. Shunday qilib, rentgen nurlari ikkita turdagi. oq (zich va tormozli) va xarakterlidir.

Shuni ta'kidlash kerakki, rentgen nurlarning kirib borish qobiliyati to'liq uzunligini kamaytirish bilan ortadi. Rentgen nurlarining kirib borishi chuqurligini tavsiflash uchun yarim yutuvchi qatlamning qalinligi tushunchasi qo'llaniladi, bu orqali rentgen nurlanish nurlarining intensivligini ikki barobarga qisqartirganda ($I=0,5I_0$) tabiiy qatlamning qalinligi nazarda tutiladi. Bir qator materiallarning yarim yutish qatlamining qalinligi 6.1-jadvalda berilgan.

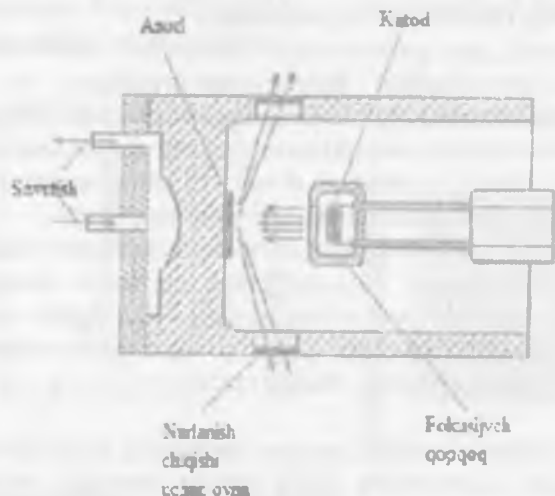
Ayrim materiallarni yarim yutish qalinligi

6.1-jadval

To'lqin uzunligi, A	Qatlamning yarim yutish qalinligi, mm				
	Havoda 0°C da va 0,1 MPa	Tsellofan	Aluminiy	Mis	Qo'rg'oshin
0,1	-	43	16	2,1	0,16
0,7	4100	4	0,5	0,016	0,0044
1,5	620	1,1	0,056	0,026	-
2,0	260	0,49	0,025	0,0071	-

6.1.3. Rentgen nurlanishining tutash spektri

Rentgen nurlarining manbai rentgen nurli trubka bo'lib, odatda uni joylashuvi 6.2-rasmda keltirilgan. Ularda nurlanish tez uchib boruvchi elektronlarning elektronlar yo'lida o'rnatilgan anod atomlari bilan o'zaro ta'siri natijasida paydo bo'ladi. Trubka balonida katoddan anodgacha elektronning erkin harakatlanishini ta'minlaydigan yuqori vakuum ($10^{-5} \dots 10^{-6}$ mm sim. us.) hosil bo'ladi va shuningdek, gaz oqimining paydo bo'lishiga to'sqinlik qiladi. Katod odatda volfram spiraldan iborat bo'lib, emissiya xususiyatlarini kuchaytirish uchun toriy bilan qoplanadi.



6.2-rasm. Struktura tahlili uchun elektron rentgen trubka qurilmasining namunaviy sxemasi.

Tormozlanganida anod tanasidan elektron kvant energiya $h\nu$ ini chiqaradi. Agar barcha energiya kvant hosil bo'lishiga to'g'ri kelsa, u holda

$$h\nu = eV, \text{ eV} \quad (6.1)$$

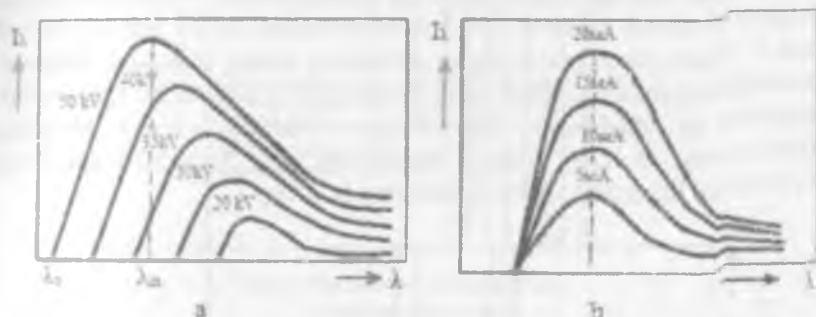
bu yerda, V – rentgen trubkasidagi elektrodleri orasida potensial farqi (kV). Berilgan potensial farq uchun kvant maksimal chastotaga ega

$$\nu_0 = eV/h \quad (6.2)$$

yoki eng kam to'liqin uzunligi

$$\lambda_0 = hc/eV = 12,35/V(\text{\AA}) \quad (6.3)$$

Rentgen nurlarining eng kichik to'liqin uzunligi faqat kashirilgan kuchlanishga bog'liq. Haqiqiy sharoitda, sekinlashtiruvchi elektronlar energiyasining boshqa qismini 0 dan eV gacha yo'qotadi kvantlar chiqaradi hamda rentgen nurlari uzunligi bo'ylab doimiy ravishda uzluksiz berib turadi, ular o'z navbatida tormozlovchi, zich va oq deb ataladi.



6.3-rasm. Uzluksiz spektrni intensivligini taqsimlanishi: a-rentgen trubkasining turli kuchlanishlarida; b-rentgen trubkasi orqali turli o'tishida.

Uzluksiz emissiya spektrining intensivligi bir qator omillarga bog'liq: rentgen trubkasidagi kuchlanish, anod oqimi, anod materialining atom raqami va elektronning anod bombardimon nurlari bilan hosil bo'lgan burchak ϕ ga.

To'liqinning qalinligi bo'yicha tormozlanish nurlanishining intensivligini taqsimlash egri maksimumda $\lambda_m = 1,5\lambda_0$ C ga teng.

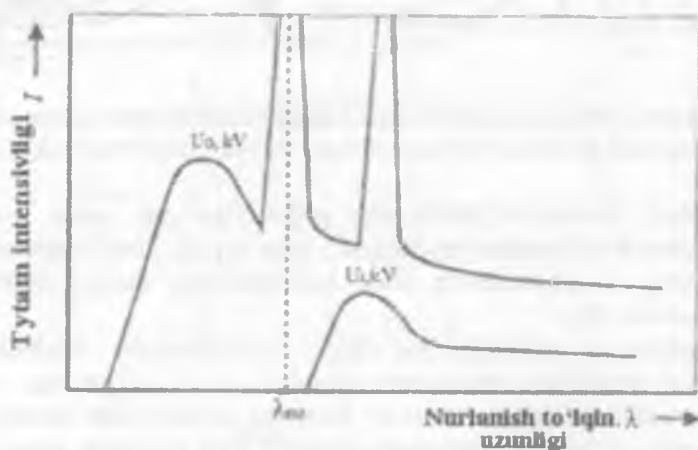
Elektrodlar orasidagi potensial farqining ortishi bilan tormozlanish nurlanishining zo'riqishi kuchayadi, spektral egri va uning qisqa to'liqin uzunligi chegarasi maksimal to'liqin uzunligiga qarab siljiydi (6.3-rasm). Rentgen difraksiyasida ishchi kuchlanishining yuqori chegarasi odatda 60 kVdir, bu minimal to'liqin uzunligi 0,2 A ga to'g'ri keladi.

Naychadan oqayotgan tokning oshishi bilan nurlanish intensivligi proporsional ravishda oshadi. Qisqa to'liqin uzunligi va zichlikdagi maksimal to'liqin uzunligi o'zgarmay qoladi (6.3-rasm).

Muayyan to'liqin uzunligiga mos keladigan nurlanish intensivligi anod atomining soniga proporsional ravishda o'sib boradi, ya'ni doimiy rentgen nurlarining eng katta intensivligini olish uchun katta atom raqamli materiallardan anodlardan foydalanish kerak.

6.1.4. Xarakterli rentgen nurlanishi

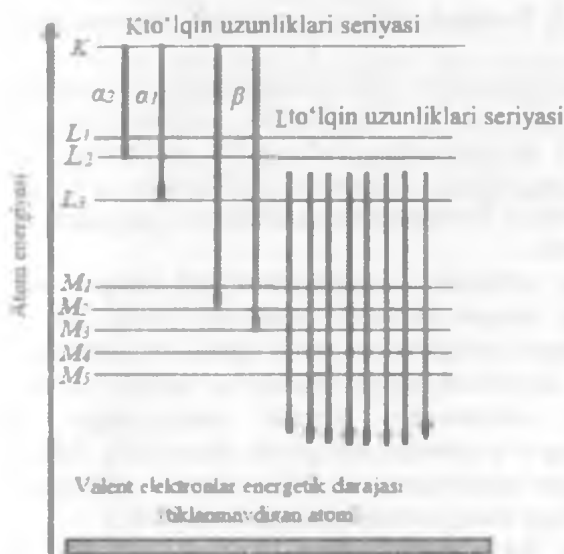
Xarakterli nurlanish moddaning to'qnashuvchi elektroni, ya'ni modda atomlarining ichki qavatlaridan elektronga zarba berilganda sodir bo'ladi. Ushbu material uchun ma'lum bir anodning kuchlanishi bilan uzluksiz spektrning fonida sezilarli darajada yuqori chastotali liniya spektri paydo bo'ladi (6.4-rasm). Ushbu kuchlanish uchuvchi elektronning energiyasi elektronni atomning ichki qatlamlaridan biridan urib chiqarish uchun yetarlidir. Bunday zarracha qo'zg'algan holatda bo'ladi. Muvozanat holatga o'tish uchun elektron yuqoriroq orbitadan bo'sh orbitaga o'tadi, bunda u ortiqcha energiya rentgen nurlanishi kvanti shaklida chiqaradi. Atomning energiya holati, Bor nazariyasiga ko'ra, diskret bo'lgani uchun, atomlarning bir davlatdan ikkinchisiga o'tishida yuzaga keladigan nurlanish spektri alohida, chiziqli xarakterga ega. Xarakterli spektrning to'liqin uzunligi faqatgina anodli materialga bog'liq.



6.4-rasm. Anod nurlanish spektriturli kuchlanishlarda intensivlikni tahsilanishi: U_0 - qo'zg'alish potentsiali; $U_0 = 12,4/\lambda_{\min}$ kV; $\lambda_{\min}$ -ushbu seriyada minimal to'liqin uzunligi (angstremda).

6.5-rasmda ko'rsatilgan sxemada atomning K-qobiqidan elektronni urib chiqarilishi atomni qo'zg'alishiga hamda atomning K-energiya darajasiga o'tishiga olib keladi (o'qlar atom energiyasining o'zgarishini

ko'rsatadi). Agar qobiqdagi elektron vakansiyani to'ldirish L-qobiqidan kelib chiqsa, qo'zg'algan atomning paydo bo'lishiga olib keladi. Agar elektron yadrodan uzoqroq qobiqlardan urib chiqarilgan bo'lsa, unda uzoq to'liq nurlanish paydo bo'ladi, shu jumladan, ko'zga ko'rinadigan yorug'lik.



6.5-rasm. Xarakterli rentgen nurlanishi hosil bo'lganda elektronlarni o'tish sxemasi.

Amalda, rentgenostrukturaviy tahlilda K-seriya ko'p ishlatiladi. U to'rtta spektral chiziqdan iborat: $a_1, a_2, \beta_1, \beta_2$. Bu chiziqlarning to'liq uzunliklari $\lambda_{a1} > \lambda_{a2} > \lambda_{\beta1} > \lambda_{\beta2}$ ketma - ketliklarida joylashtiriladi $K_{a1}/K_{a2}=2/1$ liniyalarining zichlik darajasi va nishon materialining tartib raqamiga bog'liq emas.

$\frac{K_{a1}}{\lambda_{\beta}}$ nisbati davriy jadvaldagi element pozitsiyasiga bog'liq.

Taxmin qilinishicha, $I_{a1} : I_{a2} : I_{\beta1} : I_{\beta2} = 100 : 50 : 20 : 4$.

L va M seriyasining har biri ko'p sonli chiziqlarni o'z ichiga oladi, ammo ularning deyarli barchasi tarqoq bo'lib, rentgen trubkasi va havoga so'riladi. Ushbu liniyalardan foydalanish faqat katta seriya raqami (masalan, volfram) bo'lgan materialdan ishlab chiqarilgan anoddan foydalanish mumkin.

Xarakterli spektning intensivligi rentgen trubkasida kuchlanish kuchayadi va tok u orqali o'tadi. Shu bilan birga, bu fon (oq) nurlanishining intensivligini oshiradi, shuning uchun kuchli rentgenostrukturaliy tahlilda oldini olish uchun rentgen tekshiruv amaliyotida 3,5...4 Uqdan oshmaydigan ishchi kuchlanishi qo'llaniladi.

6.1.5. Rentgen nurlarni tarqalishi. Nurlanish filtrlari

Rentgenstrukturaliy tahlil qilish paytida monoxromatik nurlanishni qo'llash tavsiya etiladi. Xarakteristik nurlanishning keraksiz komponentlarini olib tashlash uchun turli usullar qo'llaniladi. Ushbu usullardan biri selektiv singdiruvchi filtrlardan foydalanishni o'z ichiga oladi. Filtrni ishlatish, keraksiz komponentning zichligini fon darajasiga kamaytirish imkonini beradi.

Filtrning ishlashini tushuntirish uchun rentgen nurlarining modda bilan qanday aloqasi borligini tushunish kerak. Bir moddadan o'tib ketuvchi rentgen nurlari ikkita omil tufayli o'z intensivligini yo'qotadi. Birinchidan, to'g'ridan-to'g'ri absorbsiya tufayli, ya'ni rentgen nurlari energiyasini atomlarning kinetik energiyasiga aylantirishi va elektronlarning o'z qavatlaridan quvib chiqarilishi. Ikkinchidan, ikkinchi darajali rentgen nurlarining tasodifiy chiqarib yuborilgan kvanti paydo bo'lishida yorqin energiyaning tarqalishi tufaylidir.

Rentgen nurlarining modda tomonida singish qonuni quyidagi tenglama bilan tavsiflanadi:

$$I = I_0 e^{-\left(\frac{\mu}{\rho}\right)\rho x} \quad (6.4)$$

τ/ρ va dispersiyalash koeffitsiyenti σ/ρ dan foydalaniladi. Temirga qaraganda atomik soni katta bo'lgan og'ir elementlar uchun ($M_{Fe}=26$), tarqalishning nurlanish singishini umumiy qiymatiga qo'shgan hissasi kichikdir. Shuning uchun, yalpi singish koeffitsiyenti μ/ρ haqiqiy singish koeffitsiyenti τ/ρ ga teng deb o'ylasak bo'ladi.

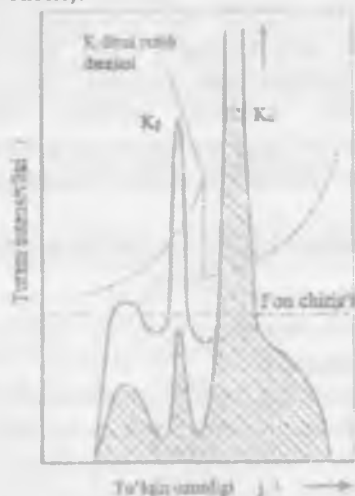
Haqiqiy singish koeffitsiyenti τ/ρ , rentgen nurlari to'lqin uzunligiga bog'liq va nishon materiali atom raqamiga juda bog'liq, chunki nurlanish atomlardan fotoelektronlarni surib chiqara oladi. Rentgen nurlanishi to'lqin uzunligi yalpi yutilish koeffitsiyenti bilan monoton bog'liqlik sohasida τ/ρ haqiqiy yutilish koeffitsiyentiga nisbati quyidagicha ifodalanadi (u to'lqin uzunligining uchinchi kuchiga va nishon materialning atomik sonining to'rtinchi darajasiga proporsional bog'liq):

$$\tau/\rho = C Z^4 \lambda^3, \quad (6.5)$$

bu yerda, Z – nishon materialning atom raqami, λ – to'lqin uzunligi.

Biroq μ/p bog'lanish egrilik chizig'ida to'lin uzunligi λ dan keskin sakrashlar bor bo'lib (6.6-rasm), ular konstanta S keskin o'zgarishi bilan bog'liq. Singish koeffitsiyentini keskin o'zgarish nishon atomining muayyan qobiqidan elektronlarni ma'lum to'lqin uzunligi bilan urib chiqarish uchun rentgen nurlarining qobiliyatini ko'rsatadi. Shunday qilib, K-sakrash egri chiziqda nishon atomidan K-elektronlarni chiqaradigan nurlanish to'lqinining uzunligiga λ_K mos keladi.

Davriy tizimning aksariyat elementlari uchun μ/p qiymati ikkala tarafga sakrash bo'yicha taxminan 5 marta farq qiladi. Bu shuni anglatadiki, nurlanish nurlarining yo'lida o'rnatilgan ba'zi bir moddalarning yupqa bir plastinkasi nurlanish filtri sifatida xizmat qilishi mumkin ekan. λ_K dan uzunroq to'lqin uzunligi nurlanish uchun deyarli shaffof bo'lganda, λ_K dan qisqa bo'lgan to'lqin uzunligi nurlanishi deyarli butunlay so'riladi (6.6-rasm).



6.6-rasm. Filtrdan o'tishda xarakterli spektorni intensivligini o'zgarishi.

Strukturaviy analizda rentgen spektrining filtratsiyasi istalmagan nurlanish komponentlarni va oq nurlanishning bir qismini siqib chiqarish maqsadida amalga oshiriladi. Yuqorida aytib o'tganimizdek, rentgen struktura tahlilida K-seriyali nurlanish uchta chiziqli α_1, α_2 va β o'qlari (β komponentlari juda yaqin to'lqin uzunliklarga ega, shuning uchun ularni e'tiborsiz qoldirish mumkin), α_1 va α_2 komponentalar ham juda yaqin to'lqin uzunliklariga ega va rentgenogrammalar α_1, α_2 -dublet shaklida ko'rinadi.

Odatda rentgenostruktura tahlil amaliyotida K_{β} nurlanishiga shaffof bo'lmagan β -filtrlari qo'llaniladi.

Filtr materialining to'g'ri tanlanishi (materialning atomik raqami) K_{α} chiziqni deyarli sof shaklda tanlashga, ya'ni monoxromatik nurlanishni olishga imkon beradi. Turli materiallarning singish koeffitsiyentlari haqidagi ma'lumotlar ko'pgina ma'lumotnomalarda keltirilgan. Shunday qilib, β -filtr tanlash uchun K -sakarash K_{α} ba K_{β} linyalari filtrlanayotgan nurlanish o'rtasida oraliq manzilni egallagan materialni tanlash kifoya. β -filtr sifatida eng ko'p ishlatiladigan metallar folgasi olinadi. 6.2-jadvalda β -filtrlarni ishlab chiqarishda ishlatiladigan materiallar ko'rsatilgan. Empirik qoidalar mavjud:

$$Z_{\Phi} = Z_A - 1 \quad (6.6)$$

β -filtrlarining kamchiliklari quyidagilardan iboratki, ularning hech biri K_{β} – nurlanish va oq nurlarni to'liq singdira olmaydi, ya'ni filtdan keyin olingan nurlanish monoxromatik emas. Bundan tashqari, β -filtrlari asosiy K_{α} nurlanish intensivligini sezilarli darajada kamaytiradi, bu usulning hal qiluvchi kuchini sezilarli darajada kamaytiradi. Monoxromatikaga yaqin bo'lgan nurlanish bir nechta β -filtrlar tizimi yoki monoxromator kristallari yordamida olinishi mumkin.

Integral intensivlik chiziqini $K_{\beta}/K_{\alpha}=1/500$ nisbatda kichraytiradigan β -filtrlar

6.2-jadval

Anod materiali	β - filtrlar	Qalinligi, mm	Zichligi, ρ , g/sm	K_{α} -chiziqni yutilish, %
Kumush	Paladiy	0,092	0,110	74
	Rodiy	0,092	0,114	73
Molibden	Sirkoniy	0,120	0,078	71
Mis	Nekil	0,023	0,020	60
Nikel	Kobalt	0,020	0,017	57
Kobalt	Temir	0,019	0,015	54
Temir	Margents	0,018	0,013	53
	Mn_2O_3	0,042	0,019	59
	MnO_2	0,042	0,012	61
Xrom	Vanadiy	0,017	0,010	54
	V_2O_5	0,056	0,019	64

Monoxromatik nurni olish uchun monoxromator kristallardan foydalanish ma'lum bir uzunlikdagi rentgen nurlarining bir kristall yuzidan aks ettirilish qobiliyatiga asoslangan. Ikki xil monoxromatorlar ajratiladi:

tekis kristalli va egilgan kristalli. Yassi kristalli monoxromatorlar juda zaif nurni (nurlanish intensivligi 10 va 100 marta aks ettirishda kamayadi) va boshlang'ich nurlanish zichligi yetarli darajada katta bo'lganida foydalanish mumkin. Misol uchun, yuqori rentabellikli magnit-tormozli (sinkrotron) nurlanish yordamida rentgenostruktura analizida monoxromator sifatida tez-tez kremniy kristallari (qaytaruvchi tekislik 111) ishiatiladi. Egilgan kristall monoxromatorlar maxsus ta'virga olish sxemasini talab qiladi, biroq ular fokuslangan monoxromatik rentgen nurni tutamiga ega bo'lish imkonini beradi (monoxromator qo'shimcha o'ziga xos to'plovchi linzalarni rolini o'ynaydi).

6.1.6. Rentgen nurlari difraksiyasi

Rentgen strukturaviy tahlillari rentgen nurlarining diffuziya va interferensiyasiga asoslangan bo'lib, materialning kristall panjarasiga to'g'ri keladi. Ushbu hodisalarni tushunish uchun, avvalo, difraksiya va interferensiyaning asosiy tushunchalarini ko'rib chiqamiz.

To'lqin interferensiyasi

Bu to'lqinlarning ta'sirlanish hodisasi bo'lib, unda bu to'lqinlarning fazoning ayrim nuqtalarida fazalarining o'zaro kuchayishi va yimirlashida esa susayishi bu to'lqinlarning fazasini nisbatiga qarab amalga oshadi.

Har qanday to'lqin interferensiyalanishi mumkin: tovushli, elektromagnit va hatto to'lqinlar suv yuzasida paydo bo'lishi mumkin. Tabiiy sharoitda kuzatiladigan interferensiyaga misol kamalak rangli nozik plyonkalar (sovun pufakchalari, suv yuzasidagi benzin yoki suv yuzasidagi yoqlar) shakllanishi hisoblanadi. Amaliyotdan misol keltirilsa, termik ishlov berishda misol – bu metall sirtidagi ranglarning jilolanishi, nurlar interferensiyasining yupqa oksidli plyonkadagi aralashuvi natijasidir.

Yorug'lik interferensiyasini yupqa tekis parallel plastinkada ko'rib chiqamiz (6.7-rasm). Tasavvur qilamiz plastinkaning sindirish ko'rsatgichi n_2 ga teng ekanligi va muhitning sindirish ko'rsatgichi ($n_2 > n_1$) Mayli ikkita monoxromatik nurlar S va S₁ plastinka ustiga tushayati deylik. Nurlarning optik yo'l farqlari quyidagicha bo'ladi:

$$\Delta S = n_2(AD + DC) - n_1(BC) + \lambda/2 \quad (6.7)$$

qo'shimcha yo'lning o'zgarishi $\lambda/2$ to'lqinning fazasi o'zgarishi bilan, plitaning old yuzasidan (optik jihatdan ko'proq zich muhit) qaytgan π qiymatga bog'liq. 6.8-rasmdan ko'rinadiki,

$$AD=DC=d/\cos(r) \text{ va } BC=AC \cdot \sin(i)=zd \cdot \tan(r) \sin(i)$$

ya'ni biz olamiz:

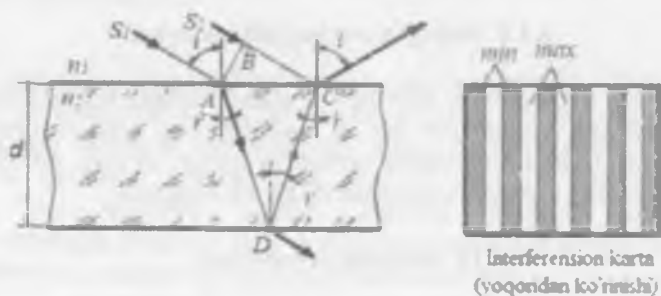
$$\Delta S=2n_2 d/\cos(r)=2n_1 d/\sin(r) \cdot \sin(i)/\cos(r)+\lambda/2 \quad (6.8)$$

Nurining sinishi qonuniga asosan

$$n_1 \sin(i)=n_2 \cdot \sin(r) \quad (6.9)$$

Shuning asosida biz:

$$\Delta S=2n_2 d/\cos(r)+\lambda/2 \quad (6.10)$$



6.7-rasm. Yupqa plyonkalarda interferensiya.

Yorug'likning interferensiyasi nurlarning optik yo'l farqlari yarim to'lqin uzunliklarining to'liq soni bo'lsa, ya'ni

$$2n_2 d/\cos(r)=m\lambda \quad (m=0,1,2 \dots) \quad (6.11)$$

Interferensiya nurlari $\lambda/2$ ning optik yo'l farqiga ega bo'ladi, ya'ni nurlari antifazada bo'ladi. Bu shuni anglatadiki, nurlar bir-birlarini sindiradi va interferensiyon tasvirda minimal bo'ladi. Yo'llar farqida

$$2n_2 d/\cos(r)=(2m+1)\lambda/2 \quad (m=0,1,2 \dots) \quad (6.12)$$

nurlar fazada mos keladi, shuning uchun bu interferensiyon tasvirda maksimal kuzatiladi.

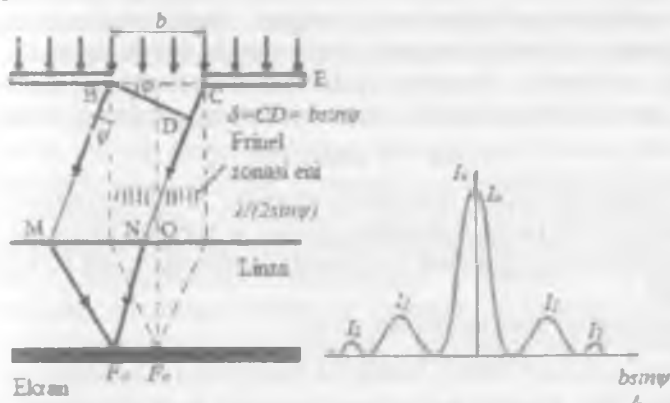
Ba'zi bir to'lqin uzunliklari uchun oq nur bilan yoritilganida, maksimal aks ettirish holati, boshqalari esa minimal, shuning uchun plyonka rangli ko'rinadi (masalan, suv yuzasida rangli yoq plyonkalari).

To'lqinlarning difraksiyasi

Difraksiya, to'lqinlar ma'lum bir optik nosimmetrik muhitda tarqalganda, masalan, nurlarda ekranlardagi teshiklardan, shaffof

jismlarning chegaralarida va boshqalarda keng tarqalganda kuzatiladigan bir qator hodisalarni anglatadi. Yana tor ma'noda, difraksiya deganimizda to'qinalarni to'siqlarga uchruganda egilishi degan ma'noni anglatadi, qaysiki to'liq uzunligi o'lchamlari bilan o'lchana olinadigan, ya'ni geometrik optika qonunlaridan chetga chiqishdir.

To'liqlarning to'sqinlik qilish vaqtida to'liqlarning harakatini tasvirlash uchun Gyuygens-Fresnel prinsipi qo'llaniladi: tarqalgan to'liqning har bir nuqtasi o'zlarining o'zaro bog'liq bo'lgan va nurlanish manbaining asosi bo'lgan ikkilamchi to'liq manbai hisoblanadi. Ikkilamchi manbalar bir-biriga mos kelmagani uchun, ular tomonidan qo'zg'atadigan ikkinchi to'liqlar bir-biriga aralashib ketadi. Ikkinchi to'liqlarning aralashuvi natijasi yo'nalishga bog'liq. Ikkinchi darajali to'liqlarning I_{mx} intensivligi to'liq yo'nalishiga normal bo'yicha maksimal bo'lib, u to'liq yo'nalishi va normal orasidagi burchak kattalashsa ko'rilayotgan ikkilamchi to'liq kamayadi. $\alpha > \pi/2$ kattaligi uchun I_{mx} nol aylanadi, ya'ni ikkilamchi manbalardan asosiya tarqaladigan teskari to'liq yo'q.



6.8-rasm. Tor tirqishda Fraungofer difraksiyasi.

Difraksiyani ikkita turi mavjud: Frenelning tushayotgan nurlar difraksiyasi va Fraugoferning parallel nurlarda tarqalishi difraksiyasi. Boshqacha aytganda, Frenelning difraksiyasi sferik to'liqlarning difraksiyasidir. Fraugoferning bu tekislik to'liqlarining difraksiyasidir.

Rentgenostrukturaviy tahlil qilish, ko'pincha parallel nurlari bilan bog'liq bo'lgani uchun, misol sifatida, Fraugofer difraksiyasini tirqishda ko'rib chiqamiz. Monoxromatik yorug'likning parallel chizig'i, odatda, shaffof bo'lmagan ekran E ga tushadi, qaysiki unda tor tirqish BS kesilgan bo'lib, u doimiy ϵn b va uzunlikdagi L ga teng (6.8-rasm).

Gyuygens-Fresnel prinsipiga muvofiq, bo'shliq nuqtalari to'lqinlarning ikkinchi manbasi hisoblanadi. Agar nurning yoriqdan o'tishi paytida chiziq markazi tekisligida o'rnatilgan ekranda ko'rinadigan yorug'lik tarqalishi qonuni kuzatilsa, yorug'lik manbai tasvirini olgan bo'lar edi. Shu bilan birga, yorug'likning tor bo'lagidan ajralib ketishi sababli, displeyda difraktsiya maksimal tizimi kuzatiladi – yorug'lik manbai o'z holati bilan ajralib turadi.

F_{ψ} linzasining yon tomonida, OF_0 optik o'qiga ψ burchak bilan tushayotgan barcha parallel nurlar yig'iladi. Tirqishdan shu yo'nalishdagi BM va CH oxirgi optik nurlar yo'l farqlari teng (sinishi ko'rsatkichi birga teng deb olinadi).

$$\delta = |CD| = b \sin \psi, \quad (6.13)$$

BC tirqishni qobirg'alariga parallel bo'lgan polosa ko'rinishidagi Frenel zonalariga ajratamiz. Polosalar enini $\lambda/(2\sin\psi)$ teng deb olamiz, chunki zona oxiridan o'tkazilgan optik nurlar farqi BM ga parallel hamda $\lambda/2$ teng. Berilgan yo'nalishdagi barcha zonalar xuddi shu tarzda yorug'lik chiqaradi. Har bir juft qo'shni zonalar yorug'lik interferensiyasi natija tebranishlari amplitudasi nolga tengdir, chunki bu zonalaridan bir xil amplitudadagi tebranish chaqiradi, lekin qarama-qarshi fazalidir. Shunday qilib, F_{ψ} nuqtasida intenferensiyalar natijasi tirqishga nechta Frenel zonolari mos kelishi aniqlanadi. Agar zonalarining soni teng bo'lsa, ya'ni

$$b \cdot \sin \psi = \pm 2m\lambda/2 \quad (m=1,2 \dots), \quad (6.14)$$

U holda difraktsiya minimumi (nurning to'liq yo'qolishi) mavjud. Formulaning (6.14) o'ng tomonidagi minus ψ burchak ostida tarqaladigan yorug'lik nuriga to'g'ri keladi va fokusda jamlanadi, u esa F_{ψ} optik o'qiga simmetrik.

Agar zonalar soni toq bo'lsa, ya'ni:

$$b \cdot \sin \psi = \pm (2m+1) \lambda/2 \quad (m=1,2 \dots), \quad (6.15)$$

bunda bir Fresnel zonasining ta'siriga mos keladigan maksimal difraktsiya kuzatiladi. Mning qiymati eng katta difraktsiya tartibini ifodalaydi.

$\Psi=0$ yo'nalishda nol tartibdagi eng intensiv maksimal kuzatiladi, chunki F_{ψ} nuqtada tirqishning barcha uchastkalari tomonidan hosil bo'lgan tebranishlar bir fazada sodir bo'ladi.

Xuddi shunday tasvir to'lqinlarning difraktsion panjaraga, eng oddiy holatda, bir xil kenglikdagi va bir-biriga parallel tirqish tizimi bo'lgan difraktsiyasi bilan olingan. Har bir tirqish uchun difraktsion tasvirlarni bir-birining ustiga qo'yib chiqiladi va umumiy difraktsion tasvimi hosil qiladi.

Difraktsiyani uch o'lchamli panjarada ham kuzatilishi mumkin. Fazoviy yoki uch o'lchamli, difraktsion panjara deb optik jihatdan bir xil

bo'lmagan muhit, bir xil emasligi vaqti-vaqti bilan barcha uchta koordinatalarini o'zgarishi natijasida takrorlanishga aytiladi. Shuni aytish kerakki, bu ta'rif bo'yicha barcha kristall materiallar to'g'ri keladi, bunda bir tekislik rolini atom, molekula va ionlar vaqti bilan joylashishi mumkin.

Difraksiyani kuzatish shartining ifodasi

$$\lambda < 2 d_{\max} \quad (6.16)$$

bu yerda, λ to'lqin uzunligi, $d_{\max}$ – bu fazoviy panjaraning eng katta parametri. Uzunroq to'lqin uzunligi bo'lgan to'lqinlar panjara orqali o'tib ketadi yoki difraksiyadan holi bo'lmaydi. Kristall strukturalar uchun bunday sharoitni rentgen nurlanishi qoniqtiradi, qaysiki shu usulga rentgen tahlili asoslangan.

Atomlar tomonida rentgen nurlarini singdirilishi

Rentgen kvantining nurlari atom tutamning elektr maydoniga tushganda elektronlarga ta'sir ko'rsatadi va har biriga tebranish harakat beradi. Xuddi shunga o'xshash tarzda titraydigan har qanday zaryad elektromagnit nurlanish manbai bo'lib, ya'ni birlamchi rentgen nurlanishining bir qismini o'ziga singdiruvchi elektron uni o'zlashtira boshlaydi. Bundan tashqari, ikkilamchi nurlanish to'lqinining uzunligi asosiy qism bilan bir xil. Elektronning nurlanishi barcha yo'nalishlarida sodir bo'ladi, ya'ni birlamchi nurlanish tarqaladi. Atomning nurlanishi elektronlarining butun majmuasini elektromagnit to'lqinlarning yagona manbai deb hisoblash mumkin. Yorug'likdagi yorug'likning difraksiyasi bilan taqqoslash oson kechadi - rentgen nurlanishning difraksiyasida, ikkilamchi to'lqinlarning manbalari bo'lgan kristalli moddalarning davriy ravishda joylashgan atomlari, optik nosimmetrikliklar rolini o'ynaydi.

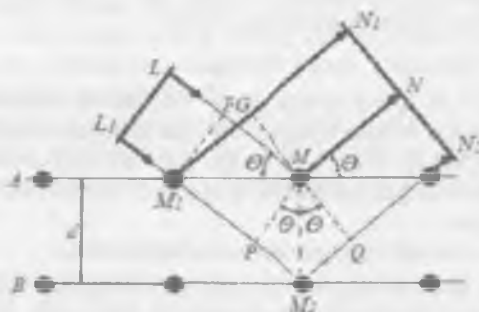
Atom majmuasidan tarqaladigan barcha to'lqinlarning superpozitsiyasi difraksion nurlanish umumiy to'lqinini hosil qiladi. Kristall to'lqinning ayrim yo'nalishlarda, o'rganilayotgan alohida atomlar boshqa yo'nalishlarda qo'shilgan to'lqinlar o'zaro bir-birini so'ndiradi. Shu yo'l bilan olingan difraksiya tasvirlari kristallning ichki strukturasi haqida ma'lumot beradi.

Vulf-Bregg qonuni

Moskva universitetining professori Y.V.Vulf va ingliz fiziklari otasi va o'g'li Bregg tomonidan bir-biridan mustaqil ravishda kristall orqali rentgen difraksiya o'tishida sodir bo'lish hodisasiga oddiy va tushunarli izohlar berildi.

Agar atomlarning termal tebranishlarini e'tiborsiz qoldiradigan bo'lsak, unda kristall bir-biridan d bir xil masofada joylashgan parallel

tekisliklardan tashkil topgan oiladan iborat deb qarash mumkin (6.9-rasm). Ushbu oilaning atomik tekisliklari soni katta va kristalda sinishi yo'qligi taxmin qilinadi.



6.9-rasm. Vulf-Bregg qonuniga xulosa.

Kristallga parallel tutamli λ uzunlikdagi monoxromatik rentgen nurlari kristall atom tekisiliga nisbatan θ siljish burchagi bilan tushayotgan bo'lsin. Parallel tutamning nurlari atom tekisligidan θ burchak ostida qaytadi. D nurlari orasidagi yo'l farqi bir xil tekislikdan (masalan, L_1 va L_2 nurlari, 6.9-rasm) aks etadi va nolga teng ($D = M_1G - MG$), ya'ni bu nurlar bir xil fazada. Kristall qalinligiga kirib, nurlar parallel atom tekisliklarini q burchak qarshi oladi. Xuddi shu burchakda aks ettirilgan parallel nurlar, ular o'rtasidagi o'zaro D yo'l farqiga qarab, bir-birlarini kuchaytiradi yoki zaiflashtiradi. 6.9-rasmda qo'shni atom tekisliklardan qaytgan nurlar orasidagi yo'l farq PM_2 va QM_2 , bo'laklarning yig'indisiga teng ekanligini anglatadi, bundan tashqari:

$$PM_2 - QM_2 = d \sin \theta, \quad (6.17)$$

Shunday qilib, interferension maksimum faqatgina quyidagi vaziyatda kuzatiladi degan xulosaga kelish mumkin:

$$n\lambda = 2d \sin \theta, \quad (6.18)$$

bu yerda, n – parallel tekisliklardan aks ettirilgan yo'l farqiga mos keladigan to'liq uzunliklarining sonini ko'rsatadigan aks ettirish tartibi; λ – to'liq uzunligi; d – oraliq masofa; θ – nurlarning aks etishi burchagi.

(6.18) tenglik Vulf-Bregg formulasi deb ataladi. Tadqiqotlarda ko'rsatilgandek Vulf-Bregg formulasi juda yuqori aniqlik bilan amalga oshiriladi (garchi u «atom tekisliklari» dan rentgen nurlarining aks ettirilishi to'g'risida ataylab noto'g'ri jismoniy asos bilan olingan). Faqat juda aniq o'lchovlar bilan bu formuladan cheklanish, bu esa kristalli rentgen nurlarining sinishi bilan bog'liq.

Vulf-Bregg formulasidan shuni ta'riflash kerakki, difraksiya maksimumining θ burchaklarini eksperimental o'lchash yo'li bilan quyidagilar mumkin:

a) oraliq masofa d ma'lum bo'lsa, ushbu maksimumlar uchun mos keladigan to'lqin uzunligini aniqlash;

b) agar difraksion maksimumiga mos keladigan λ to'lqin uzunliklari ma'lum bo'lsa, tekisliklararo d masofani aniqlash.

LAUE nisbati

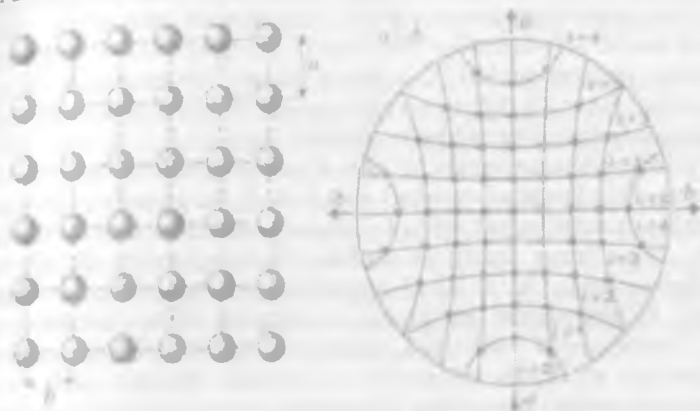
Kristalli panjaradagi rentgen nurlarining difraksiyasi nurlarning yarimyaltiroq ko'zgular tizimidan aks etganiga o'xshaydi, biroq o'lchamli optik aks ettishidan farqli o'laroq, bu uch o'lchamli muntazam atom strukturasida sodir bo'lishini ta'kidlash kerak. Difraksiya aslida qanday ro'yobga chiqishini tushunish uchun Laue aks etishi paydo bo'lgan sharoitlarni ko'rib chiqish lozim.

To'lqinlarning o'zaro kuchaytirilishi uchun sharoitlar (ya'ni difraksiya maksima uchun shartlar) oddiy geometrik konstruksiyalardan olinishi mumkin (6.10-rasm). qo'shni nurlarning yo'l farqi $a(\cos\alpha - \cos\alpha_0)$ bilan aniqlanadi. Difragraf rentgen nurlarining to'lqinlari fazada mos kelishini ta'minlash uchun (ya'ni bir-birlarini kuchaytirishi) ularning harakatlanishidagi farq to'lqin uzunliklarining to'liq soniga teng bo'lishi kerak, ya'ni $h\lambda$. Agar difraksiya uch o'lchamli atom panjara ustida bo'lsa, unda har bir yo'nalishda xuddi shunday tenglama yozish mumkin. Moddalarning elementar yacheykasiga mos keladigan uchta asosiy yo'nalish uchun yozilgan tenglamalar «Laue» sharti deb ataladi:

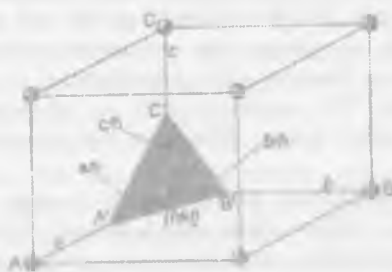
$$\begin{aligned} a(\cos\alpha - \cos\alpha_0) &= h\lambda \\ b(\cos\beta - \cos\beta_0) &= k\lambda, \\ c(\cos\gamma - \cos\gamma_0) &= l\lambda \end{aligned} \quad (6.19)$$

Ushbu tenglamalarda h , k va l koeffitsiyentlari atomlarning seriyasidagi nurlarning aks ettirilishiga mos keladi.

Shuning uchun, difraksiya tasvirida difraksiya maksimumlarining oxirgi sonlari mavjud bo'ladi.



6.12-rasm. Nurlarning stereografik proyeksiyasi atomlarning ikki o'lchovli kvadratli setkasi.



6.13-rasm. Kristallning birlik hujayrasidagi akslantirish tekisligi (hkl).

hkl koeffitsiyentlarining to'plamini farqlash chizig'ining yo'nalishi difraksiyalashgan tutam indeksleri deb atash mumkin. Ushbu ko'rsatkichlar, Miller indekslaridan farqli o'laroq, qavslar ichiga kiritilmagan va umumiy omil mavjudligi bilan farq qilishi mumkin. hkl ko'rsatkichlari to'g'ridan-to'g'ri aks ettiruvchi tekislik (hkl) bilan bog'liq, ya'ni Laue munosabatlari Vulf-Bregg aks etishi bilan bog'liq bo'lishi mumkin. Buni isbotlash uchun fazoviy panjarani (6.13-rasm) ko'rib chiqamiz, chunki unda rentgen nurlari difraksiyasi sodir bo'layapti.

Biz farq qiladigan yoritgich indeksleri hkl deb hisoblaymiz. Bu shuni anglatadiki, bu yo'nalishda difraksion nurlarning o'zaro kuchayishi, ya'ni uch tizim konusining kesishuvi (OA — h-konus bo'ylab, OB — k-konus bo'ylab va OC — l-konus bo'ylab o'tadi). Shunday qilib, A nuqtasi bilan tarqalgan rentgen nurlari to'liqinning fazasi, O nuqtasida tarqalgan to'liqinning fazasi, h faktoriga ko'ra, ya'ni A va O nuqtalarida farq bo'lgan nurlarning o'zgarishlar farqi $2\pi h$.

Keling, a/h masofasidan bo'lgan A' nuqtasini ko'rib chiqamiz. Ushbu nuqtaning koordinatalari quyidagilar: $1/h, 0, 0$. Bu nuqtada tarqalgan nurlar O nuqtada diafragirlangan nurlar to'liq uzunligi davridan yana bir davr o'tib ketadi, ya'ni uning fazasi 2π bo'ladi. Xuddi shunday, biz B' va C' nuqtalarini olamiz. A', B' va C' nuqtalaridagi tarqalgan nurlar sinfaza bo'ladi. Ko'rinishlardan ma'lumki, bu nuqtalar Miller indeksleri (hkl) bilan kristallografik tekislikda yotadi va ushbu tekislikning barcha nuqtalari bir xil fazada nurlanishni aks ettiradi. Shunday qilib, kristalli panjaradagi rentgen nurlarining difraksiyasi atom tekisliklar tizimida o'z aksini ifodalaydi.

Shuni ta'kidlash kerakki, aks etgan nurlar tutami indekslar va tekislikning Miller indeksleri bir xil emas. Miller indeksleri umumiy omilga ega emas va difraksiyalashgan nurlar indeksleri uchun bunday cheklov yo'q. Umumiy faktor n birinchi tartibli aks ettirishni ifodalaydi uchun foydalaniladi va ularga aks ettiruvchi tekislik bilan bir xil ko'rsatkichlar beriladi. Shunday qilib, tekislikdan (110) birinchi aks etish 110, ikkinchi tartib 220, uchinchi 330 va boshqalar qayd etiladi. Xatoliklarni oldini olish uchun, difraksion reflekslarning ko'rsatkichlari qavssiz yoziladi.

Difraksion reflekslarini hisoblashning bunday usuli difraksion sharoitlarni hisobga olishni ancha osonlashtiradi. Ushbu soddalashtirish, tekislikdan (hkl) zichlikdagi navbatning yaqqolligi $1/g$ dan bir-biridan tekislik tizimidan birinchi tartibli aks ettirishga teng (tekisliklararo masofa bir birlik sifatida olinadi). Agar tekisliklarning (hkl) orasidagi masofa d ga teng bo'lsa, unda tasavvur etilayotgan tekisliklar oilasining ichki tartibini aks ettiradigan n-tartibli masofa $d' = d/n$ bo'ladi, ya'ni Vulf-Bregg tenglamasi

$$A = d' \sin \theta, \quad (6.20)$$

Aks etishning intensivligi va reflekslarni so'ndirilish Laue interferensiyalar funksiyalari va Vulf-Bregg formulasi materialning kristalli panjarasida atomlarning joylashishi to'g'risida ma'lumot beradi. Rentgen nurlarining aks ettiruvchanligini o'lchash materialning ichki tuzilishi haqida ma'lumot olishning yana bir kuchli usuli hisoblanadi. Rentgenog-

nammalarda difraksion maksimumining intensivligi va kengligini o'zgartirish orqali, misol uchun, qotishmalarni qattiq eritmaning tarkibi, mikro va makro, kuchlanishlar, donaning kattaligi, teksturasini olish mumkin.

Rentgen nurlari kristalli moddadan o'tganda uning atomlari tomonidan tarqatiladi. Tarqatish atom qobiqlarida sodir bo'lib, ular keyinchalik ikkinchi darajali nol rentgen nurlarini manbaiga aylanadi.

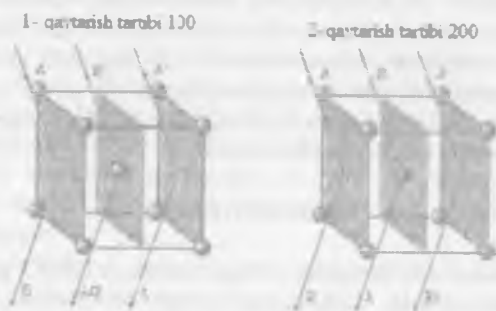
Ushbu to'lqinlarning intensivligi, aslida, kuzatiladigan difraksiya tasvirida difraksiya maksimumining intensivligini aniqlaydi. Rentgen nurlari interferensiyasining mavjud nazariyasi, ma'lum kristall panjara difraksiyaning maksimumi uchun intensivlikni hisoblash imkonini beradi. Ushbu nazariyaning matematik apparatining ta'rifi ushbu qo'llanmaning doirasidan tashqaridadir va u hisobga olinmaydi. Aks ettish intensivligiga ta'sir qiluvchi asosiy omillar berilishi kerak.

Strukturaviy omil

Birinchidan, misol tariqasda rentgen tutamini XMK- panjara atomik tekisligidan aks ettishini muhokama qilaylik (6.14-rasm). Fikrlashning birinchi tartibli aks ettishdan ko'rib chiqaylik. A tekislikdan aks etadigan to'lqin bir to'liq davrda (ya'ni bitta to'lqin uzunligi) A' tekislikdan aks ettgan to'lqindan o'zib ketadi. V tekisliklari ham aks etadigan tekislikdir. Bundan tashqari, agar yacheykaga kirgan barcha atomlar bir xil atomga ega bo'lsa, u holda bu atom tekisligi A va A' tekisliklari bilan bu xil bo'ladi. Sezishimiz mumkinki, bu tekislik A va A' tekisliklari orasidagi yotadigan bo'lsa, unda aks ettirilgan rentgen nurlanishi yarim davrga A tekisligidan aks etgan to'lqinining va yarim parcha vaqti A' tekislikidan aks etadigan to'lqinning orqasida qoladi. Natijada, A va V tekisliklarida aks etgan to'lqinlar qarama-qarshi fazada joylashgan va bir-birlarini so'ndiradi. Xuddi shu tarzda, A' va V' ning aks etishi bir-birlarini so'ngdiradi va hokazo. Bu shuni anglatadiki, difraksiyalashgan nur intensivligining umumiy si nolga teng bo'ladi, ya'ni difraksion maksimum 100 difraksion tasvirda bo'lmaydi.

Ikkinchi tartibli refleksning yo'q bo'lib ketishi aks etmaydi, chunki to'lqinlar A, A' va V tekisliklarida aks ettiriladi va sinfaz bo'ladi. haqiqatan ham, ikkinchi aks ettirish tartibi uchun A tekisligidan aks ettirilgan to'lqin A' tekisligidan ikki davrga (ya'ni ikki to'lqin uzunligiga) va V tekisligidan bir to'liq davrgacha (bir uzunlik to'la) aks etgan to'lqindan oldinga chiqadi. Shunday qilib, barcha ko'rsatilgan to'lqinlar bir fazada bo'ladi va bir-birlarini kuchaytiradi. Takidlash muinkinki, bu barcha aks etgan juft maksimumlar uchun o'rinlidir.

XMK- panjaralarda 001, 003 reflekslari mavjud emas, lekin 002, 004 va hokazo mavjud. Umuman olganda, hajmi markazlashgan kub panjara uchun, 00h tipidagi difraksion refleks ishtirok etadi, agar h -juft raqam bo'lsa. A va V tekisliklarining tarqalishi qobiliyatlari teng bo'lishi shart emas, chunki ulardagi atomlar boshqacha tartibda yoki boshqa turda bo'lishi mumkin. Unda toq reflekslarning so'nishi to'liq bo'linaydi. V tekisliklari A va A' tekisliklaridan turli masofalarda bo'lsa, xuddi shunday bo'ladi.



6.14-rasm. XMK panjarada to'liq interferensiyasi.

Qisman difraksion refleks hkl ning intensivligini topish turli xil amplituda va faza aks etgan ko'p sonli to'liqlarni qo'shish vazifasi bo'lib, bir xil to'liq uzunligiga ega. Biror elementar yacheykalarining barcha atomlarining tarqalishi to'liqlarining qo'shilish natijasida strukturaviy omil yoki tarqalishning strukturaviy amplitudasi deyiladi. Har qanday kristalli panjara uchun strukturaviy omil analitik ravishda hisoblanishi mumkin. Tarqalishning maksimal intensivligini quyidagi ko'rinishda ifodalash mumkin:

$$I \cong KF^2 (HKL), \quad (6.21)$$

bunda, I-aks etish intensivligi; K-koeffitsiyent; F-struktura amplituda tarqatishi. F^2 intensivlikni strukturaviy ko'paytirgichi deb ataladi. Strukturaviy amplituda F kompleks funksiya ko'rinishida yozish mumkin:

$$F(HKL) = \sum_k \Phi_k \exp[2\pi i(Hm_1 + Km_2 + Lm_3)], \quad (6.22)$$

bunda, Φ_k - atomni tarqatish qobiliyati; HKL - aks ettirish indeksleri, m_1, m_2, m_3 - birlik yacheykaning koordinata bazisi. Shu ifodaning trigonometrik shaklidagi ifodasi:

$$F(\text{HKL}) = \sum_k \Phi_k [\cos 2\pi(\text{H}m_1 + Km_2 + Lm_3) + i \sin 2\pi(\text{H}m_1 + Km_2 +)] \quad (6.23)$$

Strukturaviy omillarni hisoblashni HMK va YOMK panjara misolida ko'rib chiqamiz.

Shunday qilib, strukturaviy omil strukturaviy amplitudaning kvadratiga teng. Hajmiy markazlashgan panjara bazisini quyidagi ko'rinishda yozish mumkin:

$$\begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 1/2 & 1/2 & 1/2 \end{pmatrix} \quad (6.24)$$

ya'ni hajmi markazlashgan panjarada ikki tipdagi mavjud: ularning ba'zilar 000 panjara tugunlarida, ikkinchisi 1/2 1/2 1/2 da yotadi. Bazaning koordinatalarini (6.23) ifodaga qo'yiladi va kvadratga ko'taramiz. Panjaradagi barcha atomlar bir xil tipda deb hisolaymiz, ya'ni tugunlarni F ning tarqalishi qobiliyatini qavsdan chiqarib olish mumkin deb hisoblaymiz. Natijada olingan strukturaviy omil quyidagi ko'rinishda bo'ladi:

$$F^2 = \Phi^2 [1 + \cos \pi(h + k + l)]^2 + \Phi_k^2 \sin^2 \pi(h + k + l), \quad (6.25)$$

Agar summa (h + k + l) toq raqam bo'lsa, difraksion refleksining intensivligi nolga teng bo'ladi. HMK panjara materialning difraksiya tasvinda 100, 300, 111, 120 va boshqa reflekslarning aks etishi bo'lmaydi. Shunday qilib, 6.15-rasmda ko'rilgan hol difraksion tasvirida HMK panjara reflekslarini so'nishining xususiy holati ekanligi ayyon bo'ldi.

Yoqlari markazlashgan panjara holida bazis quyidagi ko'rinishda bo'ladi:

$$\begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 1/2 & 1/2 & 1/2 \\ 1/2 & 0 & 1/2 \end{pmatrix} \quad (6.26)$$

Bu degani, YOMK panjarada to'rtta atom turi mavjud: ularning ba'zilar 000 panjara tugunlarida, ikkinchisi 1/2, 1/2, 0, 1/2, 0, 1/2, 0, 1/2, 1/2, da yotadi. Formulaga bazis koordinatalarini struktura omiliga uchun qo'yib quyidagiga erishamiz:

$$F^2 = \Phi^2 [1 + \cos \pi(H + K) + \cos \pi(H + L) + \cos \pi(K + L)]^2 \quad (6.27)$$

Ko'rinib turibdiki, agar (hkl) aralashtirilgan bo'lsa, ya'ni aks etish indeksida juft va toq koeffitsiyent mavjud bo'lsa, unda strukturaviy omil nolga aylanadi va difraksiya maksimal miqdori yo'qoladi. Shunday qilib, YOMK panjara blokida 111, 200, 220, 311 indekslar aks ettiriladi va indekslar 100, 110, 210, 211 va boshqalar aks etmaydi.

Yuqoridagi misollardan shuni aniq aytish kerakki, strukturaviy omilni hisoblashda faqat atomlarning asosiy koordinatalari va atomlarning tarqalish kuchi hisobga olinadi. Strukturaviy omil birlik yacheykaning hajmiga va shakliga bog'liq emas. Difraksion tasvirdagi maksimal miqdordagi reflekslar primitiv panjarali moddalarga ega bo'ladi. Atomlarni joylashtirishga bog'liq bo'lgan qo'shimcha reflekslarning paydo bo'lishi mumkin emas. Qo'shimcha simmetriya elementlarining mavjudligi ularning yo'qolishi (to'liq yoki to'liq bo'lmagan) tufayli reflekslarning sonini kamaytiradi.

Ayrim hollarda rentgenogrammada qo'shimcha reflekslar paydo bo'lishi mumkin. Misol uchun, qotishmalarda superstrukturlarning hosil bo'lishida qattiq eritma buyurtma berilganda, panjara usti hosil qilish bilan bog'liq "qo'shimcha" aks ettirish tekisligi paydo bo'ladi. Bundan tashqari, qo'shimcha maksimumlarni paydo bo'lishiga moddada kovalent kimyoviy bog'lanishlar olib kelishi mumkin. Ma'lumki, atomlarning elektron bulutlarini bir-biriga qo'shib qo'yishi natijasida kovalent kimyoviy birikma hosil bo'ladi, ya'ni atomlar orasidagi elektronlar zichligi ortib boruvchi zonaning paydo bo'lishiga olib keladi. Ba'zi hollarda ushbu hududlarda «qo'shimcha reflekslar» shakllanishi bilan rentgen nurlari difraktsiyasi ham yuz beradi. Kimyoviy birikmalarning kovalentligi bilan bog'liq bunday maksimum ko'rinishi, masalan, olmosda kuzatilgan.

Atom ko'paytirgichi

Bu omil atomlarning atom rentgen strukturaviy tahlilida ishlatiladigan rentgen nurlanishining uzunligi bilan mutanosibligi borligi bilan bog'liq. Natijada, atomning elektron bulutining turli qismlari tomonidan tarqalgan to'lqinlar fazada bir-biridan farq qiladi va shuning uchun bir-birini siqib chiqadi. Natijada, atom tomonidan tarqalgan to'lqinning amplitudasi har doim atomning elektronlari tomonidan tarqalgan to'lqinlarning amplitudalari yig'indisidan kamroqdir.

Haroratning ko'paytmasi

Chunki atomlarning elektronlari doimiy termik harakatda va moddaning atomlari hamda molekularlari bilan birga umumiy intensivlikni aks ettirilishini pasayishiga olib keladi. Haroratning yanada oshishi ham intensivlikni aks ettirilishini kamaytiradi.

Lorens ko'paytirgichi

Interferensiya funksiyasi (6.21) ifodasi 10^{-5} sm gacha bo'lgan kristallar uchun amal qiladi. Aslida rentgen strukturaviy tahlillari juda

katta hajmdagi kristallar bilan ishlanadi. Biroq haqiqiy kristallar har doim mozaikdir, ya'ni ular bir-biriga nisbatan kichik burchakka uchragan bloklardan tashkil topgan. Tadqiqotlar shuni ko'rsatdiki, haqiqiy mozaik kristall faqat **Bragg** burchagida emas, balki ma'lum bir burchakka diapazonda tarqaladi $[\theta - \delta; \theta + \delta]$. Bunday Vulf-Bragg qoidasidan chetga chiqish kristallning moslashuvchanligi, rentgen nurlarining monoxromatiklikdan chetlanishi va kristalldagi rentgen nurlarning sinishi tufayli sodir bo'ladi.

Yutilish omil

Rentgen nurlanishi modda tomonidan yutilishi bilan bog'langan, bu ham aks etish intensivligini pasayishiga olib keladi.

6.2. Rentgen apparatlari. Rentgen nurlarini qayd etish va uning intensivlikni o'lchash

Rentgen nurlarini qayd etish uchun ionlash, fotografik, elektrofotoqrafik va luminesants usullari qo'llaniladi.

Ionlash uslubi rentgen nurlarining intensivligini o'lchash chizig'i bilan chegaralangan nisbatan kichik hududda o'lchash imkonini beradi. Bu usul hozirgi vaqtda rentgen-nurini difraksion tahlil qilish va rentgen tekshiruvlarida ham keng qo'llaniladi. Usulning asosiy ustunligi shundaki, u intensivliklarning aniq nisbati va difraksiya maksimumining profilini, ya'ni aslida, eng aniq eksperimental natijalarni olish imkonini beradi. Usul rentgen nurlarining o'tishi davomida gaz molekulalarining ionlash fenomeniga asoslangan.

Elektr maydonini jadallik bilan bosqichma-bosqich oshirib, tekis, bir kondensator sohasida gazni ionlash jarayonini ko'rib chiqamiz. U kondensator plitalari orasidagi potensial farqi. Kondensator plitalari orasidagi potentsal farq u tomonidan aniqlangan maydon kuchlanishini oshirish bilan (6.15-rasm), ionlarning tezligi ortadi va rekombinatsiyasiz tegishli elektrodning ioniga erishish ehtimoli ortadi, bu esa elektrondagi elektr tokining paydo bo'lishiga olib keladi. U2U1 rekombinatsiyalanishi ahamiyatsiz bo'lganda, ionlash oqimi to'yinganlikni oshiradi. Shunga mos ravishda, U_1 va U_2 o'rtasidagi oblastga to'yingan oblast deyiladi. $U_1 > U_2$ kuchlanishlarida, ionning tezligi gaz molekulalarining ionlashishi uchun bir-biriga zid ravishda (zararli ionlanish boshlanadi) yetarli bo'ladi. Shu bilan birga tok gaz deb ataladigan kuchlanish tufayli, kuchlanishning oshishi bilan chiziqli ravishda o'sib boradi. Gaz kuchaytirish koeffitsiyenti $10^2 \dots 10^4$ bo'lishi mumkin.

U_2 va U_3 oralig'idagi oblast to'liq proporsionallik oblasti deb ataladi. $U > U_3$ mutanosiblikda proporsionallik buziladi. Nihoyat, $U > U_4$ uchun, fotonning kamida bitta ion justini hosil qilish uchun yetarli bo'lgan energiyaga ega bo'lgan elektrodlar orasidagi o'tishda, kuchli razryad paydo bo'ladi. Bu oblast teng impulslar oblasti deb ataladi, ya'ni turli energetik ionlashtiruvchi zarralar o'tishi bir xil tok impulsleri paydo bo'lishiga mos keladi. Kuchlanishning yana ortishi mustaqil razryadni paydo bo'lishiga olib keladi, ya'ni kondensatorni ishdan chiqishiga olib keladi.

Shunday qilib, rentgen nurlarining ionlashtiruvchi ta'siri ularni qaydetish uchun ishlatiladi. Bu holda, gazning turli oblastlarida ishlaydigan qurilmalar qo'llaniladi:

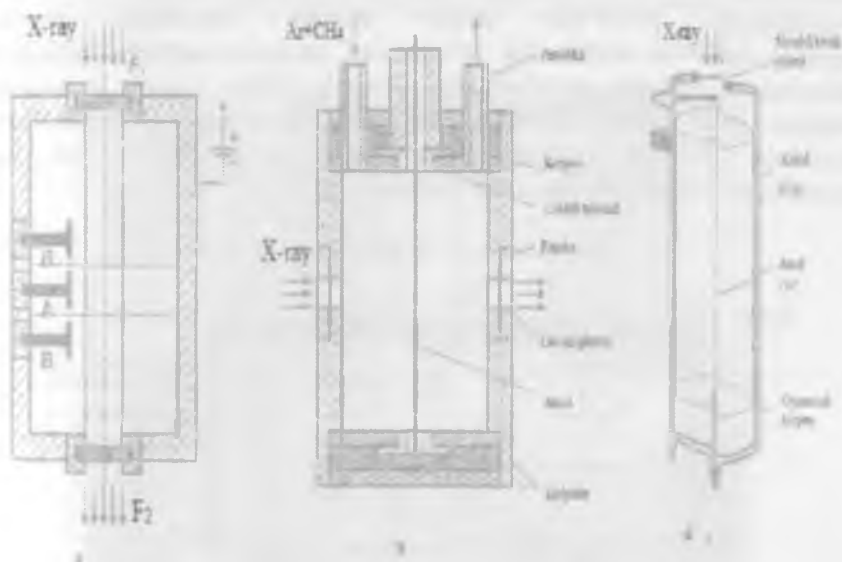
1. Ionlash kameralari. To'yinish rejimida ishlaydi. Tok to'yinganligi elektrodning shakliga, ular orasidagi masofaga bog'liq va vaqt birligida hosil bo'lgan ionlar soniga qarab belgilanadi: $i_{\text{HAC}} = eN_i$. Shunday qilib, ionlash tokining kattaligini o'lchab, rentgen nurlanishining intensivligini aniqlash mumkin. Bunday qurilma sxemasi 6.15-a rasmda ko'rsatilgan. Kamera korpusidan ajratilgan uchta elektrodga ega bo'lib, ular sterjen shaklida tayyorlangan. Ulardan biri o'lchovchi (A) va ikkita himoya (V). O'lchovchi elektrodi kondensator vazifasini bajaradi va o'lchash qurilmasiga ulanadi. Himoya elektrodleri elektr maydonlarining bir xilligini ta'minlaydi va o'lchash elektrodleri chegarasida chekka ta'sirini yo'qotadi. O'lchanadigan tutam tirqish F_1 orqali o'tadi va kameraning o'qi tomon yo'naltiriladi. O'lchov elektrodleri va kamera tanasi ilgari aytib o'tilgan kondensatoridir. Ionlash toki nurlanish intensivligiga proporsional bo'lgan o'lchash elektrodida paydo bo'ladi. Korpus odatda latundan tayyorlanadi va fon nurlanishidan himoyalani sh uchun tashqaridan qo'rg'oshin qoplanadi.

2. Proporsional hisoblagichlar. Proporsional hisoblagichlar to'liq mutanosiblik sohasida ishlaydi. Bunday qurilma sxemasi 6.15-b rasmda ko'rsatilgan. qurilma korpusi duralumin bo'lib, u katoddir. Anod ingichka volfram sim shaklida tayyorlanadi, unga taxminan 2 kVt quvvat beriladi. Ishlash vaqtida taymer argon-metan aralashmasi bilan to'ldiriladi. Kirish va chiqish oynalari katodning yon yuzasida joylashgan.

Yuqorida aytib o'tilganidek, proporsional hisoblagichlar gazni kuchaytirish sharoitida ishlaydi. Kvant ionlashtiruvchi nurlanish ularga kirib qolganda, bu kvant energiyasiga proporsional bo'lgan elektrodlarda impuls paydo bo'ladi. Diskriminatorlardan foydalanib biz ma'lum bir energiya bilan kvantga mos keladigan impulsleri ajratib chiqarish mumkin, masalan, rentgen Ka liniyalarini.

Proporsional hisoblagichlar sezgirligi juda yuqori. Shunday qilib, ular yordamida berilliydan boshlab yengil elementlarning xarakterli nurlanishlarini qayd etishimiz mumkin.

3. Geyger hisoblagichlar. Ushbu qurilmalar teng impulsar sohasida ishlaydi (Geyger oblasti). Geyger hisoblagichi 6.15-b rasmda ko'rsatilgan. Elektrodlar orasidagi ma'lum bir kuchlanishda, ionlashtiruvchi impulsning amplitudasi doimiy qiymatga yetadi va ionlashtiruvchi zarrachalar turiga bog'liq emas. Ushbu ishlash rejimi, yuqorida aytib o'tilganidek, teng impuls zo'riqish oblasti deb nomlanadi. Agar kvantli nurlanish kvant hisoblagichga tushsa, elektron ko'chki paydo bo'lib, ionizatsiya oqimining paydo bo'lishiga olib keladi. Geyger hisoblagichlarining samaradorligi koeffitsiyent bilan birgalikda o'qiladigan kvant sonining hisoblagichdan o'tgan kvant soniga nisbati bilan belgilanadi. Odatda gaz-to'ldirgich sifatida kuchli yutuvchi noyoba gazlari – argon, kripton, ksenon kabilar ishlatiladi.



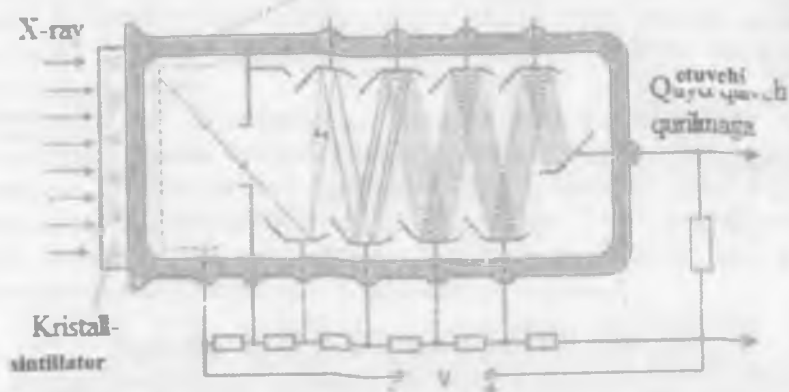
6.15-rasm Rentgen nurlarini qayd etuvchi asboblari:
a- ionli kamera; b-proporsional hisoblagich; d-geyger hisoblagichi.

4. Sintillash hisoblagichlari. Eng keng tarqalgan va murakkab vositalardir. Ushbu qurilma sxema 6.16-rasmda ko'rsatilgan. Sintillashni hisoblash- shaffof luminesans kristalli (sintillator) va fotomultiplier naychadan (PMT) iborat. Sintillator sifatida taliyning kichik aralashmalari

bilan Na yoki K monokristallari qo'llaniladi. Kristallga tushgan rentgen nurlari kvanti kristallni harakatga keltiradigan fotoelektrni chiqarib oladi, uning yo'lidagi atomlarni ionlashtiradi, tezlikni yo'qotadi. Qo'zg'algan atomlar nurlanadi, ko'rinadigan kvantlar yoki ultrabinafsha nurlarini chiqaradi. Bir kvant nurlanishi o'zidan bir necha yuz fotonni chaqmog'ini paydo qiladi. Fotoko'paytirgich katodiga tushgan chaqmoq, undan fotoelektronlarni urib chiqaradi, keyinchalik FEU ko'payadi va chiqishda impulsi tokini chaqiradi. u o'z navbatida yuklanish qarshiligida impuls kuchlanishini keltirib chiqaradi. Sintillashtirish hisoblagichlarining xususiyati - zarracha energiyasi va hisoblagichning chiqishida kuchlanish impulsining amplitudasi, ya'ni amplituda analizatorlaridan foydalangan holda, kvantdan ma'lum energiyadan impulslarni chiqarib olishdan iborat.

5. Yarimo'tkazuvchi hisoblagichlar. Yarimo'tkazgichli tranzistorlar triod chiroqlarning analoglari bo'lgani uchun, yarimo'tkazgich hisoblagichlari proporsional hisoblagichlarga o'xshaydi. Zaryadlovchilarning roli elektronlar va teshiklar o'ynaydi, nurlanishlarning kvant miqdori hisoblagichga p-n-o'tish orqali amalga oshiriladi. Bunday hisoblagichlarning amplitudali o'lchamlari proporsionallarga qaraganda taxminan 5 baravar yaxshiroqdir. Hisoblagichlar magnit maydonga nisbatan sezgir emas. hisoblagichlarning kamchiliklari orasida katta miqdorda nurlanish yig'ish xususiyatlarining o'zgarishi va past haroratlarda ishlash zarurligi ham mavjud.

Fotoelektron ko'paytirgich



2.16-rasm. Sintillatsion hisoblagich qurilmasining sxemasi.

Surat uslubi kino yoki fotografik qog'ozga rentgenogrammalarni tushirishga asoslangan. Maxsus yuqori sezgirlikdagi plyonkalardan foydalaniladi.

Elektrofotografik usul kserografiyaga asoslangan. Rentgen defektoskopiyasida asosan ishlatiladi.

Luminesans usuli rentgenogrammalarni lyuminafor qatlami bilan qoplangan ekranlarda vizual kuzatish hisoblanadi. Bu usul shuningdek, intensivlikni miqdoriy o'lchash uchun ham foydalaniladi. Asosan defektoskopiyada ishlatiladi.

Rossiyada rentgen analiz uchun asboblari ishlab chiqaradigan korxona – "Burevesnik" ilmiy ishlab chiqarish birlashmasi (Sankt-Peterburg). Mahsulotlarining namunasi sifatida DRON-4-13 umumiy maqsadlar uchun difraktometrlar (6.17-rasm) yuqori aniqlikdagi va tezkor ekspluatatsiyaga qaratilgan. Ushbu qurilmada quyidagi ishlar bajarilishi mumkin:

- materiallarning sifat jihatlari va miqdoriy tahlillari;
- kristallitning o'lchamlarini aniqlash;
- makro va mikro kuchlanishlarni aniqlash;
- teksturalarni tahlil qilish;
- materialning doimiy kristall strukturasi va elementar yacheyka hajmini aniqlash.



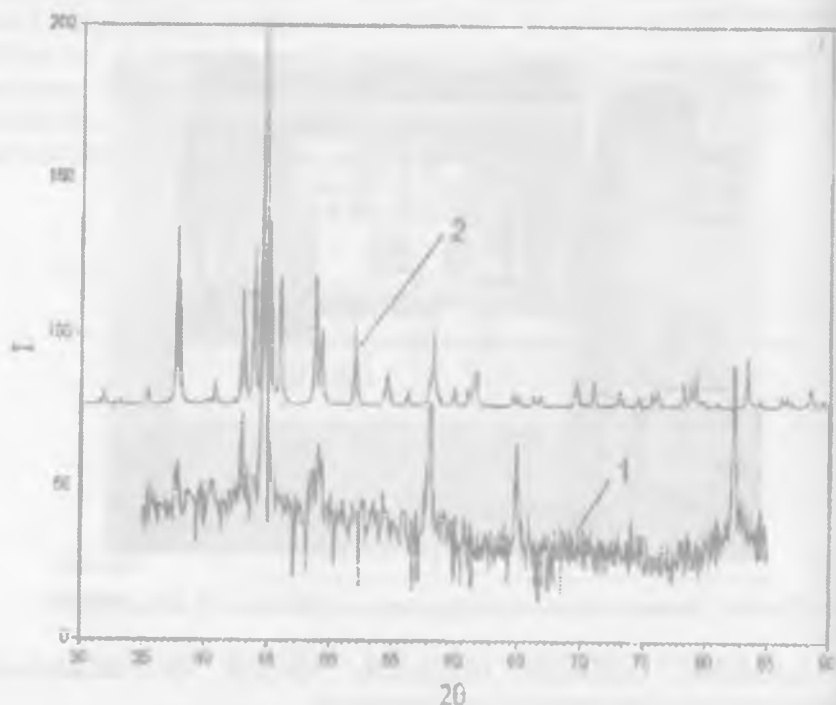
6.17-rasm. Umumiy foydalanishdagi rentgen DRON-4-13 difraktometri.

Zamonaviy qurilmalar radiograflar hisobini avtomatlashtirish imkonini beruvchi kompyuter bilan jihozlangan.

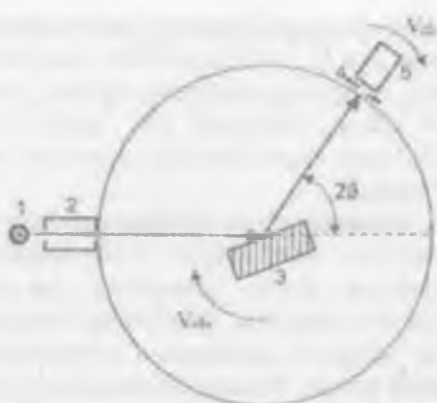
6.3. Rentgenogrammalarning ko'rsatgichlari

Bir difraksiya tasviri qayd etishning ionlash usuli yordamida olingan, odatda, bir difraksiya tasviri 6.18-rasmda ko'rsatilgan. Difraksion tasvirlarni qayd etishda qo'llaniladigan asboblari diffraktometrlar deb ataladi.

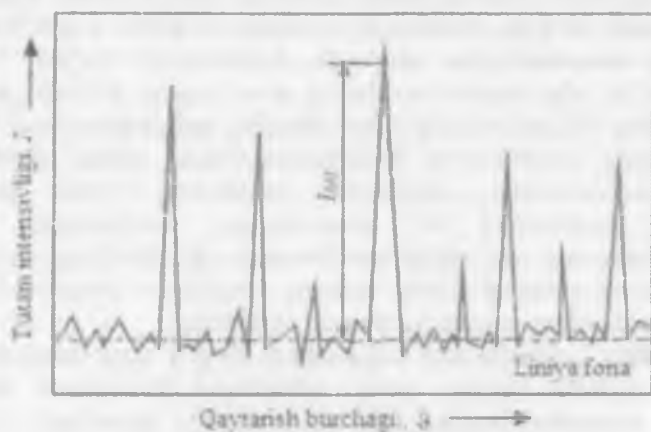
Umumiy maqsadlar uchun standart diffraktometrlar bo'yicha, tadqiqot Bregg-Brentano sxemasiga muvofiq o'tkaziladi (6.19-rasm). Yassi namunali 3 rentgen nurlarining ajraladigan tutami bilan nurlanadi. Namuna monolitik yoki kukunning bir qismi bo'lishi mumkin. Namuna 3 va detektor 5 gonometring umumiy vertikal o'qi atrofida gorizontall tekislikda vektorli tezlik ko'rsatkichi $V_{sch}=2V_{obr}$ bilan avtomatik ravishda aylanadi. Bu holda detektor difraksion tasvirning intensivligini ketma-ketlikda aks etadigan turli burchaklarda o'lchaydi. Detektor o'qishlari gonometring aylanish burchaklari oldindan belgilangan diapazonda qayd etiladi va detektorning aylanishi bilan bir vaqtda harakat qiladi. Natijada, difraktogramming o'zgarishi — bu difraksion tasvirning intensivligi qarama-qarshi tomonga bog'liqligini ko'rsatadi (6.20-rasm).



6.18-rasm. Evtektoidgacha bo'lgan namuna eksperimental difraktogrammasi (1) va sementitni teoretik difraktogrammasi (2).



6.19-rasm. Rentgen difraktometrining sxemasi:
1-rentgen trubka fokusi; 2- kalibrlovchi tirqish; 3-namuna;
4-detektor tirqishi; 5-detektor.



6.20-rasm. Diffraktogrammaning umumiy ko'rinishi.

Rentgenogramma bo'yicha har bir pik-interpolyar masofa d bilan bir nechta tekisliklardan (hkl) n - tartibining aksi. Vulf-Bregg tenglamasiga ko'ra, integral masofa d_{hk} mos keladigan diffraktogramma pikidagi tepalikning holati n burchagi va radiatsiya to'liqin uzunligi λ nisbati bilan bog'liq

$$\sin\theta = n\lambda/2d, \quad (6.28)$$

$$d_{hkl} = d/n = \lambda/2\sin\theta. \quad (6.29)$$

Rentgenogramma olinadigan xarakterli nurlanishning to'liq uzunligi (λ) ma'lum miqdorga ega bo'lganligi sababli, tekisliklararo masofalarni aniqlash muammolari rentgenogrammaning barcha yo'nalishlari uchun n burchaklarni topish uchun kamayadi. Har qanday burchakka n mos keladigan d_{hkl} tekisliklararo masofalarining qiymatlari eng keng tarqalgan nurlanish uchun o'rnatiladi.

Shunday qilib, rentgenografiya difraksion maksimumlarning holatini (9 yoki 29 burchagi) va intensivligini (rentgenogrammada balandlik) ifodalaydi. Chiziqlarning nisbiy intensivligi va rentgenogrammada aniqlangan tekisliklararo masofalar moddaning rentgen xarakteristikasi deb ataladi. Har bir kimyoviy birikmadan rentgenogrammada o'zining chiziqlar tutami tashkil topadi. Bundan tashqari, xuddi shu modda turli xil modifikatsiyalarda bo'lishi mumkin, bu esa rentgen nurlari bilan ham o'rnatiladi, ya'ni α - va γ -temir, masalan, turli xil rentgen xususiyatlariga ega bo'ladi. Shu moddaning juda kuchli chiziqlarni reper deyiladi. Namunadagi ushbu fazaning tarkibi kamaysa, ular yo'qoladi. Reperlar hali ham sezilarli bo'lgan moddaning minimal miqdori o'zgarishlari faza tahlilining sezuvchanligini aniqlaydi. Sezuvchanlik ko'plab omillarga bog'liq bo'lib, ular orasida moddaning atom raqami, kristall panjaraning turi, nurning to'liq uzunligi, fon darajasi, aniqlangan faza va butun aralashmaning assimillatsiya koeffitsiyentlarining nisbati qayd etiladi. Usulning sezuvchanligi, shuningdek, moddaning kristalli panjaradagi struktura qisqarishlari va nuqsonlarning mavjudligiga bog'liq. Mikrodefektlarning mavjudligi interferensiyon chiziqlarining kengayishiga olib keladi va shuning uchun usulning sezgirlikni pasaytiradi, chunki surkalgan chiziqlarni aniqlash qiyinroq, keskinroq.

Usulning sezuvchanligi namunalarni to'g'ri tayyorlaganda oshadi. Tasvirga olishdan avval analiz qilinadigan kukunlarni ifloslikdan kimyoviy tozalashni amalga oshirish maqsadga muvofiqdir. Po'lat va qotishmalardan tayyorlangan shliflar kimyoviy yoki elektrokimyoviy travleniya qilish namunaning sirtini karbidlar yoki intermetallar bilan boyitishga imkon beradi, chunki o'ziga yarasha travitel tanlanganda matritsa eriydi va ikkinchi fazaning zarralari qoladi. Har bir kimyoviy modda, masalan, qotishmada faza, o'zining kristall panjarasiga ega. Atom tekisliklarini tashkil etuvchi majmuasi, panjarani hosil qiluvchisi o'zining faqat shu panjaraga xarakterli tekisliklararo d_{hkl} masofasiga ega.

Tadqiqot obyektining tekisliklararo masofalarini bilish, shu bilan birga, kristalli panjarani tavsiflash va ko'p hollarda modda yoki fazani aniqlash imkonini beradi. Turli moddalar uchun oraliq masofalarga doir ma'lumotlar maxsus hujjatlarida mavjud.

48-501		★				
Description	dA	NA	HKL	dA	HKL	HKL
Dissolved in Calcium Aluminum Oxide	11.36	100	002	1.824	2	154
	5.61	30	004	1.9054	1	132
	1.84	1	010	1.3778	1	123
	4.73	7	011	1.7508	1	1116
	4.44	30	012	5.6489	6	0310
Rad. X Filter Sharp Cut off Int. Denominator Van Housk, J. et al Solid State Ionics, 45 93 (1991)	6.08	14	013	1.6262	2	9113
	3.094	8	014	1.6132	3	009
	8.99	2	015	1.704	3	0014
	1.807	5	008	1.8973	1	032
	2.795	23	110	1.6896	30	1207
Sys. Hexagonal S.G. P6 /mm ² (104), a 0.3502 b 0.2245 c 0.40169 a/b = 2.2 mp Ref. Int. D, 3.253 D _m 68/PCW F3042(009/03)	2.711	2	112	1.3606	18	0211
	1.874	80	017	1.5649	8	1112
	2.802	50	114	1.951	8	004
	1.428	6	018	1.5326	8	1207
	2.421	6	020	1.4810	10	025
Thermal treatment: Sodium B-silicate treated in a CaO melt for periods of 15 minutes at 950°C. The ratio of sodium to phosphorus was 1/1. Heavy calcium calcium phosphide PSC-HP57.2G	2.417	40	001	1.4706	1	1011
	2.308	14	003	1.6167	2	1011
	2.248	10	0090	1.9977	70	020
	2.279	25	118	1.3671	8	1027
	2.223	12	024	1.3644	8	204
	2.191	35	025	1.3371	30	0214
	2.083	50	208	1.3218	2	133
	1.9322	20	027	1.9091	1	028
	1.803	10	028	1.2384	8	137

6.21-rasm. ICDD baza ma'lumotnomalar kartochkasi.

Sifat fazasini tahlil qilish uchun ko'pincha **ASTM** (American Society for Testing Materials) kartotekadan yoki yanada mon kartotek **ICDD**

(International Center of Powder Diffraction) foydalaniladi. Sifat fazasini tahlil qilish uchun amerikaliklar uchun sinov materiallari (ASTM) yoki Xalqaro tozalash disribyutsiyasi markazi (ICDD) qo'llaniladi. ICDD kartasi fayllari ko'p sonli nashrlar shaklida va elektron ma'lumotlar bazasi ko'rinishida tarqatiladi, bu esa rentgenogrammlarni indekslash jarayonini sezilarli darajada soddalashtiradi. Kartotekaning rentgenogrammlari, odatda, har bir modda uchta kuchli chiziq bilan ajralib turadigan ko'rsatkichga ega, ulardan tekisliklararo masofa d_1 -chizig'i eng qizg'in, d_2 -chizig'i ikkinchi, d_3 -chizig'i uchinchi intensivlikdir. Kartotekadagi kartalar muayyan oraliq masofa bilan tavsiflangan guruhlariga muvofiq joylashgan.

Har bir guruhda, masalan, $d_1=2.29...2.25\text{\AA}$, guruhlari kartalar d_2 qiymatining pastligi bilan kichik guruhlariga ajratilgan. Agar ma'lum bir kichik guruhdagi bir necha moddalar bir xil d_2 qiymatiga ega bo'lsa, kartalar kamayib boradigan d_3 qiymatiga qarab ajratiladi. Shunday qilib, ko'p hollarda bir fazali materialni aniqlash uchun rentgenogrammaning yozuvlar bosqichlariga keladigan tekisliklararo masofalarni aniqlash kifoya. Odatda, ICDD karta fayli 6.21-rasmda keltirilgan.

Agar namunada bir nechta kimyoviy birikmalar mavjud bo'lsa, masalan, ko'p fazli qotishmalarni o'rganishda tahlil yanada murakkablashadi. Ko'p fazali tizimning rentgenogrammasi alohida fazalardagi rentgenogrammalarning superpozitsiyasining natijasidir, bu tizimda bosqichning miqdori bilan proporsional yiqilish intensivligi.

Fazalarni analitik ravishda ajratishdan oldin, rentgenogrammani diqqat bilan o'rganish tavsiya etiladi. Bu holatda, chiziqlar tartibini, ularning kengligini, intensivligini va davomiyligini tahlil qilish orqali fazalarni vizual ravishda ajratishga harakat qilish kerak. Shunday qilib, hajmi markazlashgan kubik faza (K8) rentgenogrammasi bir-biridan taxminan bir xil masofada joylashgan interferensiya maksima bilan xarakterlanadi, faza YoMK-panjara (K12) - interferensiya maksimumi bilan bo'linmalar rentgenogrammasi alohida-alohida juftlar o'z holicha turadi. Siz chiziqning pozitsiyasiga ham e'tibor berishingiz kerak. Bundan tashqari, birinchi qatorlarning difraksiya burchagi qanchalik kichik bo'lsa, elementar yacheyka kattaroq va tizimning ushbu fazasining simmetriyasidan pastroq bo'ladi. Interferensiyaning maksimalligi tabiatni ajratish jarayoniga yordam beradi. Keskin maksimal o'rtacha o'lchamdagi mozaik bloklarga mos kelishi ma'lum. Katta blokli agregatlar nuqta, kichik blok - keng, yo'naltirilgan - nosimmetrik intervalgacha maksimallikni beradi.

Nazorat savollari:

1. X-rayning tabiati va xususiyatlari qanday?
2. Uzlüksiz radiatsiya rentgen apparatlarining umumiy qurilmasi.
3. Qurilma va x-ray chiroq uzluksiz nurlanish operatsiya.
4. X-ray impulslarining umumiy qurilmasi.
5. X-nurlari puls nurlanishining apparati va ishlashi.
6. Radiografik nazorat ostida markazlashtirilgan masofa nima?
7. Radiografik nazoratning asosiy parametrlari qanday?
8. Vulf-Bregg qonuni qanday?
9. Vulf-Bregg formulasini ayting.
10. LAUE nisbati nima?
11. Atomlar tomonida rentgen nurlari qanday singdiriladi?
12. Uzlüksiz radiatsiya apparatida ta'sir qilish vaqtini qanday aniqlash
mumkin
13. Pulse nazorat qilish parametrlari qanday?
14. Kuchaytiruvchi ekranlarning harakati nima?
15. Rentgenografiya nazorati ketma-ketligi.

7-BOB. RENTGENOSPEKTRAL MIKROTAHLIL

Zamonaviy materialshunoslikda qo'llaniladigan ko'plab analitik usullar orasida maxsus joy rentgen mikroanalizining usuli bilan ishg'ol qilinadi [3,15,23]. Hozirgi kunda u o'ziga xos xususiyatlaridan kelib chiqqan holda keng foydalanishga erishdi. Eng muhimi, usulning yuqori joyidir, kichik hajmdagi materiallarni samarali o'rganish qobiliyati. Bunday vazifalar zamonaviy materialshunoslikka xosdir. Rentgenspektral mikroanaliz usullari (RMA) turli qotishmalarni o'rganish, ajratmalarning alohida turlarini o'rganish va alohida dona yuzasida kimyoviy elementlarning taqsimlanishini baholashga imkon beradi. Hozirgi vaqtda ushbu uslub tribologiya, qoplama jarayonlarini o'rganish, kukunli kompozitsiyalarni yaratish, qatlamli va tolali kompozitsion materiallarni ishlatishda qo'llaniladi. Ushbu usul kimyoviy elementlarning taqsimlanish xususiyatini har qanday yo'nalishda tahlil qilingan obyektning ma'lum bir joyida tezkor va aniq baholash imkonini beradi.

Adabiyotlarda topilgan «elektron zondli mikroanalizatorlar», «elektron mikroskop» yoki «elektron zond» atamaları 0,1-0,3 mm gacha diametrli qattiq namunadagi rentgenospektr analiziga mo'ljallangan asboblarni ko'rsatish uchun ishlatiladi.

Elektron zond mikroanalizatorlarni yaratish rentgen spektroskopiyasi va elektron optikasida texnik o'zgarishlar sintezi natijasida yuzaga keldi [3,23]. 30-yillarda elektron optikasining rivojlanishi elektronli mikroskoplarning yaratilishiga olib keldi va bu yerda elektron nuri tor zondaga qaratildi. Elektron zond mikroanalizi 1947-yilda AQSHda patentlangan edi. Birinchi sanoat korxonasi 1958-yilda fransiyalik «KAMESA» kompaniyasi tomonidan yaratilgan. Keyinchalik, 1960-yilda, «Kembrij Instrument» kompaniyasi namunadagi elementlarning taqsimlanishini tasvirlash uchun elektron zond bilan namunaning sirtini skanerlash uchun tizim bilan mikroanalizatorning loyihasini ishlab chiqdi.

Rentgenospektral mikroanaliz usuli $\pm 0,001...0,1\%$ oraligida $\pm 2...5\%$ sezgirlik bilan xarakterlanadi. Tadqiqot uchun materialning mikrovalari 0,5-0,5 mm va chuqurlikdagi 0,1...5mm bo'lishi mumkin. Zamonaviy mikroanalizatorlar uzunligi 6,548 nm dan 0,06 nm gacha bo'lgan to'liqlarni baholashga imkon beradi. Ushbu oraliq K-seriyali elementlarning bordan molibdenga (Z 5 dan 42 gacha) va L-seriyasidan ruxdandan urangacha (Z 30 dan 92 gacha) chiqaradigan emissiyalarni o'z ichiga oladi [1].

Materiallarning rentgenospektral tahlillari obyekt elektron nurlari yoki qattiq rentgen nurlari bilan bombardimon qilinganida xarakterli rentgen nurlarini yozish va tahlil qilishga asoslangan bo'lishi mumkin.

Rentgen nurlarini asosiy nur sifatida ishlatish asoslangan usul fluores-sentli rentgenologik tahlil usuli deb ataldi. Texnik asboblarning murakkabligi tufayli, bu usul hozir juda kam qo'llaniladi. Ko'pincha elektron nurlarining asosiy nurlanishi sifatida foydalanishga asoslangan rentgen mikroanaliz usuli qo'llaniladi. Ushbu usulning yana bir nomi elektron zond usuli hisoblanadi (elektron zondli mikroanaliz).

Elektron zondli tekshirish uslubining jo'lashis darajasi obyektga tushadigan elektron nurning parametrlariga bog'liq. Obyektni boshqa hodisa ro'y beradi. Bu bardimon qilishda elektron numi ta'sirida bir necha elektronlarni, xarakterli hodisalarning tahlili ikkilamchi va aks ettirilgan elektronlarni, xarakterli hamda tormozlangan nurlanish, elektronlarni yutishi, OJE- elektronlar, ultrabinafsha, ko'rinadigan va infra qizil nurlar nishni qayd etishdan kelib chiqadi. Belgilangan signallarning manbalarini o'rganish layotgan obyektning ayrim sohalari. Bu maydonlarning o'lchami elektron nurlari energiyasiga bog'liq. Nurlanish va tahlil qilingan kimyoviy elementning atom soniga bog'liq. Nurlanish hududning o'lchami rentgen mikroanalizatorini ishlatish imkoniyatini aniqlaydi.

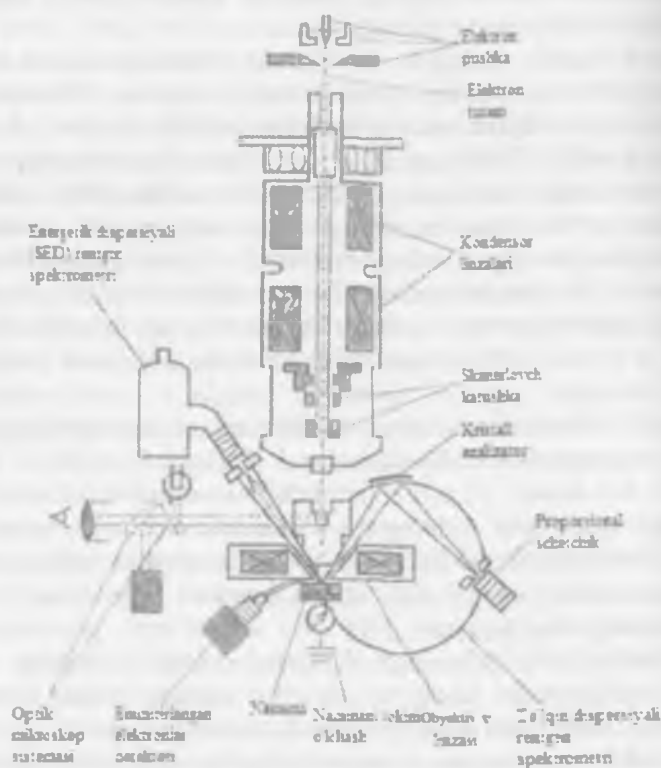
Rentgen mikroanaliz usulini qo'llashda emissiya rentgen spektrlarini ro'yxatdan o'tkazish va tahlil qilish kerak. Rentgen li emissiya liniyalari «xarakterli» deb ataladi, chunki chiziq to'liq uzunligi atomlar bu liniyani chiqaradigan kimyoviy elementni xarakterlaydi. Atomning ichki elektronlari emissiyaga olib keladigan o'tish jarayonida ishtirok etganligi uchun rentgen chizig'ining to'liq uzunligi deyarli obyektning fizik yoki kimyoviy holatiga bog'liq emas [2-3].

Atomlarning ichki energetik darajalari orasidagi elektron o'tishda rentgen nurlari liniyalari paydo bo'ladi. Har qanday bunday o'tish, agar ichki bo'shliq ichki yoki boshqa darajada yaratilgan bo'lsa, ya'ni ichki qobiqning elektronlaridan biri atomdan tashqariga chiqarilsa sodir bo'ladi. Atomlarning ichki elektron qobig'i elektronlari va rentgen nurlari bilan ushbu tirqishning «kritik energiyani uyg'onish» Es yuqori energiya bilan ionlashtirilishi mumkin. Es qiymati, elektronning ichki darajasidan atomning birinchi bo'shatilgan darajasiga qadar ko'tarilishi uchun sarflanadigan energiyaga tengdir. Anlarda spektr kristalli spektrometrlar yoki energiyadispers detektorlari tomonidan qayd etiladi.

Rentgen mikroanalizatorining diagrammasi 7.1-rasmda keltirilgan. Diagramma (elektromagnit pushka, qurilmaning asosiy qismlari elektron-optik sxema (fokuslovchi), rentgen elektromagnit linzalar, elektron numi namunasini tanlash uchun).

spektrometrlari, yorug'lik mikroskopi (masalar) agi va ifram katodli elektron Elektronlarning manbai bo'lib, V-tipida emissiya olish uchun katod pushka xizmat qiladi. Intensiv termoelektron adi. Katodga manfiy (10...30 elektr toki bilan 2700 K haroratgacha qizdirila

kEv) potensial uzatiladi. Tezlashtirilgan maydonda elektronlar yerga ulangan anod plastina orasidagi teshikdan o'tadi. Elektromagnit linzalardan foydalangan holda, elektron nurlari o'rganilayotgan namunadagi sirt ustida tor zondga fokuslanadi. Elektronlar qizdirish



7.1-rasm. Rentgen mikroanalizator sxemasi.

cho'lg'amidan to namunagacha bo'lgan masofani elektronlar tarqalib ketmasligi va volfram simni oksidlanmasligi uchun yuqori vakuumda bosib o'tadi.

Elektron manbaining samarali diametri ~ 100 mikrondir. Elektron-optik tizim namuna sirtidagi manba tasvirini qisqartiradi, bir necha yuz marta kamaytiradi, odatda ikkita linza tizimi yordamida olinadi.

Zondni skanerlash tizimi namunaga muvofiq, trubka ekranda elementning taqsimlanishini tasvirlaydi. Elektron zondni og'dirish arrasimon tebranishlar generatoridan energiya oluvchi elektromagnit katushkalar yordamida amalga oshiriladi.

Mikrotahlil usulining sezgirliги asosan xarakterli rentgen-nurlarini yozish tizimiga bog'liq. Zamonaviy asbob-uskunalar ikkita asosiy rentgen spektrometrlari bilan jihozlangan. To'liqlarni dispersiyalash spektrometri (TDS) o'rganilayotgan obyekt tomonidan ishlab chiqarilgan xarakterli rentgen nurlanishining to'liq uzunligini o'lchashga asoslangan. Energiya dispersiya spektrometri (EDS) rentgen energiyasini nazorat qiladi. Bu spektrometrlarning individual xususiyatlari har xil (7.1-jadval) [15].

Mikrorentgenanalizatorlarda bir-birini to'ldiruvchi ikki analizatorlar ham qo'llaniladi. Mikrotahlil kimyoviy elementlarning turli darajalari aniqlanishi bilan amalga oshirilishi mumkin. Ba'zi hollarda sifat tahlil yetarli bo'lib, qanday element mavjudligi yoki yo'qligi faktini aniqlash kifoyadir. Kristalli-analizator barcha diapazonlarida harakat qilib burchaklarining aks etishini xarakterli rentgen nurlanishini spektrga yoyadi. To'liq uzunligini intensivlik piklarini bilgan holda, olingan spektrogramlarda obyektning elementlar tarkibi aniqlanadi.

Yuqori sifatli mikrotahlil shuningdek, singigan elektronlardagi obyektning yuzasini yoki elementning xarakterli rentgen nurlanishini o'rganish orqali amalga oshirilishi mumkin. Bu odatda energetik dispersiya spektrometrlari yordamida amalga oshiriladi.

Tasvir rentgen nurlari yordamida olayotganda kristall-analizator va hisoblagich avvaldan tahlil qilinadigan kimyoviy elementning xarakterli nurlanishining aks etish burchagiga oldindan moslanadi. Katod nurlari trubkadagi elektron nurining yorqinligi tekshirilayotgan sirt tarkibidagi elementning taqsimlanishiga bog'liqdir. Shunday qilib, tanlov ekranda tahlil qilinayotgan elementning nurida obyektning tasviri olinadi.

Obyektdagi elementning tarkibi natijada olingan tasvirdagi yorug'likning yorqinligi bilan baholanishi mumkin. Elementning yuqori tarkibi bo'lgan namunalar tasvirining yuqori yorqinligiga mos keladi. Aks etish burchagini o'zgartirib, tadqiqotchini qiziqtirayotgan yana bir elementning xarakterli nurlarda sirtni tasvirni olish mumkin.

Uslubda ishlatiladigan spektrometrlarning solishtirma xususiyatlari mikrotahlili

7.1-jadval

Xarakteristikasi	Energiya dispersiyasi spektrometrlari (TDS)	To'liq dispersiyasi spektrometrlari (TDS)
Imkoniyati, eV	150	10
Qattiq burchak, sr	-0.01	-0.001
Detektor samaradorligi, %	~ 100 (3...15 ko'p uchun)	30
Yengil elementlarni aniqlash imkoniyati	Z=10 na ko'proq	Z=4 na ko'proq

Aniqlik, %	1...5	1...5
Shovqinning shovqin darajasi	20... 100	200...2000
Olingan ma'lumotlar	Bir vaqtda barcha elementlar bo'yicha	Davom etishi
Tahlil davomiyligi	Minutlar	Minutdan soatgacha
Konstruktiv bajarilganligi	Oddiy	Murakkab

Ushbu tahlil usuli siz kimyoviy elementlarning yuzaga taqsimlanish xususiyatlarini namoyish etishi, kerakli faza qaysi fazalarni topishini aniqlash, ularning konsentratsiyasining joylarini aniqlash uchun imkon beradi. Ba'zi hollarda zondni namunadagi yo'nalishlardan birida harakatlantirish foydali bo'ladi. Yetarli darajada sekin skanerlash bilan siz trubka ekranda tanlangan yo'nalishda elementning tarqatish egri chizig'ini olishingiz mumkin.

Zamonaviy qurilmalar kompyuter bilan jihozlangan va mikroanalizni yetarlicha aniqlik bilan amalga oshirilishi mumkin. Tahlil qilinayotgan obyektidagi kimyoviy elementning konsentratsiyasi rentgen spektrining mos keladigan chizig'i intensivligi bilan aniqlanadi. Rentgenospektral chizig'ining intensivligi va elementning konsentratsiyasi murakkab tarzda nisbati namunaning tarkibiga bog'liq [2-3]. Shu sababli, elektron-zondli mikroanalizda namuna tarkibiga qarab tuzatishlar kiritiladi. Ushbu tuzatishlar yordamida, namunadagi chiziqlarning intensivligi nisbatlari va tahlil qilingan elementlarning konsentratsiyasida mos yozuvlar qayta hisoblab chiqiladi.

Agar C_0 etalondagi elementning konsentratsiyasi ma'lum bo'lsa, unda «to'g'rilanmagan konsentratsiyani» hisoblash mumkin: C :

$$C = C_0 (I / I_0), \quad (7.1)$$

bu yerda, I va I_0 namunadagi va etalondan olingan rentgen chiziqlarining intensivligi. «Matritsa effektlari» F ni tuzatish faktori yordamida hisobga olinadi. Bir namunadagi elementning haqiqiy konsentratsiyasiga tengdir

$$C = C (F/F_0), \quad (7.2)$$

bu yerda, F_0 – etalon uchun tuzatish kattaligini belgilaydi.

Tuzatish omillari quyidagi jarayonlarni hisobga oladi:

– namunadan chiqishda xarakterli nurlanishning yutilishi;

– xarakterli chiziqlarning intensivligi, ularning spektrining boshqa satri bilan, shuningdek uzluksiz spektrlarning fluoressentik qo'zg'alishi tufayli;

– birlamchi nurlanish elektronlarining bir qismini teskari tarqalishi natijasida intensivlikni yo'qolishi;

– nishondagi elektronlarning sekinlashishi natijasida rentgen qo'zg'alish samaradorligi o'zgarishi («to'xtash kuchi» atom raqamiga bog'liq).

Barcha samaralar quyidagi omillar yordamida hisobga olinishi mumkin: F_a (absorbsiya), F_f (fluoressensiya), F_b (teskari so'rilish) va F_s (modda to'xtatish xususiyati). Jami tuzatish ushbu omillarning mahsulotiga tengdir:

$$F = F_a \cdot F_f \cdot F_b \cdot F_s, \quad (7.3)$$

Rentgenospektral tahlilni amalga oshirishda o'lchovlarning aniqligi juda katta darajada o'rganilayotgan obyektlarni sirt tayyorlash sifatiga bog'liq. Timashlar va qirilgan chiziqlar tahlil qilinadigan kimyoviy elementlarning konsentratsiyasida xatolarga olib keladi. Shuning uchun, tekshiriladigan obyektlarda tekis yuzalarni olish uchun jilvirlanadi va silliqashtiriladi. Ishlov berish jarayonida o'rganilgan narsalarning bir qismi bo'lgan kimyoviy elementlarni o'z ichiga olgan abraziv moddalarni ishlatish mumkin emas. Obyektni kimyoviy travleniya qilish sirt qatlamining tarkibiy o'zgarishlariga olib kelishi mumkin.

Shuning uchun odatda o'rganilgan shliflarning sirtini travleniya qilishga yo'l qo'yilmaydi. Ayniqsa mikroanalizga g'ovak namunalarini tayyorlash qiyinchiliklarni keltirib chiqaradi, chunki abraziv zarralar teshiklarni to'ldiradi va shu bilan o'lchash xatoligini keltirib chiqaradi. Ushbu tadqiqot usulini bajarishda, ifloslantiruvchi materiallarni teshiklardan olib tashlash muhim vazifa hisoblanadi. Tadqiqot obyektlari uchun zarur bo'lgan muhim talab issiqlik va elektr o'tkazuvchanligini yetarli darajada ta'minlashdir.

Nazorat savollari:

1. Rentgenspektral mikroanaliz usullari qanday?
2. Elektron zond mikroanalizatorlari qachon yaratildi?
3. Materiallarning rentgenospektral tahlillari nimaga asoslangan?
4. Elektronlarning manbai bo'lib qanday pushka xizmat qiladi?
5. Rentgen mikroanalizatori qanday tuzilgan?
6. Elektron manbaining samarali diametri qancha?
7. Kristall-analizator nima uchun ishlatiladi?
8. Rentgenospektral tahlilni amalga oshirishda o'lchovlarning aniqligi qanday?

8-BOB. ATOM SPEKTRAL TAHLIL QILISH

8.1. Kirish

Ma'lumki, ko'plab gidroksidlar va shu kabi metallar tuzlarining gazgorelaksi alangasiga kiritishi bilan turli xil ranglarning yorqin nurlari kuzatiladi. Bundan 100 yil ilgari fizik Kirxgof va kimyogar Bunzen turli metallar berilgan spektrlarni o'rganish uchun spektroskopni qo'llashgan. Ular bir xil metallning har qanday tuzini alangasiga shu metallni kiritish har doim bir xil spektrning paydo bo'lishini aniqladilar. Bir vaqtning o'zida spektrda bir nechta metall tuzlarining alanga aralashmasiga kiritilganda ularning barcha chiziqlari paydo bo'ladi. Shunday qilib, bir modda kimyoviy tarkibini aniqlashni yangi usul – spektral tahlil aniqlandi.

Kirxgof va Bunzen, har bir metall spektrining qat'iy ravishda o'zgarmasligini aniqladi. Shuning uchun, ayrim namunalardagi spektrlarning qizil va ko'k hududlarida yangi begona chiziqlarni topgach, ular noma'lum metallarning aralashmalarining mavjudligi bilan ularning tashqi ko'rinishini tushuntirdilar. Darhaqiqat, ikkita yangi gidroksidli metallarni ajratish mumkin bo'ldi. Shunday qilib, rubidiy va seziiy spektral tahlil yordamida aniqlangan.

Ulardan keyin boshqa tadqiqotchilar spektroskopik usul bilan yana to'rtta yangi elementni topdilar: talliy, indiy, galliy va geliy. Quyosh spektrini o'rganishda geliy birinchi marta kashf etildi. Jami 24 ta yangi elementni ochishda bu usul ishlatilgan.

Hozirgi kunda faqat metallarni emas, balki muayyan sharoitlarda har bir elementning doimiy spektrli yorug'lik chiqarishi aniqlangan. Nurlanishning manbai neytral yoki ionlangan atomlardir. Xuddi shu elementning turli birikmalari bir xil spektrni beradi. Turli elementlarning spektridagi individual chiziqlar tasodifiy ravishda mos kelishi mumkin, lekin umuman, har bir elementning spektri uning doimiy va qat'iy individual xususiyatidir. Bu moddalarning kimyoviy tahlili uchun spektrlardan foydalanishga imkon beradi.

Spektral analizda atomlar yoki molekulalarning emissiya va yutish spektrlarini o'rganish asosida moddaning kimyoviy tarkibini tahlil qilishning fizikaviy usuli tushuniladi. Bu spektr atomlar va molekulalarning elektron qobig'ining xususiyatlari, molekulalarning atom yadrolarining tebranishini va molekulalarning aylanishini, shuningdek, atom yadrolarining massa va strukturasi energiya darajalariga nisbatan ta'siri bilan belgilanadi. Bundan tashqari, ular atomlar va molekulalarning atrof-muhit bilan o'zaro ta'siriga bog'liq. Shunga ko'ra, spektral analizda rentgen nurlaridan radio to'lqinlariga keng to'lqin uzunliklar qo'llaniladi.

Atomik spektr analizi uslubiga bag'ishlangan birinchi ishlar XIX asr o'rtalarida paydo bo'lishiga qaramasdan, bu usul uzoq vaqt davomida tahlil qilingan materiallarda kimyoviy elementlarning sonini aniqlash uchun yaroqsiz deb topildi. 1925-yildan beri V.Germax ishlari asosida miqdoriy spektral tahlillar amalga oshirildi. Rossiyada spektral tahlil usuli 1929-yilda Moskvada Butunittifoq mineral xomashyo institutida A. K. Rusakov tomonidan amalga oshirildi. Birinchi mahalliy stiloskopl va stilometrlar Moskva davlat universitetida ishlab chiqarilgan.

8.2. Nurning tabiati haqida. Nurning xususiyatlari

Nurning elektromagnit to'lqin tabiatiga ega ekanligi ma'lum. Nurning xarakterli xususiyati atomlar va molekulalarning elektromagnit to'lqinlarning alohida guruhlarda chiqarilishidir. To'lqinlarning har bir guruhi bir-biriga tarqaladi va zarrachalarga xos xususiyatlarga ega. Mikroorganizmning boshqa zarralari bilan taqqoslaganda, u foton deyiladi. Nur turli xil moddalar bilan ta'sirlanganda, foton, albatta, zarracha kabi harakat qiladi. Misol uchun, fotonning bir qismini so'rib olish aniqlanmadi. Fotonni tashkil etuvchi to'lqinlarning butun guruhi doimo butunlay so'rilib, butun energiyasini ta'minlaydi. Foton energiyasi barcha to'lqin guruhidagi elektromagnit maydonning umumiy energiyasidir. U faqatgina tebranish chastotasiga (ν) bog'liq:

$$E = h\nu, \quad (8.1)$$

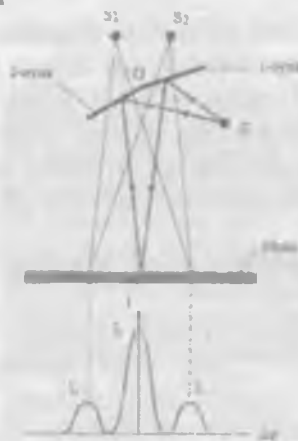
bu yerda, $h = 6.62 \cdot 10^{-34}$ Дж·с - Plank doimiysi.

Turli fotonlar tashkil qiluvchi to'lqinlar guruhlari deyarli bir-biriga ta'sir qilmaydi, shuning uchun har bir fotonning harakati boshqalardan mustaqil ravishda hisoblanishi mumkin.

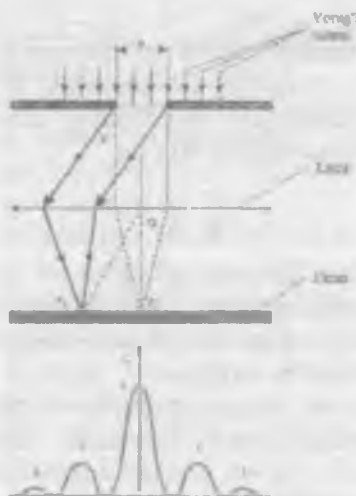
Shunday qilib, nurni o'rganayotganda, ikkala to'lqin va zarracha tushunchalari bir vaqtning o'zida ishlatiladi. Yorug'likning tarqalishi to'lqin nazariyasi asosida ko'rib chiqilishi kerak, chunki har bir foton to'lqinlar guruhidir. Fotonning bir butun sifatida harakatlanishi to'lqinlarning tarqalishi bilan to'liq aniqlanadi. Bir modda tomonidan nurning yemirilishi yoki emissiya qilinishini o'rgansak, aksincha, foton energiyasi asosiy rolni o'ynaydi va yorug'lik tushunchasini zarrachalar oqimi sifatida ishlatish yaxshiroqdir.

Nurni ikki muhit chegarasiga tushishida yorug'likni sinishi va aks ettirish hodisalari ro'y beradi. Qaytish oddiy qonunga amal qiladi: tushish burchagi aks ettirish burchagiga tengdir. Tushuvchi va aks etgan nurlar bir

xil tekislikda yotadi. Singan nurlar ham tushgan nurlar bilan bir tekislikda yotadi. Tushish va sinish



8.1-rasm. Nur aralashuvi: S_1, S_2 – nur manbalari; I – intensivlik.



8.2-rasm. Yorug'likning tor tirqishdan o'tishi bilan farqlanadi:
 b – yaroqli kengligi; I – intensivlik.

burchaklaridagi sinuslarning nisbati bu ikki muhit uchun doimiy qiymatga ega va sinishi ko'rsatgichi " n " deb ataladi.

$$n = \frac{\sin i}{\sin r} \quad (8.2)$$

bunda, i – tushish burchagi, r – sinish burchagi.

Yorug'likning muhim xususiyati uning dispersligidir – muhitdagi yorug'lik fazasining tezligi t yoki to'liq uzunlig λ_0 ga bog'liqligi.

Xuddi shu manbadan chiqqan ikki nur fazoda bir nuqtada uchrashsa, u holda yorug'lik interferensiyasi sodir bo'ladi, bu o'zaro nurlarni kuchaytirilishi yoki susayishi bilan ifodalanadi (8.1-rasm). Nurni katta bo'lmagan teshiklardan o'tib ketganda uning difraksiyasi kuzatiladi, ya'ni bir xil muhitda asl yo'nalishdanurning chetlanishi kuzatiladi (8.2-rasm).

8.3. Atom tarkibi. Atom emissiyasining spektrlari

Atom yadrosi musbat zaryadlangan, uning asosiy massasi zich joylashgan va elektronlar yadro atrofida aylanadi. Umuman olganda, atom neytral, yadroning zaryadlanishi va barcha elektronlarning umumiy zaryadlari tengdir. Elektronlarning soni turli elementlarning atomlari uchun farq qiladi. D.I. Mendeleyev davriy sistemadagi elementning tartib nomeri yadro zaryadini qandayligi va qancha elektron mavjudligini ko'rsatadi.

Atom yadrosi ichki energiyasi juda yuqori. Yadroni qo'zg'algan holatga o'tishi uchun, hatto eng yaqin darajaga o'tish uchun o'nlab, yuz minglab va millionlab elektronvolt kerak bo'ladi. Zarrachalar kinetik energiyasi bir necha o'nlab elektronvoltidan iborat yorug'lik manbalarida, atomlarning yadrosi har doim normal holatda qoladi. Shuning uchun yadrolarning tuzilishi va ularning energiya darajalari e'tiborga olinmaydi. Tashqi elektronlarning yadroga bog'lanish energiyasi birlik yoki o'nlab elektronvolt hisoblanadi.

Optik zonadagi chiziqli spektrlarning paydo bo'lishiga olib keladigan energiya sathlari tizimi butunlay atomning elektronlar harakatiga bog'liq. Atomdagi har bir elektron aniq bir holatga ega, n , l , m , s kvant raqamlari bilan xarakterlanadi. Asosiy kvant raqami n elektronga tegishli bo'lgan qobiqning sonini belgilaydi. n -sonli har bir qobig' uchun turli orbital kvant raqamlari bo'lgan bir necha elektronlar mumkin: $l = 0, 1, 2, 3, \dots, n-1$ (bu raqamlar qiymatlari ramziy ma'noda $s, p, d, f, \dots$). Magnit kvant miqdori m magnit maydon yo'nalishi bo'yicha orbitali momentlarning proyeksiyalarining aniq qiymatlari bilan ajratilgan elektron holatini belgilaydi: $m = \pm 1, \pm(l-1) \dots 0$. l ning har bir qiymati $2l + 1$ qiymatlari m uchun va shuning uchun elektronning turli holatlari mumkin. Bundan tashqari, har bir elektron elektronning $1/2(S = +1/2$ yoki $S = -1/2)$ ga teng bo'lgan spin-kvant soni bilan xarakterlanadi. Pauli prinsipiga ko'ra, atomning ikki yoki undan ortiq elektroni bo'lishi mumkin emas, ularning barcha kvant soni bir xil.

Bir elementning barcha atomlari ichki energiya qiymatining bir xil qiymatiga ega. Haqiqatan ham, har bir atomning bir darajadan boshqasiga o'tishi vaqtida faqat bitta foton chiqadi va har bir spektr chizig'i bir xil elementning turli atomlari tomonidan tarqalgan bir xil fotonlarning katta soni bilan hosil bo'ladi.

Ma'lum bir ichki energiyaga ega atomning holati odatda oddiy energiya darajasi deb ataladi. Har qanday spektral chiziq (bir xil energiyaga ega fotonlar) atomlar bir energiya holatidan ikkinchisiga o'tishganda paydo bo'ladi.

Atomlarning spektridagi har bir spektral chiziq to'lqin uzunligi X va intensivlik, aniqrog'i, nurlanish ehtimoli bilan tavsiflanadi. Spektral chiziqlardagi to'lqin uzunliklari va nurlanish ehtimoli atom sistemasi xususiyatlar bilan aniqlanadi. Atom energiyasini o'rganish Bor chastotasi qoidasi bilan aniqlanadi:

$$h\nu = h \frac{c}{\lambda} = E_2 - E_1 \quad (8.3)$$

bunda, E_1 va E_2 – atom sistemasi energiya qiymati ($E_1 < E_2$), h – Plank doimiysi,

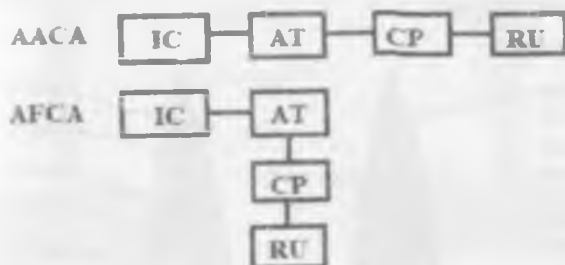
λ – to'lqin uzunligi va ν – nurlanish chastotasi.

Agar atomning har bir energiya darajasining qiymati ma'lum bo'lsa, unda bu elementning atom spektridagi har qanday chiziqlarni topish oson. O'tgan asrda ko'plab elementlar uchun [termov] raqamlari to'plami topildi. To'plamdagi har qanday ikki raqamning farqi ushbu elementning spektridagi chiziqlardan birining chastotasiga mos keladi. Shubhasiz, bu raqamlar atom energiyasi darajasi hisoblanadi.

8.4. Atom spektral tahlillarni o'tkazuvchi asboblardan uchun nurlanish manbalari

Atomik spektral tahlilni amalga oshirayotganda, tahlil qilingan elementlarning atomlari tomonidan emissiya, absorbsiya yoki optik nurlanishning floresens jarayonlari nazorat qilinishi mumkin. Shunga muvofiq atomik emissiya (AECA), atomik absorbsiyon (AACa) va atomik floresens (AFCA) spektral tahlillari ajratib ko'rsatilgan. AESA usuli juda elementli tahlil hisoblanadi. AACa va AFCA o'rganilgan materiallarni tahlil qilishning yagona elementli usullari. Ushbu turdagi atomik spektral analiz uchun ishlatiladigan qurilmalarning blok diagrammasi 8.3-rasmda.

Spektral qurilmalarning asosiy elementlaridan biri nur manbai. Spektral analiz usuliga qarab, yorug'lik manbalarini belgilash boshqacha. Atom emissiyasi spektr analizini amalga oshirishda yorug'lik manbalari namuna bug'lanish funksiyasini bajaradi. atomizatsiya va namunaviy elementlarning atom spektrini qo'zg'atadi.



8.3-rasm. Atomik emissiya (AFCA), atomik assimilatsiya (AACA) va atomik floresans (AFCA) spektral tahlillari uchun ishlatiladigan spektral qurilmalarning blok diagrammasi: IC nur manbai, CP spektral qurilma, RU yozuv qurilmasi, AT atomizator.

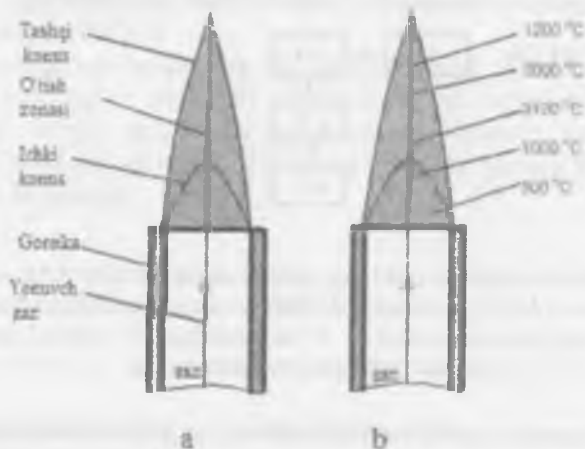
Atom-absorbsion tahlil qilish usulida yorug'lik manbai aniqlanadigan elementning spektr chizig'ining mos tayanch nurlanishni hosil qiladi. Namunani atomizatsiyalash va parlantirish atomizatorida sodir bo'ladi. Yorug'lik manbasida hosil bo'lgan elementning tayanch nurlanishi atomizatorida olingan namuna atomlariga o'xshash atomlar tomonidan so'riladi [10].

AACA usulini qo'llash orqali nazorat qilinadigan qiymat atomizator ichidagi yorug'likning absorbsiyasi sababli tayanch nurlanish I_0 ning intensivligi kamayadi. Analitik liniyaga qo'shimcha ravishda, AACA usulida ishlatiladigan lampalar ham aniqlanadigan element tomonidan so'rilmaydigan boshqa spektral chiziqlar chiqaradi. Analitik chiziqni ushbu usulda ajratish uchun monoxromator qo'llaniladi va u bitta chiqish teshigiga ega.

Atom – fluorescent tahlil qilganda, yorug'lik manbai muayyan namunadagi elementlarning atomlarining fluorescent selektiv qo'zg'atishini ta'minlaydi. Namunaning bug'lanishi va atomizatsiyasi atomizatorida amalga oshiriladi (8.3-rasm).

Har xil spektral analizlarni amalga oshirishda analitik alanga, yoyli razryad, uchqun Shu'la plazmatronlar, lazerdan yorug'lik manbalari sifatida foydalanish mumkin. Tahlilning turli usullarida qo'llanilishining ayrim xususiyatlari quyida muhokama qilinadi.

Analitik alanga yondirgichda yonadigan gazda yoki havoda yonuvchi suyuqlikning bug'i yonishi natijasida hosil bo'ladi. Analitik alanganing strukturasi 8.4-a rasmda ko'rsatilgan. Silindrl yondirgichdan foydalanilganda, olingan alanga konusning shakliga ega. Buning sababi shundaki, trubani chiqib ketadigan gaz tezligi yaqin devor zonasida minimal va o'qda maksimal darajada bo'lishi. Alangada ichki konus, oraliq zona va tashqi konus paydo bo'ladi.

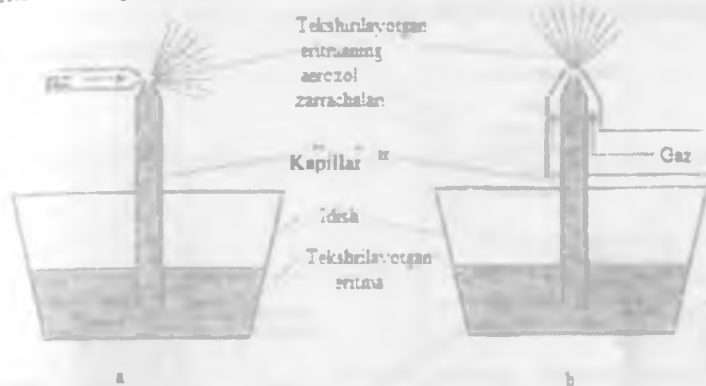


8.4-rasm. Analitik alanga (a) strukturasi va atsetilen-kislorod alangasining o'qi bo'yicha temperaturani taqsimlash (b).

Analitik alanganing asosiy parametrlari harorat bo'lib, uning xususiyatlarini qo'zg'aluvchi spektrli element chiziqlari nuqtayi nazaridan belgilaydi. Atsetilen-kislorod alangasini o'qi atrofidagi haroratni taqsimlanishi 8.4-b rasmda ko'rsatilgan. Maksimal harorat (3100° C) oraliq zonada yetib boradi. Ushbu alanga zonasi tahlil qilingan elementlarning spektr chiziqlarini qo'zg'atish uchun eng samarali hisoblanadi. Alangada erishilgan haroratlar gidroksidi metallarning, seziy uchun 1,38 eV va natriy uchun 2,1 eV, magniy uchun (4,34 eV) bariyga (2, 24 eV) rezonans spektral chiziqlarini qo'zg'alish energiya bilan uyg'otishga imkon beradi.

Alangani ishlab chiqarishni ta'minlaydigan yondirgichlar odatda eritmalarining spektral tahlilini o'tkazish uchun ishlatiladi qizdirish zonasiga qorishmalarni yetkazib berish uchun turli xil purkash tizimlari qo'llaniladi. 8.5-rasmda tahlil qilinadigan qorishmalarni pnevmatik purkovchi burchakli va konsentrik turlari taqdim etilgan. Kapillarning

yuqori qismidagi gaz oqimi bilan tahlil qilinayotgan eritma idishga tushirilganda, u kapillar bo'ylab ko'tariladi va kichik aerosol zarralarini hosil qilish bilan purkaladi.



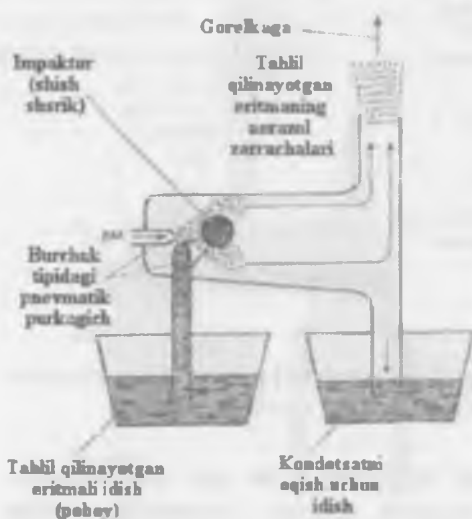
8.5-rasm. Eritmalarni burchakli (a) va konsentrik (b) pnevmatik purkagich turlari.

Yondirgich alangasiga aerosol zarralari bilan gaz aralashmasini yetkazib berish har xil turdagi purkash xonalari yordamida amalga oshiriladi. Purkaladigan materialning sifatini yaxshilashda muhim omil bu aralashmaning zarrachalar hajmini kamaytirishdir. Zarrachalar hajmining kichraytirilishi shunchalik samaraliroq bo'ladiki, tahlil qilingan materialning yondirgich alangasida atomizatsiyasi va spektral chiziqlar intensivligi ancha yuqori bo'ladi. 8.6-rasmda pnevmatik burchakli purkagich bilan jihozlangan "atomayzer" purkagich kamerasi taqdim etilgan. Aerosol zarrachalarining hajmini kamaytirish uchun purkagich xonasiga qo'shimcha element – sharik ko'rinishidagi impaktor kiritilgan. Purkagich kamerasida hosil qilingan kondensat trubka bo'ylab maxsus idishga oqib o'tadi. Aerosol zarralarini yanada samarali darajada kamaytirish uchun ultratovushli purkash kameralar qo'llaniladi. (8.7-rasm). Spektral qurilmalarda yorug'lik manbai sifatida ishlatiladigan analitik alanganing o'ziga xos xususiyati past fon nurlanish darajasi [10].

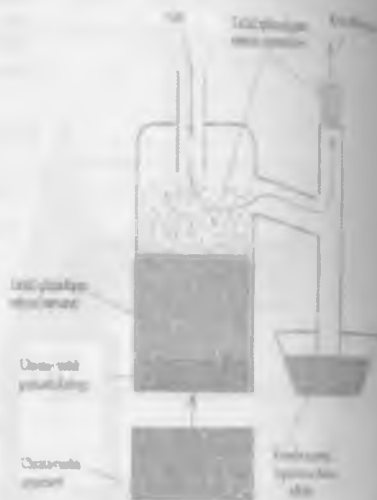
Spektral analiz asboblari ishlatiladigan yorug'lik manbalarining yana bir turi yoy razryadi hisoblanadi. Analitik qurilmalarda $\sim 5 \dots 50 \text{ A/sm}^2$ oralig'idagi tok zichligi bilan 15 dan 70 V gacha kuchlanish tushiriladi [10].

Spektral analizni amalga oshirishda odatda uglerod elektrodlari bilan doimiy tok ishlatiladi, bu esa inert gazlar va galogenlardan tashqari deyarli barcha elementlarning emissiya spektrlarini qo'zg'atishga imkon beradi. Uning elektr sxemasi 8.8-rasmda ko'rsatilgan. Sxemaning asosiy

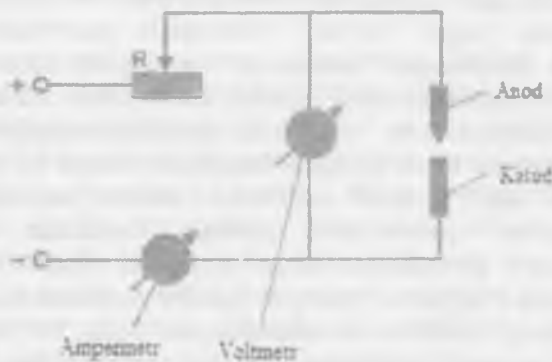
elementlari - o'zgaruvchan qarshilik R , voltmeter V , ampermetr A . Yoyni ta'minlash doimiy tok manbasidan amalga oshiriladi. O'zgaruvchi qarshilik R yoy razryadidan o'tuvchi tok kuchini rostdash va barqarorlashtirish uchun xizmat qiladi.



8.6-rasm. Purkagichli kamerada burchakli pnevmatik purkagichni tahlil qilinayotgan eritma bilan



8.7-rasm. Purkagichli kamerada ultratsionli purkagichni tahlil qilinayotgan eritma bilan



8.8-rasm. Doimiy tok yoynining elektr sxemasi.

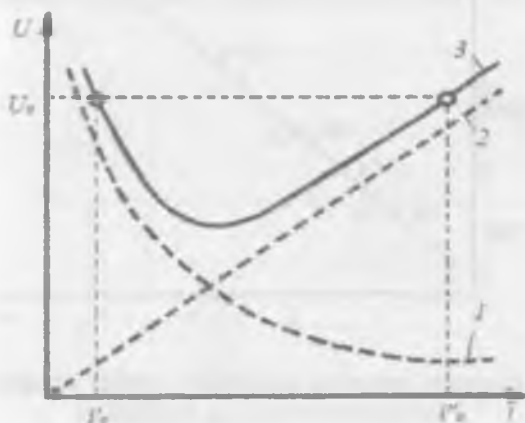
Doimiy tokli ballast qarshilikli R yoyning volt-amperli xarakteristikasi 8.9-rasmda keltirilgan. Bu xarakteristika (yaxlit chiziq) yoyli razryadning volt-amper xarakteristikalar va qarshiliklar R yig'indisi bo'lib, tasvirda punktir chiziqdir.

U_0 kuchlanishida yoy razryadi tok oqimlari i'_0 va i''_0 ga to'g'ri keladigan ikki rejimdan birida yonadi. U_0 , i'_0 rejim barqaror hisoblanmaydi. Ish tartibi U_0 , i''_0 parametrlariga mos keladi.

Yoy razryadi i ballast qarshilik R ning tok kuchi quyidagi tenglik ifodasi bilan aniqlanadi:

$$i = \frac{U_0}{R + r_d} \quad (8.4)$$

bu yerda, U_0 – berilgan kuchlanishning qiymati, r_d – yoy qarshiligi.



8.9-rasm. Yoy razryadi (1). ballast qarshiligi (2) va yoy razryadini ballast qarshiligi bilan volt-ampere xarakteristikasi.

Yonayotgan yoyning beqarorligi yoy razryadi qarshiligi r_d m o'zgarishi bilan bog'liq, masalan. elektrodni kuyishi va katod dog'i joyini o'zgartirishi. Yoydagi tok kuchini o'zgarishi quyidagi bog'lanish bilan ifodalanadi:

$$\Delta i = \frac{U_0}{(R + r_d)^2} |\Delta r_d| \quad (8.5)$$

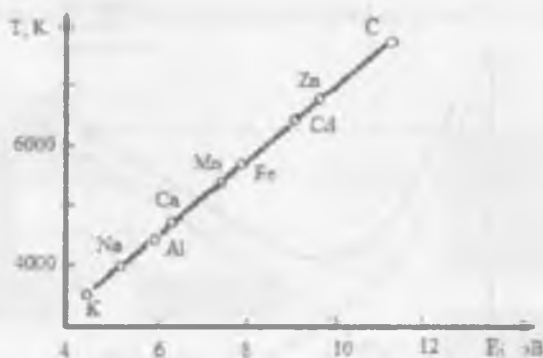
bu yerda, Δr_d – yoyning qarshiligini o'zgarishidir.

Δr_d yoyning qarshiligidagi o'zgarishning bir xil kattaligida tok qiymatining beqarorlik Δi kattaligi kichik bo'ladi, agar ballastlik qarshilik R ning qiymati shunchalik katta bo'lsa. Shu bilan birga, ballast qarshiligi R kattalashuvi ta'minlash kuchlanishini oshirishni talab etadi. Ba'zi hollarda kuchlanish bir necha kilovoltgacha oshiriladi [10].

Atom spektr chiziqlaridagi nurlanish intensivligi, asosan, yoy plazmasi harorati elektrodlar bo'shlig'ining gaz tarkibini belgilaydigan elementning ionlash potentsiali bilan bog'liq bo'lgan plazmadagi

temperaturga bog'liq (8.10-rasm). Tokning kuchi plazmadagi haroratga sezilarli ta'sir qilmaydi.

Doimiy tok yoyi spektroskopiyada juda keng ishlatiladi. Analitik qurilmalarda uning taqsimlanishini tushuntiruvchi asosiy omillar yuqori plazma harorati va yuqori namuna bug'lanish tezligi hisoblanadi. O'rganilayotgan ko'plab elementlar uchun yoyda aniqlanadigan sezuvchanlik $10^{-3} \dots 10^{-4} \%$ dir[15].



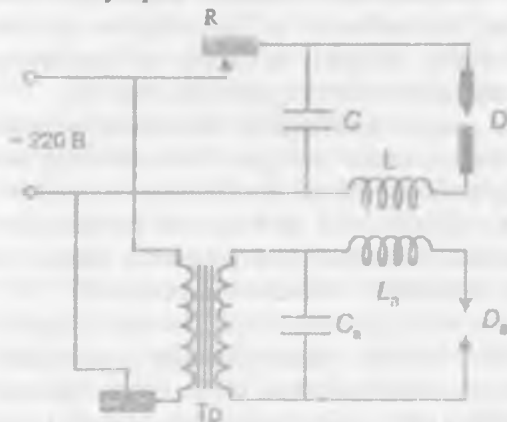
8.10-rasm. Yoy plazmasi haroratini elektrodlar orasida joylashgan elementlarni ionlanish potensialiga bog'liqligi.

Doimiy tok yoyidan foydalanishga asoslangan qurilmalarning kamchiliklari orasida muhim darajada fon darajasiga ega bo'ladi, ya'ni doimiy nurlanish spektri, molekular spektrning mavjudligi, kam yuqori yoy barqarorligi, metalli elektrodning kuchli isitilishi va erishi natijasida past erituvchi eritmalarining miqdorini tahlil qilish uchun uni ishlatishning mumkin emasligi tahlil natijalarining zaif qayta ishlab chiqilishiga olib keladi.

Ruxsat etilgan tokning xarakteristikasi bo'lgan ayrim kamchiliklarni bartaraf etish uchun doimiy tokdan foydalanishga asoslangan spektral asboblarni ruxsat etiladi[15]. Doimiy tok yoyida ishlab chiqilgan harorat doimiy tok yoyida yuz beradigan haroratni oshiradi. Doimiy tok yoyini yonish jarayonining uzilishi elektrod va namuna moddalarini kamroq intensivlikda ta'minlab beradi. Chunki bu molekular chiziqlar orqali doimiy tok yoyining spektrining to'yinmaganligi kuzatiladi.

O'rganilayotgan spektrning tabiatiga ko'ra, o'zgaruvchan tok bilan ta'minlanayotgan yoy uchqunli razryad va doimiy tok orasidagi oraliq holatidadir. Doimiy tok yoyidan foydalanib ishlaydigan asboblarni metallarni, qotishmalarni, o'tkazuvchan bo'lmagan kukunlarni,

aralashmalarni sifatli va miqdoriy tahlil qilish uchun foydalaniladi. 8.11-rasmda o'zgaruvchan tokni aktivlashtirilgan yoy generatorini sxemasi berilgan. Sventitskiy tomonidan taklif etilgan ushbu sxemaning o'ziga xos xususiyati ikki konturdan foydalanishdir. Ularning biri C, L, D elementlaridan tashkil topgan, yoy konturidir. Boshqasi C_a, L_a, D_a - bu aktivatorning yuqori chastotali konturi. O'zaro bu konturlar induktiv birlashtiruvchi $L_a - L$ bilan bog'langan. Elektrodlariga qo'shimcha konturdan (aktivator konturi) har yarim davrning boshida elektrodlararo bo'shliqni ta'minlovchi yuqori chastotali tok beriladi.



8.11-rasm. O'zgaruvchan tokni intensivlashgan yoyi generatori.

Taqdim etilgan elektr sxemaning ishlash prinsipi quyidagicha. Kuchlanish oshganda, kondansator C zaryadlanadi. Tok manbaining kuchlanishi yoy bo'shlig'ini D ni ochish uchun yetarli emas. Bunda kondansator aktivator C_a kuchaytiruvchi transformator Tp orqali zaryadlanadi. Ushbu kondansator qoplamalari razryad bo'shlig'i D ni ochish uchun yetarli bo'lganda, kondansator C_a, C, L_a, A , konturlardan bo'shshacha boshlaydi. Ushbu konturning parametrlari shunday olinganki, C_a kondansator zaryadlana boshlaganda yuqori chastotali tedranishlar hosil bo'ladi. Bu tebranishlar elektrodlar bo'shliq D ni ochishni ta'minlaydi, natijada kondansator S zaryadi bo'shshadi. Yarim davr oxirida, ya'ni kondansator S ni zaryadlanish vaqtida kuchlanish kritik qiymatgacha kamayadi, natijada yoy analitik davrga ko'chadi. Keyingi yarim davrda kuchlanishning qutiblari o'zgaradi va jarayon qaytariladi.

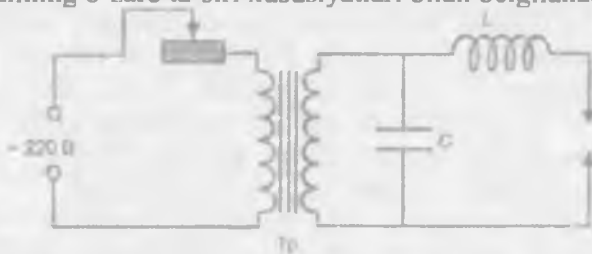
Yordamchi bo'shatish bo'shliqining buzilish jarayonining barqarorligi uchun razryad bo'shlig'ining elektrodleri elektr eroziyasiga chidamli bo'lgan, katta disklar yoki sharlar shaklidagi volframdan tayyorlanadi. Spektral tahlil uchun zamonaviy qurilmalarda yoyni

yondirish uchun elektron sxemalar ishlatiladi, bu esa yoyni yuqori barqarorligini ta'minlaydi.

Monolit po'lat namunalarni, cho'yanlarni va boshqa qotishmali metall namunalarning atom- emisson spektr analiz qilishda uchqunli kondensatsiyalashgan razryad muvaffaqiyatli qo'llanilmoqda [10]. Uchqunli razryadda chiqadigan plazma harorati yoy haroratidan yuqori. O'rganilayotgan materialning maxsus atomlash (elektr uchqun eroziyasi) ham qayd etilgan. Past energiyali uchqun elektr o'tkazuvchan materiallarning mikroanalizi uchun ishlatilishi mumkin. Tahlil qilinayotgan yerug'lik manbasini qo'llashmng bunday xususiyati uchqun yonish paytida elektr uchqun eroziyasi, o'rganilayotgan materiallar yuzasini kichik zonalarda sodir bo'lgani bilan bog'liq.

8.12-rasmda yuqori kuchlanishli kondansatsiyalashgan uchqun generatorining elektr sxemasi berilgan. Generatorning asosiy elementlari ikkilamchi cho'lg'amda 12-15 μB kuchlanishni ta'minlovchi kuchaytirish transformatori T_p , $\sim 0,003 \dots 0,2 \text{ мкФ}$ sig'imli kondensator C , L ($\sim 0,5 \cdot 10^3 \text{ Гн}$) induktiv katushka. Generator ishlayotganda, uchqun chiqishining ikki bosqichi amalga oshiriladi. Birinchi bosqichda $10^8 \dots 10^7 \text{ c}$ davomiyligi bilan elektrodlararo bo'shlig'ining buzilishi sodir bo'ladi va razryad kanali hosil qiladi. Ushbu davrda elektrodلarning materiallari elektrodلararo bo'shliqqa kirmagan, shuning uchun chiqayotgan spektrda faqat spektral chiziqlar va atmosfera gazlarining molekular polosalari mavjud.

Tebranish xarakteriga ega bo'lgan 10^{-4} soniya davom etadigan uchqunli razryadning ikkinchi bosqichida, L , C , F zanjirida $\sim 5 \dots 50$ tebranishli razryad toki paydo bo'ladi. Elektrodلararo bo'shlig'idagi razryad buzilish kanalining yo'nalishi bo'yicha amalga oshiriladi. Ushbu bosqichda elektrodلar cho'g' shaklidagi elektrodلarning moddasi elektrodلararo bo'shlig'ga kiradi. Cho'g' plazmasining harorati 2000..3000 K etadi. Buzilish kanali zonasida bu vaqt harorat 10000 ... 12000 K bo'ladi. Spektral chiziqlarni qo'zg'alish jarayoni cho'g' va buzilish kanalining o'zaro ta'siri xususiyatlari bilan belgilanadi.



8.12-rasm. Yuqori kuchlanishli kondensatorli uchqun generatorining sxemasi.

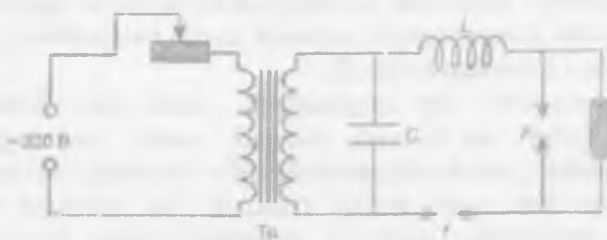
Yuqori kuchlanishli kondensatorli uchqun razryadli analitik qurilmalarda spektr chiziqlaridagi intensivlikning barqarorlashuvi bir necha soniyadan so'ng (o'n soniya) razryadni yoqishdan iborat bo'ladi. Bu dastlabki davrda metall elektrodlar yuzasida sodir bo'lgan jarayonlar, xususan, fazani va kimyoviy tarkibni o'zgartirib, yuzaki eroziya bilan izohlanadi. Spektral chiziqlar emissiyasining kuchlanishini barqarorlashtirish uchun zarur bo'lgan vaqt uchqunlashtirish vaqti deb ataladi [10]. Odatda spektrni ro'yxatga olish spektral chiziqlar nurlanishining barqaror intensivligi davrida amalga oshiriladi.

Spektral analizi sifatini ta'minlash nuqtayi nazaridan uchqun razryadining quvvatini barqarorlashtirish muhim vazifadir. 8.12-rasmda ko'rsatilgan elektr sxemada doimiy quvvat darajasiga ega bo'lmagan «boshqarilmaydigan uchqun» manbai ko'rsatilgan.

Ushbu kamchiliklarni bartaraf etish uchun yuqori voltli uchqunli boshqarishni ta'minlaydigan elektr sxemalari taklif qilingan [15]. 8.13-rasmda Rayskiyning generator sxemasi taqdim etilgan. U qo'shimcha oraliq bo'shlig'i razryadi f ning va yuqori qiymatli qarshilik ($R_w \approx 10^6 \text{ Om}$), F shuntlovchi oraliq razryadi mavjudligi bilan tavsiflanadi.

S kondensatordan U kuchlanish zaryad qaytargich f qo'llaniladi. Muayyan kuchlanishda zaryad qaytargichni elektr buzishi (proboi) sodir bo'ladi. Zaryad qaytargichni buzish kuchlanishi uzoq vaqt davomida o'zgarmay qoladi, chunki uning elektrodleri katta volframli sharlardan yoki disklardan tayyorlanganligi uchun uchqun eroziyasiga chidamli.

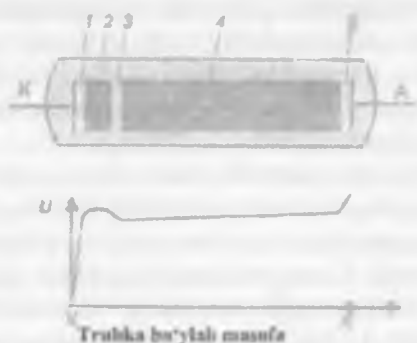
Zaryad qaytargich f bo'zishida kondensator toki C , L , R_m , fzanjir bo'ylab oqadi. Chunki qarshilik R juda katta bo'lgani uchun barcha kuchlanish pasayishi yuz beradi. Natijada, R_m shunga parallel ulangan analitik oraliq F ning buzilishi sodir bo'ladi. Ta'riflangan elektr sxemani qo'llashda analitik bo'shliqning buzilishi vaqti yordamchi uchqun oralig'i f bilan belgilanadi, uning miqdori avval aytib o'tilganidek barqarorlashadi.



8.13-rasm. Boshqariladigan uchqun sxemasi.

Ayrim hollarda spektral asboblardagi yorug'lik manbai sifatida sho'lalanuvchi razryad qo'llaniladi. Ushbu turdagi razryad katod va

naychadagi anod o'rtasida (0.1...10 Topp) gaz to'ldirilgan qiymatida bo'ladi. Potensiallar farqi sho'la razryadini hosil qilish uchun zarur bo'lib, u yuzlab voltga, tok kuchi esa birliklardan yuzlab milliampperlargaacha bo'lishi mumkin. Trubkada yonayotgan katod va anod orasidagi shu'la razryadining asosiy zonalari 8.14-rasmda ko'rsatilgan. Ushbu sxemada katod oldi bo'shliq, manfiy sho'lali porlash, qora Faradey bo'shlig'i, musbat ustun va anod oldi qatlami ajratilgan. Rasmning pastki qismida potensialni gazrazryad trubkada taqsimlanishi ko'rsatilgan.



8.14-rasm. Yorug'lik oqimining asosiy zonalari va U potensialini gaz razryadlash trubkasi bo'ylab taqsimlanishi: K - katod, A - anod, 1 - qorong'i katod oldi muhiti (TPP), 2 - salbiy sho'lanuvchi nurlanish, 3 - qorong'u faradey muhiti, 4 - ijobiy ustun, 5 - anod oldi qatlami.

Katod oldi qorong'i bo'shliq to'g'ridan-to'g'ri katodda joylashgan. Unda atomlarni qo'zg'alishi kuzatilmaydi va shuning uchun nur emissiyasi yo'q. Katod tomonidan chiqariladigan elektronlarning erkin yo'li bilan aniqlangan bu qatlamning qalinligi $\sim 0,1$ mm dir.

So'ngra anod yo'nalishi bo'ylab manfiy sho'lalanish porlashi joylashgan. Qorong'i katod oldi bo'shlig'ida katta tezlik olgan elektronlar manfiy qo'llanish zonasida gazni samarali tarzda ionlashtiradi, atomlarini va molekulalarini harakatga keltiradi.

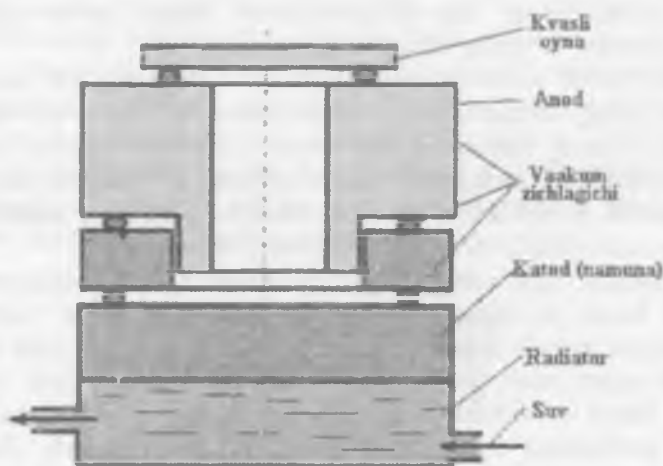
Faraday maydoni deb nomlanuvchi joyda gaz porlashi yo'q. Keyinchalik, ijobiy sho'lalanish razryadi ustuni joylashgan bo'lib, farqlanishi shundaki, mos keladigan elektrodlar orasidagi maydonda uning uzunligi bir metrdan oshib ketishi mumkin. Bu zonaning mavjudligi sho'lalanish razryadining majburiy xususiyati emas. Katod va anod orasidagi masofani kamaytirish musbat ustun uzunligini yo'qolgunga qadar kamaytirishiga sabab bo'ladi. Anodga anod oldi shu'lalanuvchi yuqori konsentratsiyali elektron qatlami birlashadi.

Katod bilan anod orasidagi masofa kamaytirilsa va ijobiy ustun yo'qolsa, porlab turgan zaryad quyuqlashib ketgan bo'sh joy, salbiy porlashi va faradey bo'shlig'ini o'z ichiga oladi.

Spektral tahlil amaliyotida yorug'likli to'g'ridan-to'g'ri oqim bilan ishlaydigan yorug'lik manbalari va yuqori chastotali nurli oqim manbalari qo'llaniladi. Qattiq namunalardagi atom emissiya spektral analizini o'tkazish uchun ikki turdagi nurli oqim manbalari qo'llaniladi. Bu tekis va bo'shliq katodli manbalardir. Ikkala holatda ham spektrni ekspluatatsiya qilish uchun salbiy nurli yorug'lik ishlatiladi [10].

8.15-rasmda Grimmning razryad trubasi sxemasi ko'rsatilgan bo'lib, unda tekis katod yoritilgan. Ushbu sxemada tekis katod funksiyasini tekshirilayotgan metall namuna bajaradi. Haddan tashqari qizib ketishini oldini olish uchun katod suv oqadigan radiator bilan sovutiladi. Yuqorida joylashgan katod va silindrli anod orasidagi masofa 0,1-0,3 mm. Grimm trubkasida nurlanishni kuzatilishda kvars shisha ishlatiladi. Razryadni yoqishdan avval, trubka germetik yopiladi undan havo so'rib olinadi va shundan so'ng unga Argon 0,1...1 Torr bosimida yuboriladi. Katod va anod o'rtasida qo'llaniladigan kuchlanish $\sim 1,5$ kV ni tashkil qiladi, unda tok odatda 100 mAdan oshmaydi.

Ichki katod tekis bilan solishtirganda spektrning yanada kuchli qo'zg'alishini ta'minlaydi. Yassi va ichi bo'sh katoddan foydalanishga asoslangan sho'lalanuvchi razryadi doimiy tokning manbalarining o'ziga xos xususiyati tor spektr chiziqlar hosil bo'lishi. Grimmning sho'lalanuvchi razryadi va to'liq razryadli katod namunani qizdirishsiz sodir bo'ladi.



8.15-rasm. Grimm razryad trubka qurilmasi.

To'liq katodli qurilmalarda, manfiy porlab turgan yorug'lik katod bo'shlig'ini to'ldiradi. Halqa shaklida bo'lgan anod katoddan bir necha santimetr masofada joylashgan. Razryad naychasining oxiriga yopishtirilgan kvarts oynasi nurlanishni kuzatish uchun xizmat qiladi. Amalda ikkita to'liq katodli qurilmalar qo'llaniladi: sovutilgan va sovutilmagan to'liq katodli qurilmalar. Katod suv yoki suyuq azot bilan sovutiladi.

Yassi va ichi bo'sh katodli qurilmalarda sho'lali razryadni yonish jarayoni «materialning katodli puflashi» deb ataladigan hodisa bilan kechadi. Sirtni katodli purkalishi inert gaz ionlari bilan amalga oshiriladi, ular qora rangli katod oldi bo'shlig'i elektr maydonda tezlashadi va katodning sirtini bombardimon qiladi. Natijada, sirt atomlarining ajratilishi va ularning plazma razryadiga kirishi mumkin. Doimiy tok Shu'la razryadi manbalarining bunday xatti-harakati materiallarning qatlamlik atom emission spektral tahlilida qo'llash imkonini beradi. qatlamli hal qilish ~ 0.1 mm ga teng [10].

Shu'la razryadini ta'minlash uchun yuqori chastotali tokni ($10^5 \dots 10^8$ Гц) ham ishlatish mumkin. Yuqori chastotali Shu'la razryadining musbat ustuni gazlar va gaz aralashmalarining atom emission spektral analizida ishlatiladi.

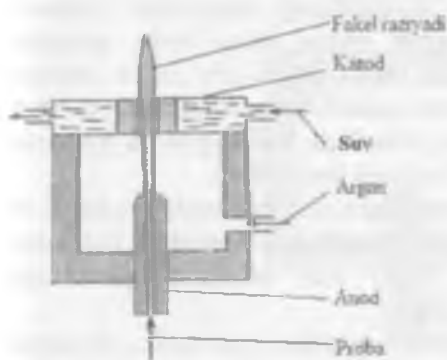
Spektral analizni o'tkazishda plazmatronlar yorug'lik manbalari sifatida ishlatilishi mumkin. Elektr quvvatining turiga qarab yoyli

plazmatronlar yoki doimiy tok plazmatronlari hamda yuqori chastotali plazmatronlar bo'lishi mumkin.

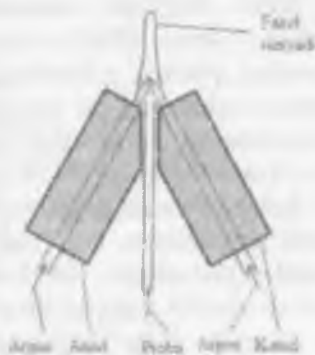
Yoyli plazmatronlar odatda purkagich aerozollari shaklida alangaga yuborilgan suyuq namunalar va eritmalarning spektral tahlilini o'tkazish uchun ishlatiladi. Ushbu turdagi yorug'lik manbalarini qo'llashda tadqiqot natijalarining takrorlana bilishi yoyli razryadiga qaraganda yaxshiroqdir.

Bir oqimli yoyli plazmatron 8.16-rasmda ko'rsatilgan. Yoy, shakli disk ko'rinishdagi markazida kichik diametrli teshigi bo'lgan anod va katod orasida yonadi. Katod haddan tashqari isib ketmasligi uchun suvning oqimi bilan sovutiladi. Argon ko'pincha plazmatronning ishchi gaz sifatida ishlatiladi. Plazmatron katodning silindrik teshigidan plazma alangasi chiqib turadi. Uning uzunligi o'n santimetrga yetadi. Nur manbai sifatida alanganing uch qismidagi toksiz plazma zonasi ishlatiladi.

Kuchliroq qurilmalar ikki oqimli plazmatronlardir. Ularda plazma alangasi katoddan va anoddan chiqadigan ikkita argon oqimi qo'shilish zonasida hosil bo'ladi (8.17-rasm). Ikki oqimni birlashish zonasidagi plazmadagi harorati 10 000 K ga teng. Tahlil qilinayotgan namuna bu zonaga aerazol yoki mayda kukun aralashmasining aerazol suspenziyasi sifatida yetkazib beriladi.



8.16-rasm. Bir oqimli plazmatron sxemasi.

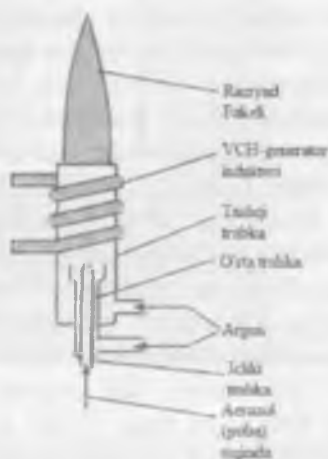


8.17-rasm. Ikki oqimli plazmatron qurilmasi.

XX asrning 60-yillaridan boshlab atom emission spektral tahlillari uchun yuqori chastotali plazmatron ishlatiladi. Ushbu turdagi yorug'lik manbalari «induktiv bog'langan plazma» ISP deb ataladi[1]. Uning asosiy afzalligi plazma alangasi bilan munosibatda bo'ladigan elektrodning yo'qligi.

Induktiv bog'langan plazma ishlab chiqarish uchun moslama bo'lgan Fassel yondirgichning sxemasi 8.18-rasmda keltirilgan. Yondirgich uchta

kvarsdan tayyorlangan konsentrik trubkalardan iborat. Tashqi trubka yuqori chastotali generatorming indikatorini ichida joylashgan. Generator quvvati 1...2 kVt tashkil etadi.

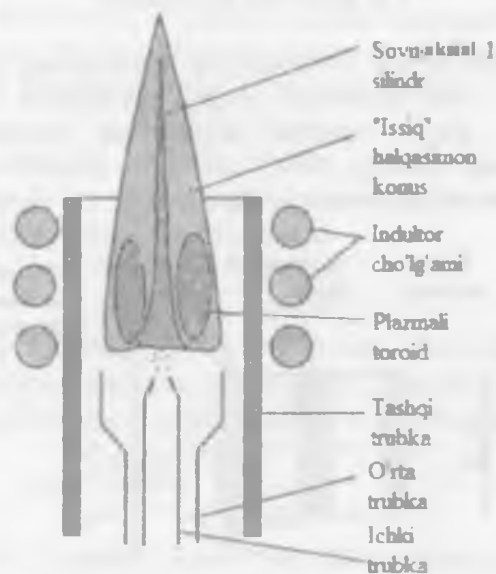


8.18-rasm. Induktiv ravishda bogʻlangan plazma olish uchun Fassel goretkasi.

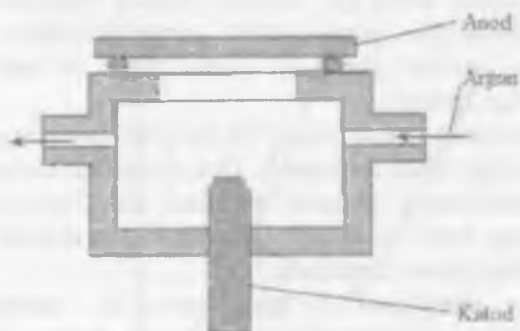
Ichki trubkada namunadagi suyuqlikning aerosolini yetkazib berishga xizmat qiladi. Aerosol argon oqimi bilan birga uzatiladi. Argondagi plazma oʻrtasidagi naycha orqali oqadi. Bu oqim induktor zonasiga tushib razryad alangasini hosil qiladi. Sovutadigan argon oqimi tashqi trubaga ~5...10 l/min tezligida yuboriladi, bu plazma va trubaning ichki yuzasi oʻrtasida issiqlik ajratish buferini hosil qiladi.

Induktiv tarzda bogʻlangan plazmadagi asosiy haroratli zonalar 8.19-rasmda koʻrsatilgan. Eng yuqori harorat plazmadagi toroidda, induktor zonasida joylashgan. Indikatoridan 5...25 mm balandlikdagi plazma maydoni analitik zona boʻlib xizmat qiladi.

Induktiv bilan bogʻlangan plazma metallar, geologik obyektlar, biologiya, tibbiyot va farmakologiya sohalarida organik materiallarni atomik emission spektr analizida nur manbai sifatida ishlatiladi. Qattiq jisimli namunalarini induktiv ravishda bogʻlangan plazmalarga kiritish muhim vazifa hisoblanadi. Buning uchun misol tariqasida, elektro uchqunli namuna yigʻichni konstruksiyasining sxemasi 8.20-rasmda koʻrsatilgan. Uchqunli razryad namuna bilan katod va anod oʻrtasida yonadi. Kamera ichiga kiradigan argonning oqimi namuna materialini induksion bogʻlangan plazmaga oʻtkazadi.

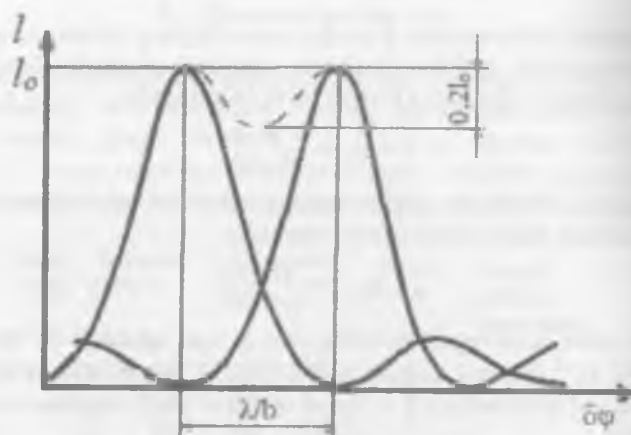


8.19-rasm. Induktiv bog'langan plazmani harorat zonasi.



8.20-rasm. Induktiv ravishda bog'langan plazma nur manbai uchun elektr uchqunli namuna olgich.

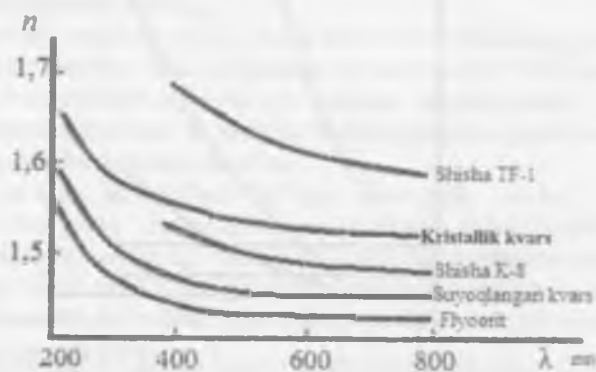
Spektral analiz qurilmalari uchun noyob nur manbai, ularning nurlanish xususiyatlari jihatidan sezilarli darajada farq qiladigani lazerdir. O'rganilayotgan namunaning yuzasiga yo'naltirilgan lazer nurlari qattiq moddalarni eritib, bug'lantirish imkonini beradi. Lazerli namuna olishning xarakterli xususiyati – mahalliylik, materiallarini mikrotahlilini atom emission spektroskopiyasi bilan o'tkazish imkonini beradi.



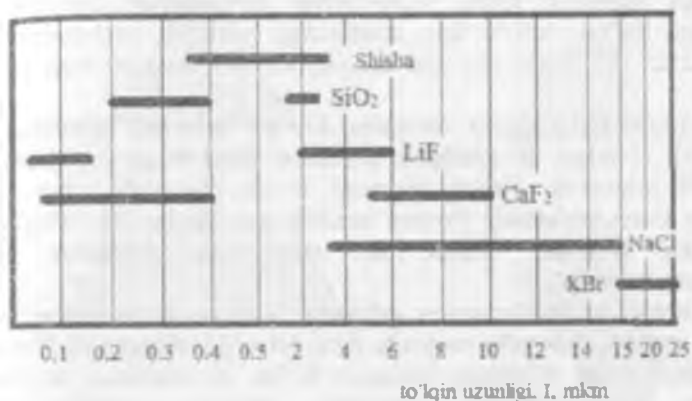
8.23-rasm. Reley bo'yicha spektral asbobni ruxsat etilgan kuchini aniqlash.

Releyning mezoniga ko'ra, spektral asboblarda bilan aniqlangan intensivlikdagi ikki spektrli chiziqli har birining maksimal intensivligining 20% ni tashkil etadigan intensivlikka ega bo'lishi kerak (8.23-rasm).

Spektral asbobning muhim elementi burchakli dispersiyani aniqlaydigan disperslovchi element hisoblanadi. Spektral prizmalar va difraksiyon panjaralar spektral asboblarda disperslovchi elementlari sifatida ishlatiladi



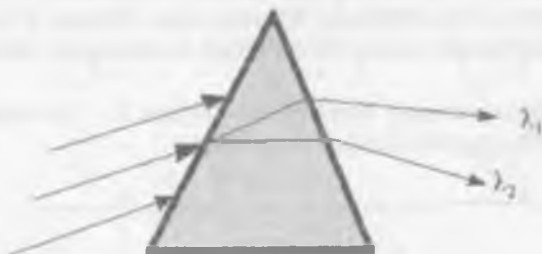
8.24-rasm. Ba'zi optik materiallar uchun dispersiya egri chizig'i.



8.25-rasm. Optik materiallarning shaffoflik oblasti.

Spektral prizmalar ishlab chiqarish uchun turli turdagi shaffof materiallardan foydalaniladi. Spektrning ko'rinadigan va yaqin infra qizil oblastida ishlash uchun odatda TF-1 va K8 shisha sinflaridan tayyorlangan prizmalardan foydalaniladi. Spektrlarning ultrabinafsha oblasti uchun ($\lambda < 400 \text{ nm}$) kvars ishlatilgan. $Dn/d\lambda$ moddasining tarqalishini tavsiflovchi n muhitining sinishi indeksining turli materiallar uchun yorug'lik to'lqin uzunligiga bog'liqligi 8.24-rasmda keltirilgan. Bir qator optik materiallarning shaffoflik oblastlari 8.25-rasmda ko'rsatilgan.

Seriyalab ishlab chiqariladigan spektral asboblardagi prizmalarning chiziqli o'lchamlari odatda 50 mm dan oshmaydi. Katta o'lchamdagi prizmalarda muhim talabni bajarish qiyin, chunki prizma hajmida optik tengsizlikka moya qilish ancha og'ir.



8.26-rasm. Prizma tomonidan numi yoyilishi.

To'lqin uzunligi bo'yicha uchburchakka tushgan nur tutamini yoyilishi sxematik tarzda 8.26-rasmda ko'rsatilgan. Nurlarni sinish qonuniga ko'ra, turli to'lqin uzunlikdagi yorug'lik nurlarining chiqish burchaklari turlichadir. To'lqin uzunligi kichik nurlar ko'proq burchakka oqgan.

Ultrabinafsha spektr oblastida Kornyu prizmasi ishlatiladi (8.27-rasm, a). U ikkita 30 graduslik prizmalar bilan birga yopishtirilgan 60 gradusli prizmadir. Ushbu prizmani ishlab chiqarish uchun material sifatida kvars ishlatiladi. Prizma tarkibiy qismlaridan biri o'ng va chap burchakli kvardan iborat. Bu nurni ikki martadan sinishini kompensatsiyalaydi.

Littrov avtokollimatsion prizmasi Kornyu prizmasining yarmini tashkil etadi, qo'shimcha ravishda oyna bilan jihozlangan (8.27-rasm, b). Agar bu prizma shishadan yasalgan bo'lsa, u spektrning ko'rinadigan qismida ishlash uchun ishlatilishi mumkin. Bundan tashqari, spektroskopiyada boshqa murakkab prizmalar, xususan, Rezerford prizma (8.27-rasm, s) va Abbe prizma (8.27-rasm, d) da foydalanish mumkin.

Yorug'lik to'lqin uzunliklarining ajralishini ta'minlaydigan ikkinchi turdagi elementlar difraksion panjaralar hisoblanadi. Panjara pardozlangan oyna plastina bo'lib, aks ettiruvchi metall plyonka bilan qoplangan va bir-biriga parallel shtrixlar oilasidan iborat. Shisha plastinka ustidagi shtrixlar Rouland mashinasida olmos keskichlar yordamida hosil qilingan. Difraksiya panjarasi ustiga tushadigan yorug'lik ko'zgu yuzasidan tasmalar tarzida aks ettiriladi va shtrix tasmalarida tarqaladi.

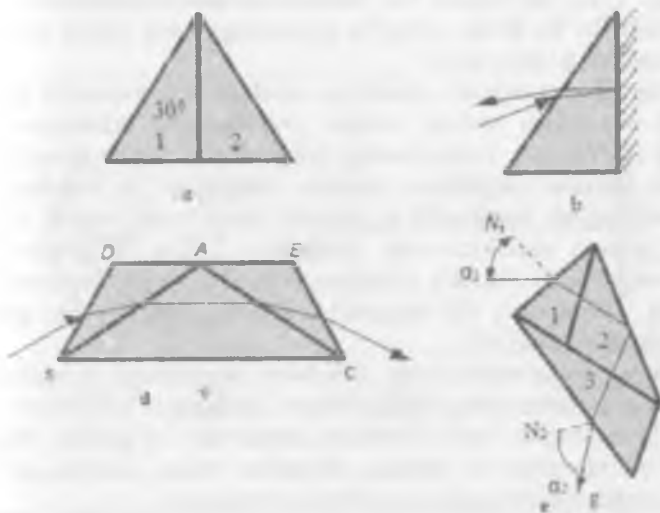
Difraksion panjarani shtrixlarga perpendikular tekislik kesimi 8.28-rasmda ko'rsatilgan. Aks ettiruvchi shtrixlarning eni d harfi bilan belgilangan. Shtrixlar orasidagi t masofaga panjara doimiysi deyiladi.

a – Kornyu prizmasi; b – Littrovning avtokollimatsion prizmasi; d – Rezerford prizmasi; e – Abbening doimiy oquvchi prizmasi.

Ushbu qiymat [mm /shtrix] o'lchamiga ega. Odatda, $1/t$ ning teskari qiymatidan foydalaniladi, uning bir millimetr enida nechta shtrixlar sonini xarakterlaydi.

Difraksion panjaraning burchak dispersiyasi k – tartibidagi difraksiyasi quyidagicha bog'lanish bilan ifodalanadi:

$$\frac{d\varphi}{d\lambda} = \frac{k}{t \cos \varphi} \quad (8.10)$$

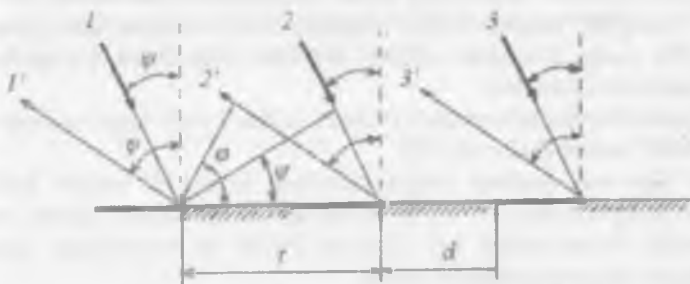


8.27-rasm. Spektral prizmalar.

Bir millimetr yuzada shtrixlar sonini ortishi, ya'ni yuzasi bir millimetr haqida zarbi soni, ya'ni panjara doimiysi t kamayishi, difraksiyon panjara burchak difraksiyasini ko'paytiradi.

R difraksiya panjarasining hal qilish imkoniyati prizma farqli o'laroq, yorug'lik disperlangan to'lqin uzunligiga bog'liq emas. U faqatgina panjara yuzasida hosil qilingan shtrixlar soni N va difraksiya tartibi k bilan bog'liq:

$$R = N \cdot k. \quad (8.11)$$

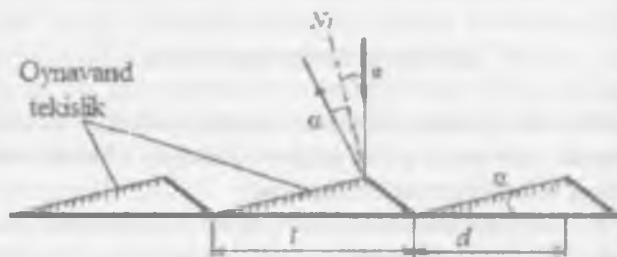


8.28-rasm. Aks ettiruvchi panjarada parallel nur tutami difraksiyasi: 1,2,3-tushayotgan nurlar; 1-, 2-, 3-difraksiya nurlari; ψ — tushish burchagi; φ —difraksiya burchagi; t —panjara doimiysi; d —qaytaruvchi shtrixlar eni.

An'anaviy difraksion panjaralarning kamchiliklari, bir spektral chiziqlarning yorug'lik oqimi bir nechta difraksiya tartiblari orasidagi taqsimlanishidir. Bu holda yorug'lik oqimining asosiy ulushi nol tartibga to'g'ri keladi va u ishlamaydi.

Yorug'lik nuri oqimini difraksiya tartibida konsentratsiya qilishda J. W. Rele tomonidan tavsiya etilgan profillashgan difraksion panjara ishlatiladi (8.29-rasm). Ushbu turdagi panjaralarda barcha yorug'likni aks ettiruvchi shtrixlar difraksion panjara tekisligiga α burchak ostida joylashgan. Og'ish burchagini α oshirish orqali nurni yuqori difraksiya tartibini jamlash mumkin. Agar panjaralar 5 dan 10 gacha bo'lgan diapazonning ishchi tartibini ishlatilsa, unda bu panjaralar eshelle deb nomlanadi. 10dan ortiq (70 tagacha) difraksiya tartibiga ega panjaralar eshelle deb nomlanadi[10].

Spektral qurilmalarda tekis difraksion panjaralarga qo'shimcha ravishda, tarqoq elementning funksiyalarini, kollimator va kamera obyektivlarini birlashtirgan egri difraksion panjaralar ko'pincha ishlatiladi. Spektral qurilmalarda bu turdagi panjaralar bilan jihozlangan bo'lib, faqatgina kirish tirqishchasiga qo'shimcha ehtiyoj bor.



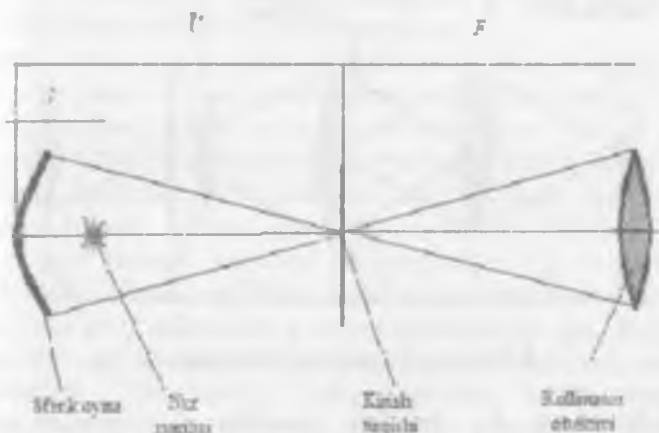
8.29-rasm. Profillangan difraksion panjara.

Spektral analiz qurilmalarining konstruksiyasi nurlanish manbasidan nurlanishni spektral asbobning kirish tirqishiga yo'naltirishni o'z ichiga oladi. Yorug'lik manbai kirish tirqishidan bir oz masofada joylashgan. Yorug'lik nurni fokuslash uchun tirqishda sharsimon ko'zgular yoki kondensatorlar ishlatiladi.

Spektral asbobni samarali ishlashi uchun kirish tirqishini yoritganda ikkita talab bajarilishi kerak [10].

1. Spektral qurilma ichiga kiradigan yorug'lik nurlari kollimator obyektivining kesimini to'liq to'ldirishlari kerak. Ushbu talabni bajarish disperslash elementining hal qiluvchi kuchi va yorqinligini maksimal qiymatiga yetkazishga imkon beradi.

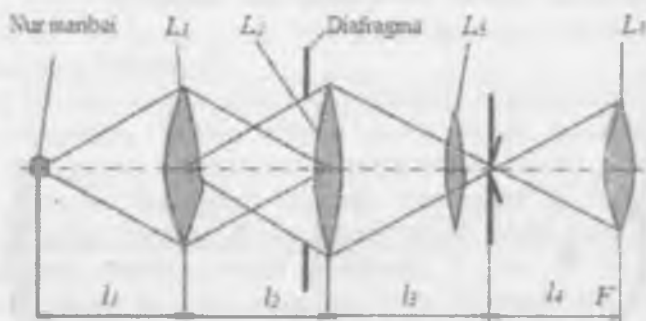
2. Kirish qatlamining tekisligida hosil qilingan yorug'lik manbai tasvirining yorqinligi imkon qadar yuqori bo'lishi kerak.



8.30-rasm Spektral qurilmaning kirish tirqishini yupqa linza (a) va sferik oyna (b) bilan yoritish sxemasi.

Amalda, spektral asbobning kirish qismining yoritilishi linzalar yoki sharsimon oynalar yordamida amalga oshiriladi (8.30-rasm). Linzadan farqli o'laroq, oyna kondensator spektrining har qanday oblasti uchun foydalanish mumkin. Bitta linzali va oynali kondensatorlarini kamchiligi, yorug'lik manbaining fazoviy notekisligi kirish uyasiga ko'chiriladi. Natijada yorig' bir tekis yoritilmaydi va spektral chiziqlar uzunligi bo'ylab teng bo'lmagan yorug'likka ega bo'lib, ularni fotometrlash qiyin kechadi.

Odatda uchta linzali kondensatorlar kirish tirqishini yoritish uchun yaxshi natijalar beradi. Bunday kondansator sxemasi 8.31-rasmda ko'rsatilgan. L_1 linza nur manbaini kattalashtirilgan tasvirini L_2 linza tekisligida fokuslaydi. Ikkinchi linza oldida kattalikni o'zgartiradigan diafragma D o'rnatilgan bo'lib, bu zarurat bo'lsa, nur manbai tasvirining biron bir qismini kesib olish imkonini beradi.



8.31-rasm. Uch linzali kondensator.

Ikkinchi linza L_1 linzalari tasvirini L_3 linzalari tekisligida loyihalashtiradi, bu esa L_4 kollimator linzalari tekisligida D diafragma kengaygan tasvirini aks ettiradi.

To'g'ri sozlash bilan uch linzali kondensator spektral asbobning chiqishida yuqori sifatli spektrni olish imkonini beradi.

8.6. Spektrlarni qayd etish

Spektral asbobdan olingan spektr qayd etilishi kerak. Spektrlarni ro'yxatga olish uchta usulda amalga oshirilishi mumkin: vizual, foto va fotoelektr. Vizual va fotografik usullar faqat atom emissiya tahlillarida qo'llaniladi. Fotoelektr usuli spektral tahlilning barcha turlarini (AECA, AACA, AFCA) amalga oshirishda ishlatiladi.

Spektrni vizual tarzda qayd etganda, ovoz yozish asbobining vazifasi inson ko'zlari tomonidan amalga oshiriladi. Shubhasiz, bu ro'yxatga olish usuli subyektivdir. Biror kishi bir spektral chiziqlarning intensivligidan necha barobar ko'proq ekanligini taxmin qila olmaydi. Chiziqlar bilan solishtirish uchun ularni bir-biriga yaqin joylashtirish kerak. Bunday holda, faqat yorug'lik oqimlarining tengligi yoki tengsizligini aniqlash mumkin.

Spektrni vizual qayd etish uslubi stilometrlar amalga oshiriladi, bu ularning soni atom emissiya spektr analizi uchun spektral asbob hisoblanadi. Stilometrlarda miqdoriy tahlil qilish imkoniyati optik ponalardan foydalanishga asoslangan bo'lib, ular bir-biriga nisbatan ko'proq jadal spektrli chiziqlar yorug'lik oqishini kamaytirishga imkon beradi. Optik ponalar yorug'lik oqimining yengillashtiruvchi shkalasiga ega. Vizual tenglikka erishilganda, tahlil qilingan spektral chiziqlar

intensivligi spektroanalitik gradusli zaiflashuv o'lchovidan foydalanib, intensivlik nisbatlarini baholash qobiliyatiga ega.

Spektrni vizual qayd qilish stiloskoplarda ham amalga oshiriladi. Stilometrlardan farqli o'laroq, stiloskoplarda optik penalar yo'q, shuning uchun ularda miqdoriy tahlil prinsipial mumkin emas. Vizual qayd etish usulining asosiy afzalligi uning soddaligi va yuqori amalga oshirish tezligi.

Ko'pgina spektral tahlil vositalari tahlil qilingan spektrlarni qayd etishda fotosurat usuli qo'llaniladi. Ushbu uslubning afzalligi – fotosurat olish va undan keyingi arxivlash imkoniyatidir. Agar kerak bo'lsa, fotosurat arxivdan olinadi va undan keyin tahlil qilinadi. Ushbu ro'yxatga olish usuli juda ko'p informatsiya berish qobiliyatiga ega. Bir fotografik plastinkada 200 dan 500 nm to'lqin uzunligiga ega nurlanish spektri qayd etilishi mumkin. Elementning tarkibi spektral analiz natijalarining ishonchlilikini oshiradigan ikki yoki undan ko'p spektrli chiziqlar bilan tahlil qilinadi.

Fotografik spektrlarning ro'yxatga olish texnologiyasidan foydalangan holda miqdoriy o'lchovlar fotosurat yoki foto plitasining fotoemulsion qatlamiga va uning tarkibidagi kumush bromidning metallga tushirilishiga ta'sir qiladi. Ta'mirlash jarayoni ishlab chiqaruvchilardan fotoplyonkani (fotosurat plastinkasi) qayta ishlash jarayonida yuzaga keladi. Miqdoriy baholash mikrofotometr yordamida amalga oshiriladi, bu foto qatlamning qoraytirilgan uchastkani zichligini o'lchash imkonini beradi, bu kumushning kamaytirilgan miqdoriga proporsionaldir.

Tahlil qilish uchun foydalaniladigan fotosuratlarning o'ziga xos xususiyatlaridan biri uning spektral nurlanishiga sezgirligi hisoblanadi. Fotoemulsion qatlamlari jelatin qatlamlarini bir tekisda taqsimlangan kumush bromidli kristalllaridan iborat bo'lib, u 210 dan 550 nm gacha to'lqin uzunligi oralig'ida sezgirdir. Agar nurlanishda uzunligi $\lambda < 200$ nm bo'lgan to'lqinlar bo'lsa, bu holda jelatinsiz emulsiyalar qo'llaniladi. Bunday qatlamlarga ega bo'lgan fotoplastinalar shu manovli deb ataladi [15].

Spektrlarning fotoelektr qaydnomasi fotosamarador hodisasidan foydalanishga asoslanadi. Ushbu fotosamarador hodisasi qayd etiladigan elektron qurilmalar, fotoelementdir (FE). Fotoelementdagi fotokatodni yoritilganda hosil bo'ladigan tok kuchi tushayotgan yorug'lik oqimining kuchiga proporsionaldir. Kichkina yorug'lik oqimlarining fotometrlash uchun fotoelektron ko'paytirgichlar (FEK) ishlatiladi, bu fototok qiymatini 10^8 - 10^{16} marta ko'paytirish imkonini beradi.

Fotoelementlarda va fotoelektron ko'paytirgichlarda tashqi fotosamarador hodisa ishlatiladi. So'nggi yillarda ichki fotosamarador hodisasini ishlatadigan yarimo'tkazgich qurilmalari keng qo'llaniladi. Optik

tasvirlarni idrok qilish uchun ishlatiladigan qurilmalar zaryadlangan qurilmalar (CCD) hisoblanadi. Chiziqli (bir o'lchamli) va matritsali (ikki o'lchamli) PZD zaryadlangan qurilmalar mavjud. Chiziqli CCDlar bir qatorda joylashgan kvadrat yoki to'rtburchak shakli fotodiod yacheykalar tizimidir. Ikki o'lchamli matritsa satrlar va ustunlar shaklidagi tartibga solingan yacheykalardan iborat.

Zaryadlangan qurilma spektrograf kamera obyektivi fokal tekisligida joylashtirilgan. Sozlagich tomonidan olingan spektr ma'lumoti zaryad bog'langan qurilmaning nazorat qilish tizimiga ulangan kompyuterga o'tkaziladi. Bu spektr qaydlarini va matematik ishlov berish tezligini oshiradi. qabul qilingan ma'lumotlar kompyuterning xotirasida saqlanadi.

8.7. Atom-emission spektral tahlil

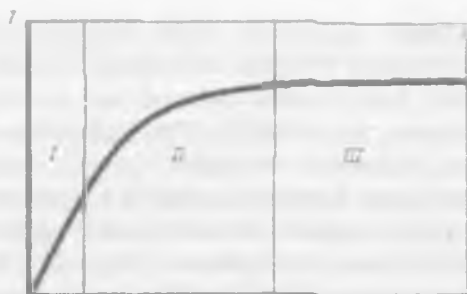
AECT – eng keng tarqalgan usul. Uning afzalliklari:

- qattiq, suyuq va gazli moddalarni tahlil qilish qobiliyati;
- deyarli barcha kimyoviy elementlarning tahlili;
- elementlarning kamligini aniqlash chegaralari;
- arzon narxlar tahlil qilish;
- tahlil qilish qulayligi.

Ushbu turdagi tahlillarni ta'minlovchi vositalar spektrograflar, spektroskoplar va turli modifikatsiyalashgan spektrometrlar hisoblanadi. Foydalanilgan analitik vositalar turiga muvofiq, atom emissiya tahlillarini o'tkazish usullari uch guruhga bo'linadi:

- spektrografik;
- vizual;
- spektrometriya.

Eng qimmatli – tahlil qilingan elementlarning miqdoriy tarkibini aks etadigan natijalar. Miqdoriy tahlil qilish imkoniyati spektr chizig'ining yorug'lik manbasining plazmasidagi kimyoviy element tarkibiga bog'liqligiga asoslangan. Grafik jihatdan o'sishga egrisi deb atalgan ushbu bog'liqlik 8.32-ramda ko'rsatilgan.



8.32-rasm. Spektral chiziq I ning yorug'lik manbai plazmasida element konsentratsiyasiga bog'liqlik «egri chizig'i».

Ushbu egri chiziq bo'yicha uchta sohani ajratish mumkin. Birinchidan, kichik elementlar konsentratsiyasiga mos keladigan bo'lsak, spektral chiziqning J intensivligi elementning tarkibiga N to'g'ri qo'shilib boradi. Ikkinchi bo'limda esa chiziq to'g'ri chiziqdan farq qiladi. Bu spektr chiziqning o'ziga singib ketishi bilan bog'liq. Uchinchi qismda spektral chiziqning o'z-o'zidan singib ketishi yanada yuqori darajaga chiqariladi. Buning sababi shundaki, J intensivligining oshishi deyarli to'xtaydi.

$$J = aC^b \quad (8.12)$$

bu yerda, C – namunadagi kimyoviy elementning konsentratsiyasi, a, b – variatsion parametrlardir.

8.7.1. Spektrografik tahlil

Sifatli, yarim-miqdoriy va miqdoriy spektrografik tahlillari mavjud. Sifatli spektr analizi uchta turdagi amaliy muammolarni hal qilishga imkon beradi [10].

1. Umumiy sifatli tahlil (namunadagi namunaviy tarkibni aniqlash).
2. Xususiy sifatli tahlil (namunadagi bir yoki bir nechta elementlarning mavjudligini yoki yo'qligini aniqlash).
3. Elementlar izlari sifatini tahlil qilish (ifloslanish yoki nopok elementlarining mavjudligini aniqlash).

Sifatli atom emissiya spektr analizi ko'pincha yorug'lik manbai sifatida yoy yordamida amalga oshiriladi.

Bu yorug'lik manbai sizning aksariyat kimyoviy elementlarning rezonans spektr chizig'ini qo'zg'atishga imkon beradi.

Kukun shaklidagi namunalarni atom emissiya spektral tahlilida spektr ta'sir qilish vaqtini bir necha oraliqlarga ajratish tavsiya etiladi, masalan, to'rtta [10]. Pastki uglerod elektrodining kanalida massasi 10...50 mg bo'lgan kukun joylashtiriladi. Ikkinchi elektrod konusli qilib charxlanadi. Yoy elektrodlar orasidan yonadi, namunalar yoyda bug'lanadi. Ekspozitsiyani birinchi bosqichi 15...20 s davom etadi. Ushbu vaqt mobaynida yengil uchuvchi elementlarning spektri qayd etilgan. Ekspozitsiyani ikkinchi bosqichining davomiyligi ~ 20-30 s, uchinchi 30-40 s, to'rtinchi - namunani to'liq bug'lanib ketgunga qadar. Shunday qilib, bitta namunadan to'rtta spektr olinadi, bu tahlil qilingan elementlarning yoki birikmalarning uchuvchanligi to'g'risida ma'lumot berishga imkon beradi.

Vazifa qandaydir elementlarning «izlari» ni, ya'ni tarkibidagi namunadagi juda kichikligini aniqlash bo'lsa, spektrni rasmga olish tartibi tubdan o'zgartirilmaydi. Ammo xatolarni bartaraf etish uchun, uglerod elektrodlarini oldindan kuydirish tavsiya etiladi. Ushbu operatsiyani bajarishdan maqsad elektrodni elementlarning izlaridan tozalash imkonini beradi. Atom emissiyasi tahlilidan oldin elektrodlarda qaysi kimyoviy elementlarning mavjudligini aniq bilish uchun avvalo uglerod elektrodleri spektrini olish va shu elektrodlar yordamida olingan namunaviy spektr bilan taqqoslash zarur.

Agar sifatli emissiya tahlillari davomida vazifa metall va qotishmalarning tarkibini aniqlash bo'lsa, unda bu holda tanlangan namuna pastki elektrod vazifasini bajaradi. Spektr qo'zg'alishi odatda o'zgaruvchan tok yoyida amalga oshiriladi. Yoyda tok kuchi ~ 5...10A tashkil qiladi. Monolitik namunalarni o'rganishda ularning dastlabki uchqun hosil qilish ishlari olib boriladi. Spektrni bosqichma-bosqich rasmlga olish odatda qo'llanilmaydi.

Tahlil qilish uchun o'rta dispersiyalash moslamalari, masalan, ISP-22, ISP-28, ISP-30 tipidagi spektrograflar va difraksion panjaralar bilan jihozlangan yirik dispersiyalash vositalari: DFS-8, DFS-13 ishlatiladi.

Olingan spektrlarning talqini spektroskop yordamida amalga oshiriladi. Tahlil qilish uchun spektral chiziqli atlaslar ishlatiladi. Atlas tarkibida temir spektrning alohida zonolari joylashgan fotosuratlariga ega 20 ga yaqin jadval mavjud. Planshetlarda elementlarning eng intensiv spektr chiziqlari holatiga mos keladigan to'lqin uzunliklari va nozik shtrixlari mavjud. Shtrixlar elementlarning to'lqin uzunligini va yuqori indeks o'rnida spektr chiziqlaridagi intensivlik indekslarini ko'rsatadi.

Yarim miqdoriy tahlil turli usullar bilan amalga oshirilishi mumkin [10]:

– spektral chiziqlar paydo bo'lishi va kuchaytirilishi usuli;

- spektrlarni solishtirish usuli;
- spektral chiziqlarni bosqichma-bosqich susaytirish usuli (Klera usuli).

Zamonaviy miqdoriy tahlil usullarining asoslari aniqlanadigan elementning spektral chiziqlaridagi nisbiy intensivligini va namunadagi taqqoslama elementni o'lchash hisoblanadi. Aniqlanadigan element intensivlik chiziqini I_1 bilan I_2 bilan esa solishtirish chiziqlari intensivligini belgilaymiz. Agar taqqoslash elementining konsentratsiyasi doimiy qiyinat sifatida qaraladigan bo'lsa, Lomakin-Shaybe tenglamasi (8.12) ga nisbatan intensivlik quyidagi ifoda bilan aniqlanadi:

$$\frac{I_1}{I_2} = \frac{ac_1}{I_2} \quad (8.13)$$

Ushbu ifodani logaritmik shaklda yozamiz:

$$\lg \frac{I_1}{I_2} = \lg C_1 + \lg a' \quad (8.14)$$

bunda:

$$\lg a' = \lg \frac{a}{I_2} \quad (8.15)$$

Spektrlarning yozuvini suratga olayotganda, S_1 -elementining chiziqlarining optik zichligi va S_2 -taqqoslash elementi quyidagilar:

$$S_1 = \gamma_1 \lg I_2 \quad (8.16)$$

$$S_2 = \gamma_2 \lg I_2 \quad (8.17)$$

bunda γ_1 va γ_2 kontrast koeffitsiyentlari.

Yaqindan joylashtirilgan chiziqlar uchun fotoemulsiyaning xossalari deyarli bir xil, ya'ni $\gamma_1 = \gamma_2 = \gamma$ deb hisoblanadi. Keyin qorayishning optik zichlikdagi farq quyidagicha bo'ladi:

$$\Delta S = S_1 - S_2 = \gamma \lg \frac{I_1}{I_2} \quad (8.18)$$

$$\frac{\Delta S}{\gamma} = \lg \frac{I_1}{I_2} \quad (8.19)$$

Formulaga (8.14) ifodani (8.19) o'miga qo'yamiz. spektral miqdoriy analiz usuli uchun asosiy tenglama olinadi:

$$\Delta S = S_1 - S_2 = \gamma \lg C + \gamma \lg a' \quad (8.20)$$

Chiziqlarning analitik juftlarini qorayishini o'lchash mikrofotometr yordamida amalga oshiriladi. Etalonlar yordamida olingan ΔS -lgC egri chiziqi darajalash grafigi deb ataladi.

Amalda, spektrifik analizning bir nechta turlari qo'llanilishi mumkin.

Uchta uslublar usuli – analitik chiziqlarning nisbiy qoralanishi va namunadagi element konsentratsiyasining logaritmasi orasidagi munosabatlardan foydalanishga asoslangan. Usulning mohiyati shundaki, bitta fotografik plastinkada kamida uchta standart va spektrlarni tahlil qiladigan namuna olingan. ΔS -lgC koordinatalarida fotometriya natijalariga ko'ra, kalibrlash egri chizig'i chiziladi. Uni qurishda, to'g'ri o'lchovni tanlash juda muhimdir.

Uchta standart usulning afzalligi shundaki, usul universal va oddiy. Ko'p sonli namunalarni bir vaqtning o'zida tahlil qilish uchun uni ishlatish qulay.

Bir standart usuli. Uch standartlar usuli soddalashtiriladi, agar spektral chiziqlar analitik juftlik bir xil bo'lsa, ya'ni $\Delta S=0$ teng. Asosiy tenglamadan $\Delta S = \gamma \lg C + \gamma l g a'$ olinadi.

$$\gamma \lg C_0 = -\gamma l g a' \quad (8.21)$$

Shunday qilib, lgC ning qiymati γ ning fotoemulsiya kontrast koeffitsiyentiga va koordinatali nuqtaga bog'liq emas, $\Delta S=0$ va $\lg C_0$ belgilangan bo'ladi.

C_0 – bu konsentratsiya, unda $\Delta S=0$. Bunday nuqtaning mavjudligi boshqa plastinada daraja grafini qurishda standartlar sonini kamaytirish imkonini beradi. Belgilangan elementning konsentratsiyasi bilan faqat bitta standart qo'llaniladi, bu C_0 dan farqli o'laroq yuqorida aytib o'tilgan nuqtadan farq qiladi. Shunday qilib, uchta standart usuli yagona standart usuliga aylanadi.

Doimiy grafikalar usuli. Doimiy grafika usulining mohiyati $\lg \frac{I_1}{I_2} - \lg C$ koordinatalarida oldindan qurilgan daraja grafigidan foydalanish hisoblanadi. Intensivlik hisoblashda kontrast koeffitsiyenti γ ishlatiladigan fotometrik plastinka xususiyatlarini hisobga oladi. Daraja grafigi ko'plab standartlarga (bir necha o'nlab) asosan qurilgan. Har bir standartning spektri bir xil sharoitda bir necha marta suratga olinadi, natijada o'lchash natijalari to'planadi, keyinchalik ular o'rtacha va o'rtacha qiymatlar uzoq vaqt ishlatiladigan grafik qurish uchun ishlatiladi. Biroq vaqti-vaqti bilan uni tekshirib turish kerak. Tekshirish uchun standart namunalardan foydalaniladi. Doimiy grafikaning analitik ifodasi quyidagi ko'rinishda:

$$\lg \frac{I_1}{I_2} \frac{\Delta S}{\gamma} = \lg C + l g a' \quad (8.22)$$

Nazorat etaloni (standart) bilan doimiy darajalash grafigini korreksiya qilish usuli. Doimiy grafika usulining kamchiligi, spektrlarning qo'zg'alishi sharoitida nazoratsiz o'zgarishlar hisobga olinmasligi hisoblanadi. Bu darajalash grafigini parallel siljishiga olib keladi. quyidagi usul grafikaning o'rmini belgilashga imkon beradi: namunalarning spektrlari bilan bir vaqtda, boshqaruvning nomi berilgan etalonning spektri suratga olinadi, u nazorat deyiladi. Nazorat etaloniga mos keladigan nuqta orqali, darajalash grafigiga parallel ravishda to'g'ri chiziq o'tkaziladi. Shu tarzda qo'lga kiritilgan grafik, qattiq grafik, uslub o'z navbatida qattiq grafik usuli yoki nazorat etaloni (standart) deyiladi.

8.7.2. Spektroskopik (vizual spektral) tahlil

Vizual spektral tahlil asosan metallar va qotishmalarni o'rganish uchun ishlatiladi. Ushbu usul yordamida yechim topilgan asosiy vazifalar – qotishma elementlarning tarkibini nazorat qilish, sotib olinadigan materiallarni kiritishni nazorat qilish va ishlab chiqarish jarayonida qotishmalarni tez ajratish. Spektroskopik tahlilning eng muhim afzalliklari metodik soddalik, tadqiqotning yuqori tezligi, nisbatan past narxlardagi xarajatlar hisoblanadi. Odatda, vizual spektral analizni o'tkazish uchun mo'ljallangan qurilmalar o'zgaruvchan tok yoyi va kondensatsiyalashgan uchqun kabi yorug'lik manbalari bilan yakunlanadi. Ushbu manbalar asosan metall materiallarni tahlil qilish uchun mo'ljallangan.

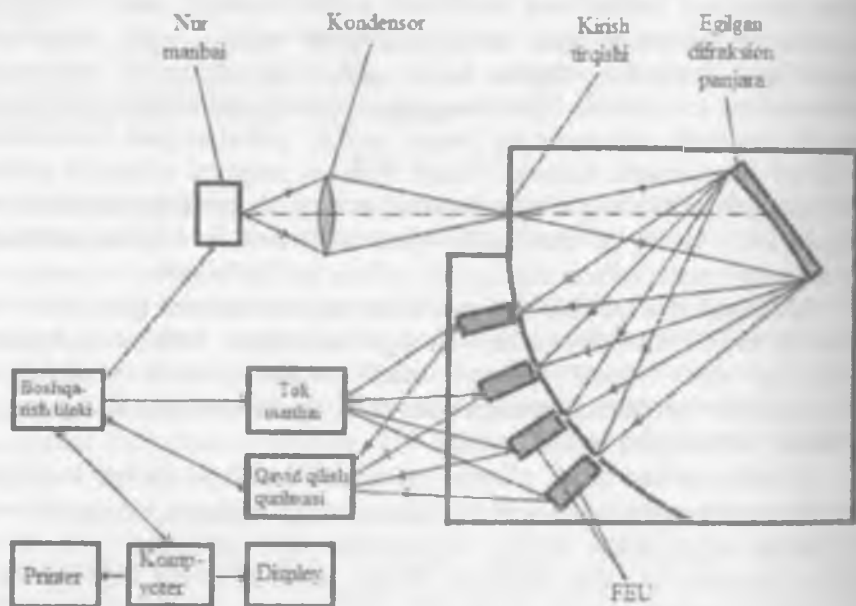
Spektroskopik tahlilni amalga oshirayotganda nurlarni qabul qiluvchi inson ko'zidir. Shunday qilib, amalga oshirilgan tahlillar subyektiv xarakterga ega. Vizual spektral tahlil asosan prizma vositalari - spektroskoplar yordamida amalga oshiriladi. Spektroskoplar ikki guruhga bo'linadi: stiloskoplar va stilometrlar.

Stiloskoplardan farqli o'laroq, stilometrlar nafaqat qo'lga kiritilgan spektrlarni o'rganish, balki spektral chiziqlardagi nisbatan intensivliklarni o'lchashga ham imkon beradi. Stilometrlar bir vaqtning o'zida ikkita spektral chiziqni kuzatish imkonini beradi: analitik chiziq va taqqoslash chiziqlari. Fotometrik pona yordamida, mos yozuvlar chiziqlar intensivligi analitik chiziqning intensivligiga teng bo'lmaguncha zaiflashadi. Fotometrik pona sizga taqqoslash sathining zaiflash koeffitsiyentini aniqlash imkonini beradi. Raqam sifatida, susaytirish koeffitsiyenti analitik chiziq intensivligining nisbatlariga va taqqoslash chizig'iga tengdir.

8.7.3. Spektrometrik tahlil

Vizual spektral tahlildan farqli o'laroq, spektrometrik analiz tahlil qilinayotgan namunadagi kimyoviy tarkibni kuzatish uchun obyektiv usul hisoblanadi. Buning eng muhim afzalligi ham samaradorlikdir. Ushbu usulning o'ziga xos xususiyati, uning to'liq avtomatlashtirishiga jumladan, analitik signalni kompyuterda ishlashga va tahlil natijalarini chiqarishga imkon beradi.

XX asrning 40-yillarida ARL va Baird ko'p kanalli qurilmalarni ishlab chiqdilar, keyinchalik ular "kvantometr" nomini oldi. Kvantmetrdagi spektral asboblardan bitta kirish va ko'p (vuzga yaqin) chiqish tirqishiga ega polixromatorlardir. Chiqish tirqishlariga fotoelementlar va fotoelektron ko'paytirgichlar o'rnatilgan (8.33-rasm). Kirish va chiqish joylari Rowland doirasida joylashgan. Disperslovchi element bo'lib, ~ 1 m egrilik radiusi bo'lgan difraksiya panjara xizmat qiladi.



8.33-rasm. Kvantomer sxemasi.

Fotoelektron ko'paytirgich chiqish tirqishi orqasida joylashgan. Barcha kvantomer ishi kompyuter tomonidan boshqariladi. Bundan tashqari, FEU dan signallarni ishlaydi, konsentratsiyani hisoblab chiqadi va ularning xatolarini tahlil qiladi.

Ba'zi qurilmalar juda ko'p sonli chiqish tirqishlari bo'lgan polixromatorlar bilangina emas, balki skanerlovchi monoxromatorlar bilan ham jihozlangan. Skanerlovchi monoxromatorlar butun spektrni izchil ko'rib chiqish va fotometriya qilish imkonini beradi. Biror bir qurilma ichida polixromator va monoxromatorning kombinatsiyasini mavjudligi olingan natijalarning ishonchliligini sezilarli darajada oshirishi mumkin.

So'nggi 15 – 20 yillarda kamera obyektivining fokal tekisligida o'rnatilgan, fotodiod matritsali spektrometrlar ishlatilmoqda. Ushbu matritsalar PZS-kartalar degan nom olgan. Fotodiodli matritsalar bilan jihozlangan qurilmalar, fotoelektrik ro'yxatga olish va spektrlarni fotoplastinalar yordamida qayd qilish afzalliklanga ega

8.8. Atom – absorbsion spektral tahlil

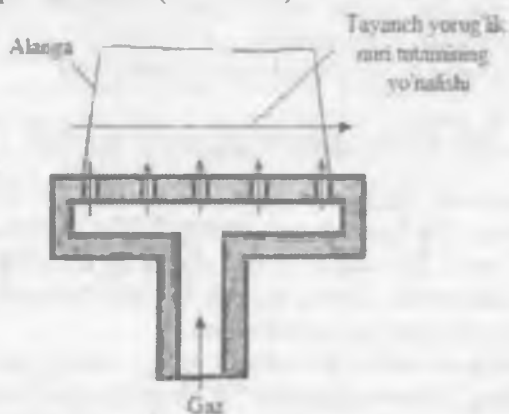
Atom absorbsion spektral tahlillari materiallarni o'rganish uchun juda sezgir usuldir. Qo'llaniladigan elementlarning aniqlangan chegarasi 10^{-12} r tashkil etadi. Bu tahlil usuli suyuqlik materiallarini samarali tekshirish imkonini beradi. Qattiq holatda bo'lgan materiallarni o'rganish uchun ular odatda oldindan suyuqlantiriladi.

Atom absorbsion analiz asboblarni asosiy tashkil etuvchilari bo'lib, yorug'lik manbalari, monoxromatorlar va ularning asosiy tarkibiy qismlari o'rtasida joylashgan namuna atomizorlar hisoblanadi. Ushbu asboblardagi yorug'lik manbai atom nurlanishning xarakteristik emissiyasi uchun zarur. Monoxromator ushbu nurlanishdan aniqlangan elementning bir rezonans chizig'ini ajratadi. Ushbu chiziq absorbsiyani o'lchash uchun zarur bo'lgan tayanch nurlanishni ifodalaydi. Nur manbai va monoxromator o'rtasida joylashgan atomizatorda analiz qilinadigan namunani atomizatsiya qilinadi.

Qurilmaning mohiyati, tayanch nurlanish intensivligini, ya'ni monoxromator tomonidan chiqarilgan rezonans chiziqining intensivligini o'lchashdir. Bu o'lchov ikki marta amalga oshiriladi. Avval, nurlanish intensivligi atomizatorda namuna bo'lmagan paytda va keyin atomizatsiyalashgan namunali mavjud bo'lgan paytda baholanadi. Tayanch nurlanish intensivligi ushbu o'lchovlarda olingan farqning miqdori aniqlanadigan elementning atomlari tomonidan nurning absorbsiyasini xarakterlaydi.

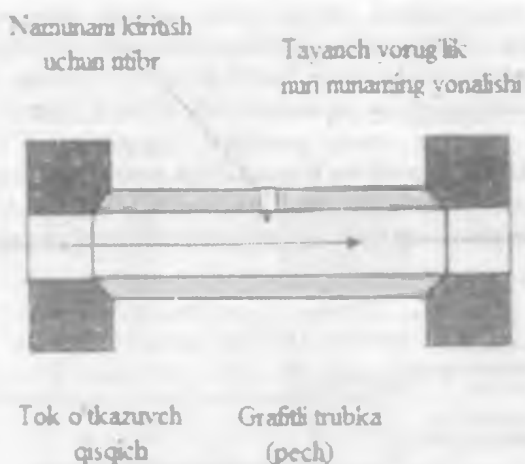
Atom-absorbsion tahlilini amalga oshirish uchun mo'ljallangan qurilmalarda muhim funksiyani yuqorida ko'rsatilgan atom tiqilgichlar bajaradi. Ushbu qurilmalar namunalarni bug'latish va atomlashtirish uchun zarur. Amalda bir necha turdagi atomizatorlar ishlatiladi.

Qurilmaning eng oddiy qurilmasi alanga atomizatoridir. Bu turdagi asboblarda alanga olish uchun foydalaniladigan gazlar sifatida havo-atsetilen, azot oksidi-atsetilen, azot oksidi-propan, havo-propanidan foydalaniladi. Namuna atomizator alangasiga suyuqlikning purkash orqali kiritiladi. Atomik absorbsion spektral tahlilda ishlatiladigan alanga gorelkalarining xususiyati spektral qurilmaning optik o'qi bo'ylab (yo'naltiruvchi nurlanish chizig'i yo'llari bo'ylab) ortib borayotgan o'lchamdir. Konstruktiv tarzda, bu gorelkada tirqishlarlar sonini ko'paytirish orqali erishiladi (8.34-rasm).



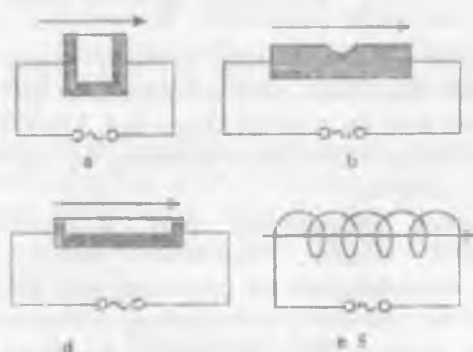
8.34-rasm. Atom – absorbsion spektral tahlil uchun ko'p tirqishli gorelka.

Zamonaviy atomik absorbsion spektrofotometrlari elektrotermik namunalari atomizatorlari bilan jihozlangan. Ularning birini konstruksiyasi 8.35-ramda ko'rsatilgan. Atomizator grafitli trubkadan (pechka) iborat bo'lib, uning uzunligi 30 – 50 mm va diametri 3...8 mm dan va suv bilan sovutiladigan elektr o'tkazuvchan kontaktlardan iborat. Taxminan 1...100 ml hajmli suyuqlik tomehisi shaklidagi tahlil namunasi pechga maxsus teshik orqali yuboriladi. qurilmani qizdirish uch bosqichda elektr tokini o'tqazish bilan namunani bir tekis quritish ta'minlanadi. Zamonaviy qurilmalar belgilangan har bir bosqichda haroratni nazorat qilish imkonini beradi.



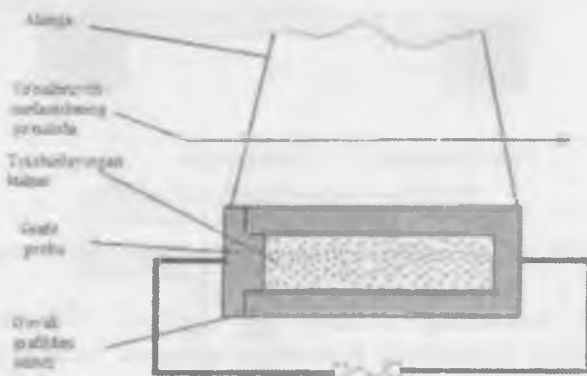
8.35-rasm. Grafit pechli elektromexanik atomizator.

Quvurli pechkaning bo'shlig'idagi harorat 3300 K ga yetishi mumkin. Bunday sharoitlarda kislorod ta'sir qilish sababli qurilma tezda ishdan chiqishi mumkin. Pechni ko'p marotaba ishlatish maqsadida uni kamera ichiga joylashtiriladi va u orqali argon gazi yuboriladi. Ba'zi hollarda, gaz muhofaza qilmasdan ishlaydigan, ya'ni havo muhitida ishlaydigan elektrotermik atomizatorlardan foydalanish mumkin. Qurilmaning sxematik ko'rinishi 8.36-ramda tahlil qilinayotgan namunalar tigelga, qayiqchaga yoki volfram simga joylashtiriladi.



8.36-rasm. Ochiq turdagi elektrotermik atomizatorlar: tigeli (a), sterjenli (b), qayiqchali (d) va volfram spiralli (c) (sirelka tayanch yorug'lik nurini yo'nalishini bildiradi).

Kukunli materiallarni tadqiq qilish uchun olov va elektr isitish moslamasi bilan jihozlangan kombinatsiyalangan turdagi atomizatorlar ishlatilishi mumkin (8.37-rasm). Tahlil qilinuvchi kukun, g'ovak grafitda tayyorlangan silindir ichiga joylashtiriladi. Silindr tuynuki grafit qopqoq bilan yopiladi. Silindr yoriq gorelkasi alangasiga o'rnatiladi. Elektr qizdirish boshlangandan so'ng kapsuladagi namunalar bug'lanadi. Hosil bo'lgan par grafit g'ovakligi orqali gazlangan alangaga kiradi, qaysiki u yerda tahlil qilingan elementning atomizatsiyasi amalga oshiriladi.



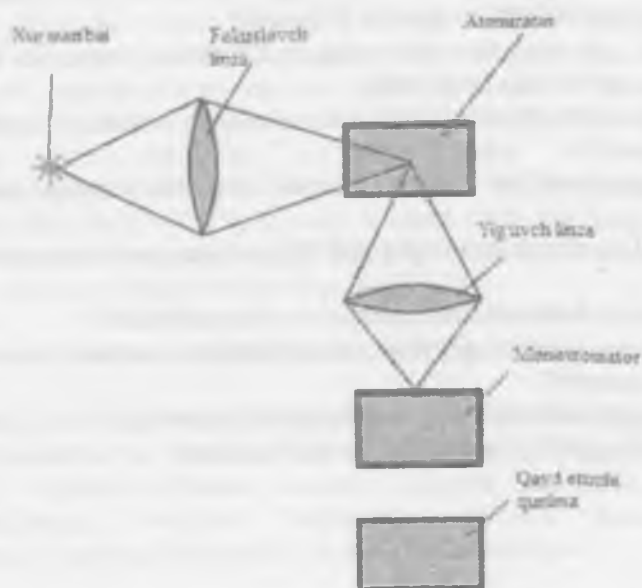
8.37-rasm. Kombinatsiyalashgan atomizator oshiriladi. Monolitik metall namunalarini atomizatsiya qilishda gazni razryad qilish atomizatorlarida amalga oshirilishi mumkin. Amalda, tekis yoki ichi bo'sh katodli qurilmalar qo'llaniladi. Ishchi gaz funksiyasini argon bajaradi.

8.9. Atom – fluorescent spektral tahlil

Yuqorida aytib o'tilgan atom spektral analiz usullari bilan taqqoslaganda, atom-fluorescent tahlillari juda kam qo'llaniladi. Shunga qaramasdan, bu usul ham ba'zi afzalliklarga ega. Misol uchun, agar lazer mos yozuvlar nurlanishini olish uchun ishlatilsa, bu usul tahlilning yuqori sezuvchanligini ta'minlaydi.

Atom-fluorescent fotometrning blok 8.38-rasmda keltirilgan. Qurilmada yorug'lik manbai, fokuslovchi linzalari, atomizatorlar, yig'uvchi linzalar, monokromator va ro'yxatga olish qurilmalari mavjud. Yorug'lik manbasidan nurlanish atomizatorga yuboriladi, u atom gazi ishlab chiqarishga xizmat qiladi. Atomizorga kiradigan nurlanish atom gazi tomonidan rezonans ravishda so'riladi va keyinchalik elementning atomlari tomonidan barcha yo'nalishlarga qayta tarqaladi. Fluorescentni ro'yxatdan o'tkazish (yo'naltirish) mos yozuvlar nurlarining yo'nalishiga

to'g'ri burchak ichida amalga oshiriladi. Bu funksiya to'plash linzalari, monokromator va fotoelektronik yozish qurilmasi tomonidan ta'minlanadi.



8.38-rasm. Atom-fluoresent spektrometrlni blok-sxemasi.

Spektral tahlil usuli kashf qilingandan buyon u uzoq vaqt davomida turli yo'nalishlarda jadal rivojlanib borgan. Uslubni ishlab chiqishning asosiy bosqichlari - spektrlarning qo'zg'alishining yangi samarali manbalari, katta o'lchamdagi mukammal difraksiyon panjara ishlab chiqish, nazorat va o'lchash jarayonlarini avtomatlashtirishni ta'minlovchi kompyuter texnologiyasini joriy qilish, robotli namunalarni tayyorlash tizimlarini joriy etish.

Hozirgi kunda bu usuldan foydalanmasdan zamonaviy metallurgiya mahsulotlarini tasavvur qilish qiyin. Kimyoviy tarkibi temir va eritmalar eritmasining barcha bosqichlarida ishonchli nazorat qilinadi. Zamonaviy metall buyumlar ishlab chiqarishda atom emissiya spektroskopiyasining ahamiyati beqiyosdir.

Nazorat savollari:

1. Elektronlarni erkin chopishida nima tushiniladi?
2. Bikir va bikir emas yoyilishda nima tushiniladi?
3. Kogeren va kogeren emas yoyilishlar nimasi bilan farqlanadi?
4. Frenel Fraungofera difraksiyalari nima bilan farqlanadi?

5. Atom faktorli yoyilish $f(\Theta)$ va strukturaviy yoyilish faktorlari $F(\Theta)$ orasida qanday nisbat mavjud?

6. Elektronlar manbaining yorug'ligi nima va u tezlashtiruvchi kuchlanish o'zgarishi bilan qanday o'zgaradi?

7. Tanlab olingan oblastdan olingan difraksion tasvir va difraksion oqim tutami nima bilan farqlanadi?

8. Kondensator-obyektiv linza nima va uning obyektiv linzadan nima bilan farqlanadi?

9. Yoruq polosali va qorong'i polosali tassvirlar orasida qanday farq bor?

10. AKEM da olingan tasvirning SHEM da olingan tasvir nimadan afzalligi nimada?

11. AKEM da kattalashtirish qanday amalga oshiriladi?

12. Obyektiv linzaga nisbatan tutam holatini moslash zarur (Volt markazini moslash)?

13. Namunani fokusni aniq aniqlash qanday bajariladi?

14. Fokus chuqurligi va maydon chuqurligi nima?

9-BOB. MATERIALLAR SIFATINI AKUSTIK NAZORAT QILISH USULLARI

Hozirgi vaqtda sifatni buzmaslik usullari orasida akustik usullar alohida takidlanishi mumkin. Ular nuqsonlarni aniqlash, materiallarning fizik-mexanik xususiyatlarini nazorat qilish va nazorati obyektlarining o'lchamlarini o'lchash muammolarini yechishga imkon beradi. Akustik nazoratning turli usullarini qo'llashda ovoz va ultratovush diapazonlarining tebranishlari (50 Gts do 50 MGts gacha bo'lgan chastotada) ishlatiladi [17]. Ultratovush nazorati usuli eng keng tarqalgan usullardir. Bu usulni yuqori aniqligi, sezgirliigi, ishlashi, avtomatlashtirish qobiliyati, iqtisodiy samaradorligi bilan bog'liqdir.

9.1. Akustik to'liqlar va ularning tarqalishi

Akustik sifat nazorati turli usullarining xususiyatlarini tushuntirishda akustik tebranishlar va akustik to'liqlar kabi tushunchalar bilan uzviy bog'liqdir. Akustik to'liqlar elastik muhitda zarralarini mexanik qo'zg'alishilarning tarqalish jarayonidir. Akustik tebranish va to'liqlarning chastota diapazom 9.1-jadvalda aks ettirilgan.

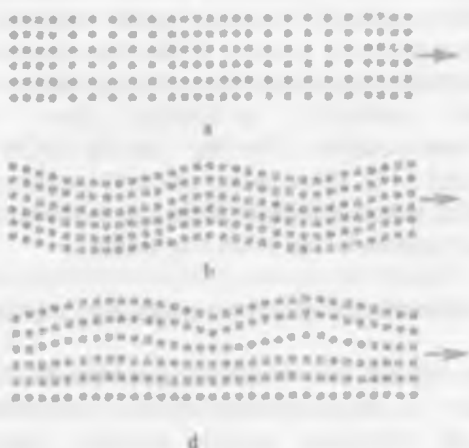
Akustik tebranish va to'liqlin chastotalar intervallarni diapozoni [1]

9.1-jadval

Tebranish va to'liqlar	Sifatli aniqlash	Chastota diapozoni, Gs	
		fizikaviy	shartli
Tovush	Eshitish diapozon	16...25 dan (15...20) · 10 ³ gacha	20... 20 · 10 ³
Ultratovush	Eshitish diapozonidan yuqori	(15...20) · 10 ³ dan 10 ⁶ gacha	
Gipertovush	Havo molekulalarining erkin yo'lidan to'liqlin uzunligi kam	10 ⁶ yuqori	

Muhitga qarab tebranuvchi zarralarni xususiyatiga ko'ra bo'ylama, ko'ndalang (siljuvchi), yuzaki, normal va boshqa tur to'liqlarga ajratiladi. Agar zarralarni tebranishi to'liqlin yo'nalishi bilan bir xil bo'lsa, bunday to'liqlar bo'ylama deyiladi (9.1-rasm, a). Ko'ndalang to'liqlarlarda muhit zarralarni tebranishi to'liqlin yo'nalishiga perpendikular yo'nalishda bo'ladi (9.1-rasm, a). Ular shaklni bikirligiga va siljish deformatsiyasiga qarshi tura oliadigan muhitda tarqaladi. Yuzaki to'liqlar yoki releya to'liqlari qattiq jismlarni erkin yuzasida tarqalishi mumkin (9.1-rasm, d). Zarracha

trayektoriyasini tabiatiga ko'ra, sirt to'liqini bo'ylama va ko'ndalang to'liqlarning kombinatsiyasi sifatida ifodalanishi mumkin. Yuza to'liqlarini mahsulot yuzasidagi nuqsonlarni aniqlash uchun muvaffaqiyatli qo'llash mumkin.



9.1-rasm. To'liqlarning ko'ndalang (a), bo'ylama (b) yuza bo'ylab (d) tarqalishining sxematik tasvirlanishi.

Cheklanmagan bir xil izotropik muhitda elastik to'liqlarning tarqalishi muayyan fazoviy xarakterga ega. Oldingi shaklga qarab, to'liqlar tekis, sharsimon va silindrsimon bo'lishi mumkin. Tekis to'liqlar tebranayotgan plastinka bilan qo'zg'atilgan bo'lishi mumkin, qachonki uning ko'ndalang o'lchamlari to'liq uzunligidan sezilarli darajada katta bo'lsa.

Sferik to'liqlar nuqta manbai yoki kichik o'lchamli sharsimon tana tomonidan qo'zg'atiladi.

Sferik to'liqlarning to'liqli sirtlari konsentrik shar shakliga ega. Silindrik to'liqlarining manbai uzunligi diametridan ancha kattaroq silindrl tanadir (sterjen).

9.2. Akustik to'liqlarni nurlanishi va qabul qilish

Akustik nazoratning turli usullarini qo'llash akustik to'liqlarning emissiyasi va qabul qilinishi bilan bog'liq. Bu vazifalar elektr energiyasini mexanik energiyaga aylantiradigan elektroakustik o'zgartirgichlar va aksincha amalga oshiriladi.

Akustik to'liqlarni tarqalish va qabul qilishning ikkita usullari mavjud: kontaktli va kontaktsez. Bevosita bo'lmagan usullar elektr

energiyasini akustik signalga aylantirishni nazorat obyektining o'zi sodir bo'lishiga asoslanadi. Kontaktsiz usullarning eng muhimi afzalligi – bu akustik signalni uning nazorati obyektiga sirtidan uzatilishi bilan bog'liq bo'lgan muammolarni bartaraf etishdir. Xususan, kontakti suyuqlikdan foydalanish zarurati bilan bog'liq cheklovlar, sirt qatlamining sifati, uning pishiqligi o'chiriladi.

Turli jismoniy effektlar va ularga asoslangan holda ishlab chiqilgan usullar elektr energiyasini to'g'ridan-to'g'ri nazorat obyektida akustik signalga aylantirish uchun ishlatilishi mumkin. Shunday qilib, termoakustik, optoakustik, elektromagnit-akustik kontaktsiz nurlanish usullari va akustik to'lqinlarni qabul qilish taklif qilindi.

Aloqa usullarini qo'llash uchun nazorat obyektidan ajratilgan faol elementlardan foydalaniladi. Energiya faol elementdan sinov obyektiga o'tkaziladigan kontakt vositasi yoki aksincha, odatda suyuq bo'ladi. Amalda, suyuqlik qatlamining qalinligidan farqli ravishda bir nechta aloqa usullari qo'llanilishi mumkin. Kontakt usuli bilan suyuq qatlamning qalinligi ultra-tovushning to'lqin uzunligini yarmidan oshmasligi kerak, ya'ni kontakt suyuqligi qatlami ingichka bo'ladi. Bunday kontakti ta'minlash uchun konvertor aloqa suyuqligi qo'llaniladigan sinov obyektining sirtiga mahkam bosiladi. Suyuqlik kinshimi usuli bo'shliqda bo'lsa, [17] holatni qondiradigan qalin va suyuq qatlamdir.

$$h_c > 0,5C_c\tau$$

bunda h_c – kontakt suyuqlik qatlamining qalinligi, C_c – kontakt suyuqlikdagi ovozning tezligi, τ – vaqtning samarali zarba muddati.

Immersion kontakt butun mahsulotni suyuqlik bilan vannaga botirish yoki nazorat joyida mahalliy immersion suyuqlik vannasini yaratish orqali ta'minlanadi.

Kontakt usuli yoriq usuliga yaqin. O'zgartirgich va mahsulot o'rtasida yoriq akustik kontakti olish uchun maxsus cheklovlar yordamida doimiy tirgish hosil qilinadi va kontakt suyuqlik bilan to'ldiriladi. Bu tirgishning qalinligi taxminan to'lqin uzunligiga teng bo'lishi kerak. Past chastotali akustik defektoskoplarda o'zgartirgichning nazorat obyektiga quruq aloqasi amalga oshirilishi mumkin. Metall materiallar nazoratida bunday kontakt usuli qo'llanilmaydi.

Akustik boshqaruv qurilmalaridagi kontak o'zgartirgichning asosiy turi pezoelektrik effektda ishlatiladigan o'zgartirgichlardir. Ushbu ta'sir pezomateriallar deb ataladigan bir qator moddalarda amalga oshiriladi. To'g'ridan-to'g'ri va teskari pezoelektrik effektlar mavjud. To'g'ridan-to'g'ri pezoelektrik effekt – qo'llaniladigan mexanik kuchlanish ta'siri

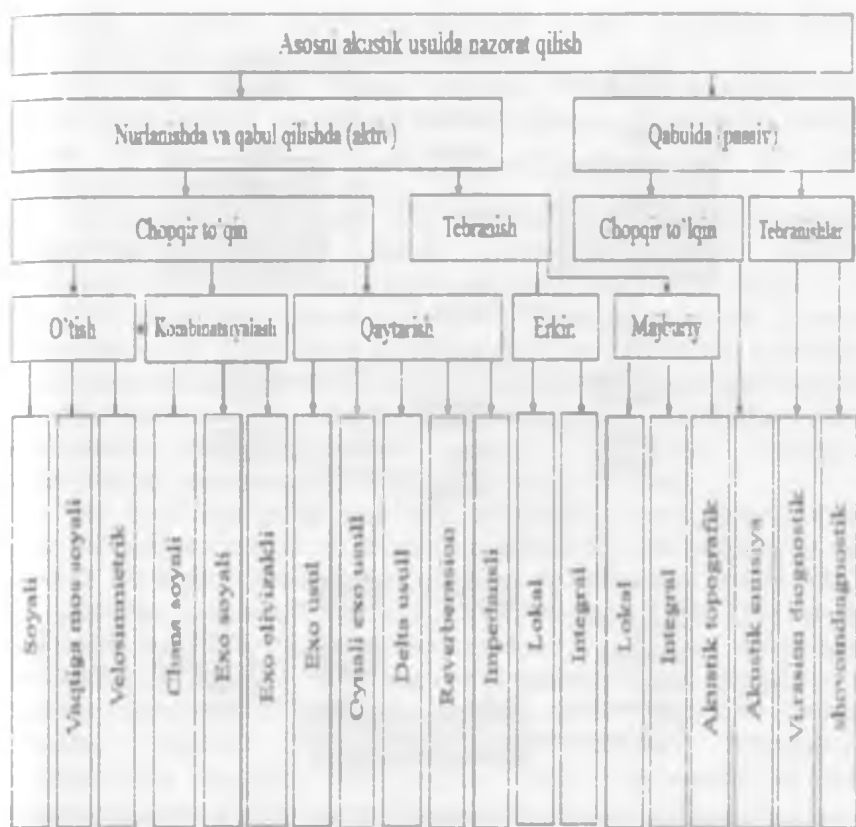
ostida materiallarda elektr polarizatsiyasining hosil bo'lishidir. Teskari ta'sir elektr maydonda joylashgan pezomateriallarda mexanik deformatsiyalar sodir bo'lganda namoyon bo'ladi. Akustik asboblarda bu ikkala effektdan ham foydalaniladi. Teskari piezoelektrik ta'sir to'lqin nurlatgichlarida qo'llaniladi va to'g'ridan-to'g'risi esa qabul qiluvchilarda ishlatiladi. Zamonaviy qurilmalarda pezomateriallarning asosiy turi piezoelektrik keramikalaridir.

9.3. Akustik sifat nazoratning asosiy usullari

Bugungi kunda ko'p sonli akustik nazorat usullari ishlab chiqildi. N.P.Alyoshin va boshqalar tomonidan taklif etilgan ushbu usullarning tasnifi [17] da keltirilgan. Ushbu tasnifga muvofiq, akustik nazorat usullari ikkita katta guruhga bo'linadi: faol va passiv (9.2-rasm). Faol usullar akustik tebranishlarni va to'lqinlarning emisson qabul qilishiga asoslangan. Passiv usullarni qo'llashda faqat ularni qabul qilish amalga oshiriladi. Ham faol, ham passiv usullar o'rganish obyektlarida harakatlanuvchi turg'un to'lqinlar va tebranishlar paydo bo'lishiga asoslangan bo'lishi mumkin.

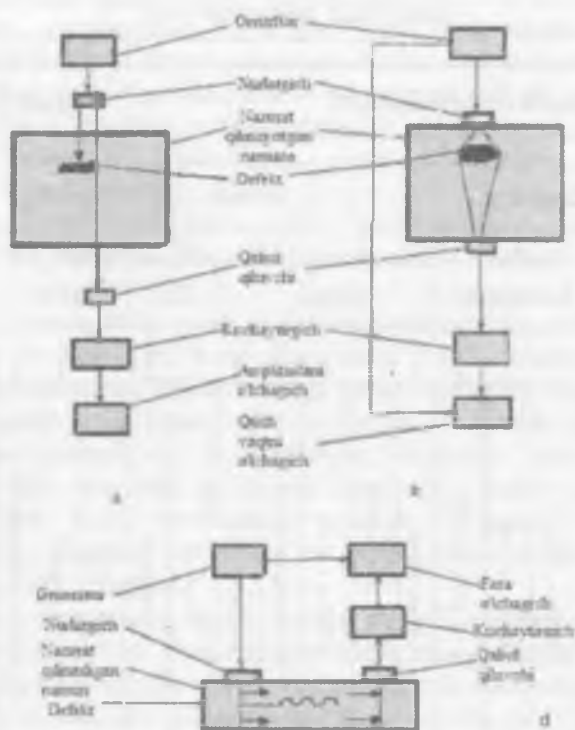
Tebranish chastotasiga qarab, barcha akustik usullar past va yuqori chastotaga bo'linadi. Past chastotali tovush va past chastotali ultratovush (bir necha o'n kGts) diapazonlardagi tebranishlarni ishlatadigan usullarni o'z ichiga oladi. Yuqori chastotali usullar yuqori chastotali ultratovushli diapazonda (yuz kGts...50 MGts) tebranishdan foydalanishga asoslangan. Metall materiallarni akustik nazorat qilish tez-tez yuqori chastotali usullar yordamida amalga oshiriladi.

Yugiruvchi to'lqinlarining ishlatilishi bilan bog'liq faol usullar to'lqinlarning o'tishi, aks etishi va ularning kombinatsiyasi (aks ettirish va o'tish) asosida kichik guruhlariga bo'linadi. Yugiruvchi to'lqinlarining o'tishidan foydalanadigan metodlarning kichik guruhi soya (amplituda), vaqtincha soyalar va velosimmetrik usullarni hosil qiladi. 9.3-rasmda sxematik tarzda o'tish usullari aks ettirilgan. Ushbu usullarni qo'llash uchun nazorat obyektlarining (nazorat qilinadigan maydonning) qarama-qarshi tomonlarida joylashgan nurlanuvchi va o'zgartirgichi qabul qiluvchi (priemnik) kerak [17]. O'tish usullarini qo'llashda ishlatiladigan nurlanish, impulsli (tez-tez) yoki doimiy bo'lishi mumkin.



9.2-rasm. Materiallarni akustik nazorat qilish usullarining klassifikatsiyasi [17].

Amplituda (soya) usulini qo'llagan holda, sinov obyektidagi nuqson mavjudligi sababli, uzatiladigan to'lqinning amplitudasining pasayishi qayd etiladi. Ushbu usulning mohiyatini tushuntiruvchi strukturaviy sxemaning asosiy elementlari generatorlar, nurlatgich, qabul qiluvchi, signal kuchaytirgichi va amplitudali o'lchagichdir (9.3-rasm, a).



9.3-rasm. Namunalarni nazorat qilishning o'tish usullariga asoslangan sxemasi: a-soya usuli; b-vaqtincha soya; d-velosimmetrik usul.

Materiallarning sifatini nazorat qilishning vaqtinchalik soya usuli, o'rganilayotgan obyektlardagi nuqsonlarni to'liqini bilan bog'laydigan kuchlanishlarning kechikish vaqtlarini o'lchashga asoslanadi (9.3-rasm, b). Kuzatilayotgan obyektning zonasi bo'ylab harakatlanuvchi to'liqinning o'tishi bilan nuqsonli bo'lgan uning tezligi o'zgarishi mumkin.

Boshqa usullar bilan ishlash qiyin bo'lgan materiallarning sifatini nazorat qilish uchun soya va vaqtincha soya usullari qo'llaniladi. Biz masalan, katta donli austenit po'lati, kulrang cho'yan, beton va boshqa materiallardan bahs yuritamiz [17].

Velosimmetrik nazorat qilish usuli, uning sxemasi shakl. 9.3-d rasmda elastik to'liqlarning tezligi o'zgarishini tahlil qilishga asoslangan. Taqdim etilgan rasmda shtrixlangan chiziq an'anaviy ravishda qatlamlangan materialning kesimida kamroq tezlikda tarqaluvchi to'liqinni

ko'rsatadi. Tarqatish tezligining pasayishi o'tgan to'lqinning fazasini siljish holati bilan aniqlanadi.

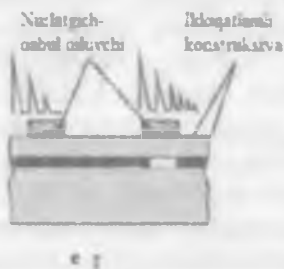
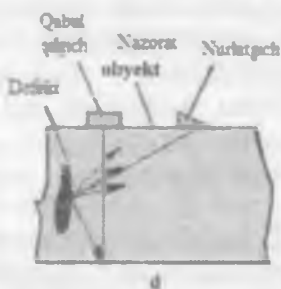
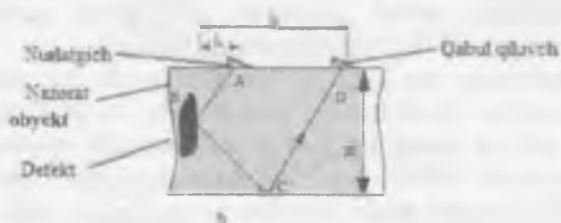
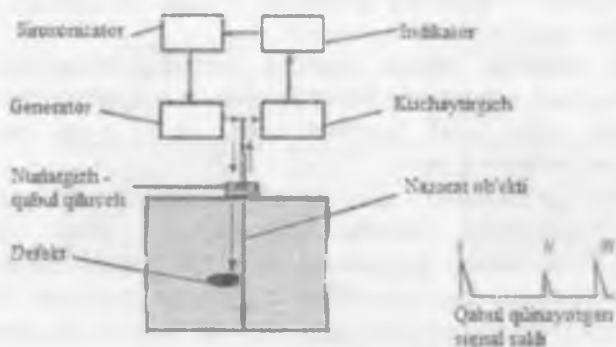
Aks etish uslubida, odatda, impulsli nurlanish ishlatiladi. Ushbu usullar ishlatiladigan asboblarda bir yoki ikkita o'zgartirgich borligini taxmin qiladilar. Aks etish usullari: exo usuli, oyna exo usuli, reverberatsion usuli va delta usuli.

9.4-rasmda ko'rsatilgan exo sxemasi o'zgartirgich tomonidan nurlantirgich funksiyasini hamda signallarning qabul qiluvchisi vazifalarini bajarishi taxmin qilinadi. qurilma zondlovchi impuls I, don signali III, obyektning teskari yuzasidan qaytgan va exosignal II nazorat imkoniyatiga ega. Obyektning qalinligini hosil bo'lishi bo'lib, impulslar II va III qabul etish jarayonida aniqlangan nuqsonlarni chuqurligini hisoblash mumkin. Exo usulining alohida sxemasini amalga oshiradigan akustik qurilmalarda signallarni qabul qiluvchi va qabul qiluvchining funksiyalarini bajaradigan ikkita o'zgartirgich qo'llaniladi.

Exo usuli amaliyotda eng keng qo'llanishni topdi. Akustik usullar bilan tekshirilgan barcha obyektlarning qariyb 90% bu usul bilan tahlil qilinadi. Ekologik uskuna metallurgiya va mashinasozlik mahsulotlarini, shu jumladan, prokatlash mahsulotlari, quyma mahsulotlar, payvandlash birikmalar, metall bo'lmagan materiallardan tayyorlangan mahsulotlarni tekshirishda qo'llaniladi. Mahsulotga bir tomonlama kirish mumkin bo'lsa, masalan, quvurlarning qalinligini aniqlash uchun ishlatilishi mumkin. Usulning boshqa funksiyalari materiallarning fizik-mexanik xususiyatlarini aniqlash bilan bog'liq. Ushbu muammoni hal qilish ultratovush tebranishni kamaytirishga asoslangan.

Oyna exo usuli sinov obyektining nuqsonlaridan va pastki yuzasidan aks ettirilgan signallarga asoslangan. 9.4-b rasmda nurlatgichdan qabul qiluvchigacha akustik signalning yo'li AVCD trayektorii bilan tavsiflanadi. Ko'zgu exouslubining bir nechta modifikatsiyasi ishlab chiqildi [17]. Shulardan K-usuli nomini olganlardan biri nurlatgichni va qabul qiluvchi obyektning qarama-qarshi tomonlarida joylashganligini taxmin qiladi. 9.4-b rasmda qabul qilgich tahlil qilinayotgan obyektning pastki qismidagi kesilgan chiziq bilan ko'rsatiladi.

Oyna exo usuli kirish yuzasiga vertikal bo'lgan yoriqlarni aniqlash uchun ishlatiladi. Ushbu usul sizga ko'zgu soya usulidan kichikroq nuqsonlarni aniqlash imkonini beradi. Oyna exo usulidan samarali foydalanish uchun nuqson joylashgan zonasida yetarlicha katta hajmli maydon mavjudligidir. Agar ushbu shart bajarilmasa, u holda boshqa usullarini, masalan, ko'zgu soyasi usulini qo'llanilishi kerak.

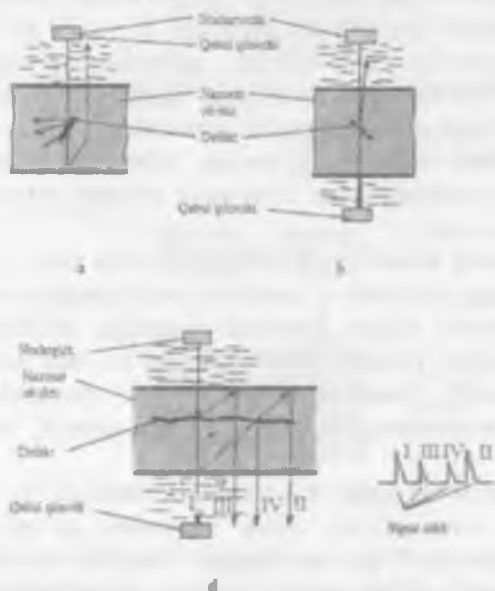


9.4-rasm. Qaytarish usullarini qo'llab namunalarni nazorat qilish sxemasi: a- exo usul; b- oynavand exo usul; d- delta- usul; e-reverberatsion usul.

Delta usulini qo'llashda nuqsonda to'lqinlarning difraksiya hodisasi qo'l keladi (9.4-rasm, d). Nurlatgich 2 dan nuqsonga tushayotgan ko'ndalang to'lqin qisman qaytadi, boshqa qismi esa ko'ndalang va transformatsiyalashgan bo'ylama to'lqin sifatida difragma qilinadi. Aks etgan to'lqinlar qisman bo'ylama to'lqinlarga aylanadi. Difragirlangan bo'ylama va biroz vaqt o'tgach obyektning pastki yuzadan aks etgan bo'ylama to'lqin, bo'ylama to'lqinlarining qabul qiluvchisi tomonidan qayd qilinadi. Delta usuli payvandlash sifatini nazorat qilishda qo'llaniladi.

Ko'zgu usullari kichik guruhiga kiritilgan usullardan yana biri o'rganilayotgan obyektidagi hajmning yoyilish vaqtini o'lchashga asoslangan reverbratsion usuldir. Ikki qavatli mahsulotning obyekt sifatida foydalanilganda uni amalga oshirish sxemasi 9.4-e rasmda keltirilgan. Qatlamlarni sifatli birikish zonasini kuzatish paytida, defektni o'z ichiga olgan zonaga nisbatan reverbratsiya vaqti kam.

Akustik to'lqinlarning tarqalishi va aks ettirish tamoyillarini qo'llaydigan kombinatsiyalashgan usullar orasida ko'zgu soyasi, exo soya va exo -o'tish usullari kiradi.



9.5-rasm. Kombinatsiyalashgan usullarni qo'llab obyektning nazorat qilish sxemasi: a- oyna- soya; b- exo soyali; d- exo ochiq.

Pastki signalning amplitudasini o'lchashga asoslangan oyna-soya uslubining sxemasi 9.5-a rasmda keltirilgan. Akustik signal mahsulotdan qabul qilgichgacha ikki marta nuqson bo'yicha o'tkazadi: oldinga va orqaga yo'nalishda (diagrammada aks ettiriladigan nur an'anaviy ravishda yon tomonga siljiydi). Nuqsonning mavjudligi signalni zaiflashtiradi. Shunday qilib, bajarish usuliga ko'ra, ko'zgu-soya usulini aks ettirish usullariga va uning jismoniy mohiyatiga ko'ra - soya uslubiga (yetkazish usuliga) bog'liq bo'lishi mumkin.

Ko'zgu soya usuli odatda exo usuli bilan birgalikda ishlatiladi. Ushbu yondoshuv, vertikal yoriqlar kabi ba'zi kamchiliklarni exo usuli

bilan yomon aniqlanmaganligi bilan izohlanadi. Oyna soya usuli, masalan, temir yo'l yoriqlarining bo'yida vertikal yoriqlar aniqlash uchun ishlatiladi. Ko'zgu soya usulidan foydalangan holda exo uslubiga nisbatan kattaroq yoriqlar aniqlangan.

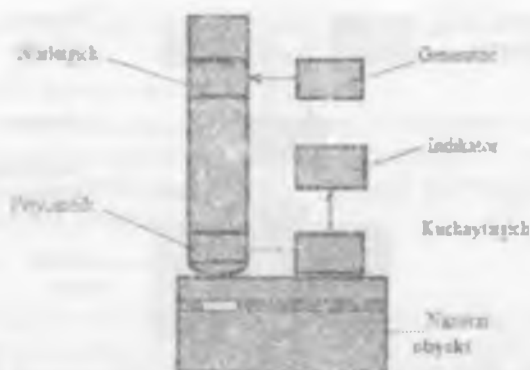
9.5-b rasm exo soya usulini ko'rinishi keltirilgan. Kombinatsiyalangan metodlar guruhiga topshirish usuli, ham uzatilgan, ham aks ettirilgan to'lqinlarning tahliliga asoslanadi. Bu usul payvandlangan birikmalar sifatini nazorat qilishda qo'llaniladi.

Ochiq exo usuli qo'llanilganda (9.5-d rasmda ko'rsatilgan) to'rt xil signal qayd etladi. Signal I ochiq. Signal II ikki marta aks ettirilgan to'lqinga mos keladi. Agar mahsulotda to'lqin uchun yarim shaffof nuqson mavjud bo'lsa, qabul qilgich exo signallari III va IV ni ushlaydi. Oxirgi ikkita signal, nuqsondan kelib chiqqan, mahsulotning yuqori (signal III) va past (signal IV) sirtlaridan keladigan to'lqinlarga mos keladi. Ochiq exo usuli soya kabi faqat mahsulotga ikki tomonlama kirish imkonini bo'lgan hollarda qo'llaniladi. Amalda bu usullar, misol uchun listlar kabi oddiy geometrik shaklli mahsulotlarini avtomatik ravishda nazorat qilish uchun ishlatiladi.

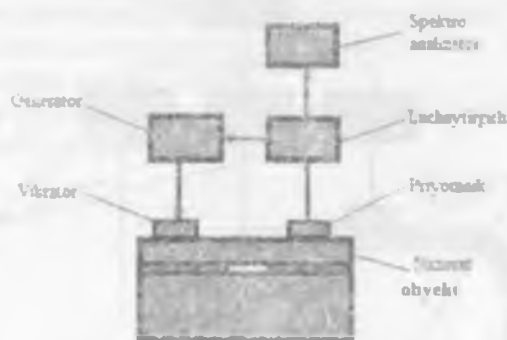
Materiallarning akustik sifat nazorati boshqa usuli – impedans usuli. 9.6-rasmda berilgan sxemada o'zgartirish funksiyasini mahsulot yuzasiga tayangan tebranuvchi sterjen tomonidan amalga oshiriladi. Obyektning nuqson ustidagi qismi yanada yumshoqroq bo'lib, past mexanik impedans bilan xarakterlanadi. Shunday qilib, nazorat obyektida biror nuqson mavjud bo'lsa, sterjenning tebranish tartibi o'zgaradi, bu aslida nuqson belgisidir [17].

Erkin tebranishlar usuli 9.7-rasmda keltirilgan bo'lib, mahsulotda qisqa muddatli tashqi ta'sir qilish natijasida qo'zg'algan tebranish chastotasini spektr tahliliga asoslangan. Bunday ta'sirni vibratorning bolg'asi bilan hosil qilish mumkin. Agar mahsulotda nuqson bo'lsa, chastota spektri yuqori oblastlarga siljiydi.

Akustik nazoratning rezonans usuli, pezo ultratovushli o'zgartirgich yordamida mahsulotdagi qo'zg'alishga asoslangan va tebranish rezonansi kuzatilgan chastotalarni aniqlaydi (9.8-rasm). Ushbu chastotalar mahsulotdagi nuqsonlarning mavjudligini aniqlaydi, uning qalinligini o'lchash.



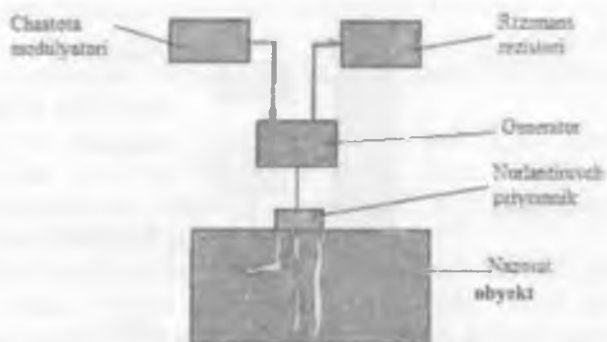
9.6-rasmi. Materiallar sifatini nazorat qilishning impedans usuli.



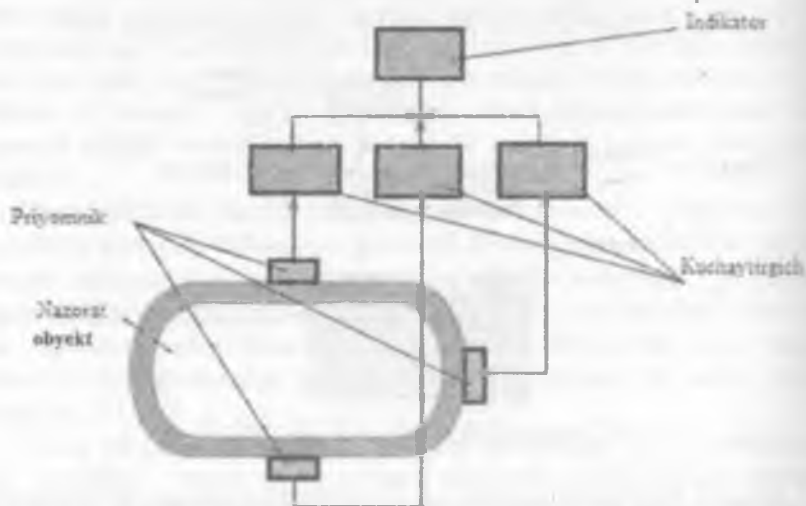
9.7-rasmi. Erkin tebranishlar metodi.

Akustik topografik nazorat usuli mahsulot yuzasiga qo'llaniladigan kukun yordamida amalga oshiriladi. Mahsulotdagi kamchiliklar mavjud bo'lsa, unda kichikroq miqdordagi kukun miqdori uning ustki qismida joylashgan joylarga nisbatan ancha murakkab. Ushbu hodisa mahsulotning defektli joylarida tebranish amplitudasini o'sishiga bog'liq.

Materiallarni akustik nazorat qilishning passiv usullari akustik emissiya, ultrash diagnostikasi va shovqin diagnostikasi usullarini o'z ichiga oladi. Akustik emissiya usuli akustik nurlanishning elastik to'lqinlarni qabul qilish va tahlil qilishga asoslangan (9.9-rasmi). Ushbu to'lqinlarning ko'rinishi sinov obyektining ichki strukturasi dinamik mahalliy tuzilishi hisoblanadi. Bunday qayta tuzilishning misollari yoriqlarning paydo bo'lishi va o'sishi, allotropik o'zgarishlar, dislokatsiya tizimining harakati. Emissiya manbalarining mavjudligi va ularning nazorat obyektidagi joylashuvi ularning o'zgartirgichlardan kelgan signallarni kompyuterda ishlashi bilan belgilanadi.



9.8-rasm. Material sifatini rezonans usuli bilan nazorat qilish.



9.9-rasm. Material sifatini akustik-emissiya usuli bilan nazorat qilish.

Akustik emissiya usulining muhim afzalligi – bu mahsulotni uzoq koʻrishdan katta miqdorda materiallarni tekshirish. Ushbu usul bilan qayd etilgan signallarga nuqsonlarning rivojlanishi (oʻsish) sodir boʻlgan materialning miqdori boshlanadi. Bunday kamchiliklar mahsulotni ishlatishda xavflidir. Akustik emissiya usuli gidroorganizmlar paytida, shuningdek yuk ostida ishlash paytida mahsulotni tashxislashda ishlatiladi. Hozirgi vaqtda bu usul turli xil mahsulotlarni, masalan, temir yoʻl transportining qismlarini sifat nazorati boʻyicha mutaxassislar tomonidan faol qoʻllanilmoqda.

Materiallar sifatini nazorat qilishning tebranish-diagnostics usulini tatbiq qilish, kontakt-qabul qiluvchi asboblardan foydalangan holda

qismning yoki yig'ilishning tebranish parametrlarini tahlil qilishga asoslangan. Shovqin diagnostikasi usuli yordamida ishchi mexanizmlarning shovqin spektri o'rganiladi.

Bir qator akustik usullar cheklangan. Velosimmetrik, reberatsion, impedansli, akustik-topografik usullar, shuningdek, mahalliy erkin tebranish usuli asosan kompozitlarni va metall bo'lmagan materiallarni nazorat qilish uchun ishlatiladi.

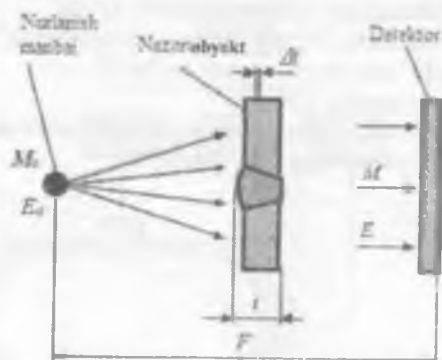
Nazorat savollari:

1. Obyektning defektoskop bilan nazorat qila olish sharti qanday?
2. Nazorat zonasi skanerlash qanday amalga oshiriladi?
3. Akustik defektoskopga qo'yiladigan asosiy shartlar qanday?
4. Impulslı defektoskopni asosiy qismlarini ayting.
5. Sezgirlikni vaqtincha sozlash sxemasi nimaga kerak?
6. Qaysi hoılarda sinxronizator kerak bo'ladi?
7. Ishchi chastota qanday tanlanadi?
8. Qanday qilib kerakli signallar shovqinlardan ajratiladi?
9. Shovqinlarni yo'qotish usullari qanday?

10-BOB. RADIATSION NAZORATI

10.1. Radiatsion nazorat haqida ma'lumot

Mashinasozlik, metallurgiya va boshqa sohalarda qo'llanadigan sinovlari usullari orasida radiatsion nazorat usullari bir qator ko'rsatkichlarga ko'ra ajratilishi mumkin. Ular 1 dan 700 mm gacha qalinlikdagi metall buyumlardagi kamchiliklarni aniqlash imkonini beradi. Ushbu usullarning mohiyati sinov obyekti orqali o'tadigan ionlashtiruvchi nurlanishni nazorat qilish va tahlil qilishga asoslangan. Radiatsion nazorat sxemasi 10.1-rasmda ko'rsatilgan. Ushbu sxemaning asosiy elementlari - radiatsiya manbai, tahlil qilingan obyekt va detektor.

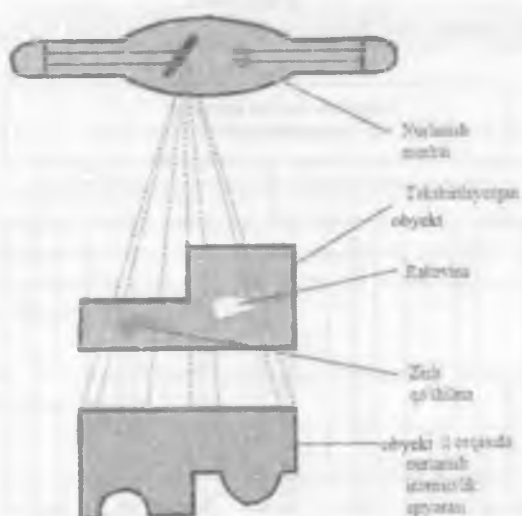


10.1-rasm. Nazorat obyektini ionlanuvchi nurlar bilan nurlash sxemasi: M-nurlanish intensivligi; E-nurlanish energiyasi.

Radiatsion tekshirish usullarining asosi – sinov obyekti tomonidan ionlashtiruvchi nurlanishni yo'qotish fenomeni. Obyektida har qanday nuqson mavjud bo'lsa, bu ionlashtiruvchi nurlanishning susayish darajasiga ta'sir qiladi. Nazorat qilinadigan obyekt orqali o'tadigan nurlanishning intensivligi materialning zichligiga, undagi nuqsonlarning zichligiga, obyekt qalinligiga qarab o'zgaradi (10.2-rasm).

Radiatsion nazorati odatda obyektlari payvandlangan va kavsharlangan bo'g'inlar, quymalar, to'qimalar, ko'p qatlamli materiallar va konstruksiyalar, agregatlar, uzellar, mexanizmlardir. Nazorat jarayonida payvand nuqsonlar, yoriqlar, critmalar, quyilmay qolgan yerlar, kuyishlar, chuqurchalar, listlarni siljigan qirralari, devorlarni turli qalinliklari, ichki yopiq bo'shliqlarning tartibsiz shakllari, yorilgan qatlamlar, zaklyopkalar va asosiy materiallar o'rtasidagi bo'shliqlar, zaklyopka shaklidagi

o'zgarishlar hamda boshqa nuqsonlar aniqlamshi mumkin. Ko'pincha radiatsion nazorat usullari payvandlash, quyish mahsulotlarini sifatini nazorat qilish, shuningdek yig'ish ishlarining sifatini nazorat qilish uchun ishlatiladi. Radiatsion usullar nafaqat nazorat ostidagi narsalardagi nuqsonlarni aniqlash uchun, balki murakkab obyektlarning ichki strukturasi tahlil qilish uchun ham javob beradi. 10.3-rasmda misol tariqasida, gaz turbinasi pichog'ining ichki strukturasi baholash uchun olingan surat taqdim etiladi.



10.2-rasm. Defektlari mavjud bo'lgan obyektidan o'tishda Rentgen nurlarini kuchsizlanish sxemasi.

Ionlashtiruvchi nurlanish manbalari turlicha tabiatga ega bo'lishi mumkin. Yemirmasdan nazorat qilishning radiatsion usullarini tasniflash 10.4-rasmda keltirilgan. Eng keng tarqalgan usul – rentgenografiya, rentgenoskopiya va γ -nazorat. Ionlashtiruvchi nurlanish manbalari sifatida rentgen apparatlari, zaryadlangan zarralar tezlagichlar (elektronlar) va izotoplar ishlatiladi.

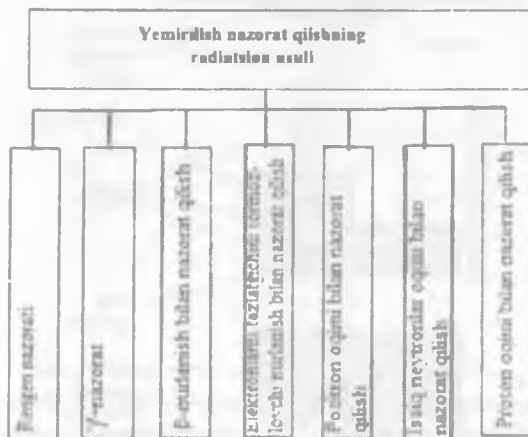
10.2. Radiatsion nazorat qilish usullari va jihozlari

Rentgen qurilmalari energiya manbai sifatida 0,5 dan 1000 keVgacha bo'lgan tormozlovchi va xarakterli radiatsion manbalar qo'llaniladi. Ushbu

manbalar 120 dan 160 mm gacha qalinligi bo'lgan mahsulotlarni skanerlashda ishlatiladi.



10.3-rasm. Gaz trubinasi lopatkasining ichki tuzilishi.



10.4-rasm. Yemirilishsiz nazorat qilishni rentgen usuli klassifikatsiyasi.

Elektron tezlatgichlar yuqori energetik tormozlovchi nurlanish energiya manbalari sifatida xizmat qiladi. Nurlanish energiya 35 MeV ga yctadi. Elektron tezlatgichlari qalinligi 450 mm dan ortiq bo'lgan detal va zagotovkalarni nurlash uchun ishlatiladi. Elektron tezlatgichlar yuqori energiyali manbalar β -nurlanish va neytron generatorlaridir. Radioaktiv izotoplar rentgen nurlari, α , β va γ nurlari, neytron oqimi va pozitronlar manbalari bo'lib xizmat qiladi. Izotoplar 200 mm qalinlikdagi po'lat mahsulotlarni yoritishda (nurlashda) ishlatiladi.

α -zarrachalar yuqori ionlashtiruvchi va past darajada kirib borish qobiliyatiga ega. Ular atmosfera bosimida 10 sm dan oshmaydigan havo qatlamidan, 150 mikrongacha bo'lgan suv qatlamidan, 150 mikron

qalinlikdagi alyuminiy follardan o'ta oladi. Shu sababdan α -radiatsion manbalar mashinasozlik detallarini yoritishda foydalanilmaydi. β - nurlanish bilan solishtirganda, β -nurlanishning kirib borish qobiliyati ancha yuqori, β -zarralari qalinligi 5 mm bo'lgan aluminiy qatlamidan o'tadi.

Rentgen va γ -gamma nurlari, nazorat qilinadigan obyektlarning materiallari bilan o'zaro aloqada bo'lganda, elektronlarning tarqalishi va kinetik energiyani o'zgarishi tufayli energiyasini yo'qotadi. Rentgen nurlari va γ -gamma nurlarining intensivligini susayish darajasi ularni energiyasiga, yoritilgan materialning qalinligiga va zichligiga bog'liq. Radiatsiyaning tor nurini ishlatganda radiatsiya intensivlikni kamaytirish qonuni quyidagicha ko'rinishda bo'ladi:

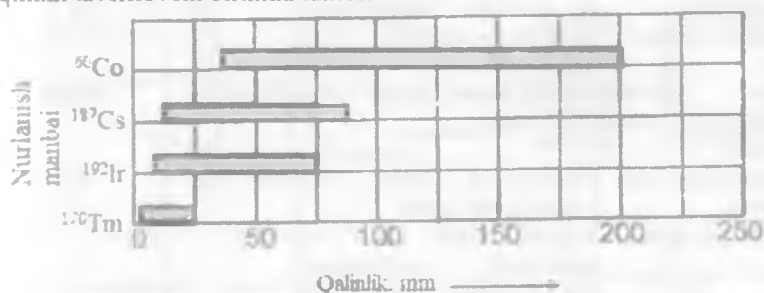
$$I_d = I_0 e^{-\mu d},$$

bunda I_d va I_0 – mos ravishda yoritilganidan oldin va keyin radiatsiya zichligi; d – yoritilgan obyektning qalinligi; μ – chiziqli susayish koeffitsiyenti, radiatsion energiyaga va materialning zichligiga bog'liq.

Radiatsiyaning keng nuridan foydalanilganda, uning xususiyati, asosiy nurlanishdan tashqari, tarqoq nurlanishning sezilarli qismini tashkil etadigan bo'lsa, yoritilgan obyektning orqasida joylashgan qalinligi d bilan nurlanishning intensivligini qo'shadi

$$I_d = I_0 e^{-\mu d} B,$$

bu yerda B – yoritilgan qismning orqasidagi ikkinchi radiatsiya oqimini tavsiflovchi birikma faktor.



10.5-rasm. Gamma-defektoskoplardan foydalanib temir asosli obyektlarni nazorat qilish uchun radiografiyani qo'llash oblastlari.

Materialning yoritilish chuqurligi turli omillar, jumladan, uning zichligi va radiatsiya manbalarining turi bilan aniqlanadi. 10.5-rasmida gamma-defektoskoplardan foydalanilganda temir moddaga asosli obyektlarga mos keladigan radiografiyaning sohalari ko'rsatilgan.

Radiatsion nuqsonlarni aniqlashda ishlatiladigan xarakterli qiymatlar va birliklar 10.1-jadvalda keltirilgan

Ionlashuv nurlashishning asosiy dozometrik qiymatlari va ularni birliklari

10.1-jadval

Dozimetrik kattalik		Asosiy birliklar SI sistemasida	Sistemadan tashqaridagi birliklar
Nomlanishi	Ta'rif		
Zarracha oqimi yoki kvant zichligi	Bir vaqtning o'zida bu sohaning kesim sohasiga kichik bir sohani kesib o'tgan zarralar (kvantlar) soniga nisbati	Zarracha/m ² -s	
Nurlanish intensivligi	Kichik bir soha bo'ylab bir vaqtning o'zida nurlanish bilan uzatiladigan energiyani bu sohaning ko'ndalang kesimiga nisbati	Wt/m ²	
Nurlanish dozasi (yutilgan doza)	Radiatsion energiya nurlangan moddaning massaviy massasi tomonidan	Dj/kg	Rad (1 rad = 10 ⁻² Dj/kg = 10 erg/g)
Ekspozitsion doza (kvant nurlanish dozasi)	Kvant radiatsiyasining dozasini, elektron muvozanatida havoning ionlashi bilan belgilanadi	Kl/kg	R (Rentgen) (1R = 2,58·10 ⁻⁴ Kl/kg)
Doza quvvati (singan quvvati)	qabul qilingan dozani qabul qilish vaqti	Dj/kg·s	rad/s
Ekspozitsion doza quvvati	Ekspozitsion dozani vaqt birligi ichida ortishi	A/kg	R/s
Ekvivalent doza	Tegishli sifat omili va taqsimlash koeffitsiyenti bilan berilgan nurlanishning so'rilgan dozasi	Dj/kg	Ber

Deteksion uslubiga qarab, ya'ni obyekt orqali uzatiladigan nurlanish ro'yxatdan o'tkazish usuli bilan radiatsion monitoring usullari uch guruhga bo'linadi:

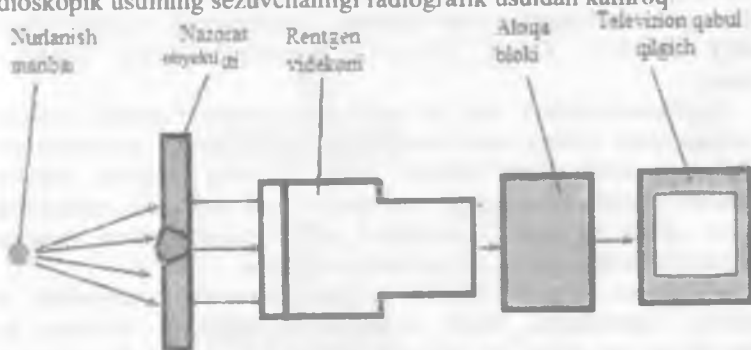
- radiografik,
- radioskopik (radiatsiya introskopik usullari),

– radiometrik.

Sanoatdagi eng sodda va keng tarqalgan usul – radiografiya usulidir. Ushbu test obyektini radiografik suratini olish imkonini beradi, bu test natijasining hujjatli dalilidir. Obyekt orqali uzatiladigan radiatsiya detektori fotoplyonka yoki yarim o'tkazgich plastina bo'lishi mumkin.

O'rganilayotgan obyektlarni yemirmasdan sinovdan o'tkazishning radioskopik usuli chiqish ekranda yorug'lik tasvirining radiatsion-optik o'zgartirgichini olish asosida amalga oshiriladi. Ushbu usulni qo'llashda obyektning strukturasi xususiyatlarini tahlil qilish to'g'ridan-to'g'ri nazorat qilish jarayonida amalga oshiriladi. Ushbu usul sizga boshqarish obyektlarini turli burchaklar ostida ko'rish imkonini beradi, natijada ularning ishonchligini oshiradi.

Fluoroskopik ekranlar, sintillash kristallari, elektron-optik o'zgartirgichlar, elektromagnit va termoluminescentli ekranlar obyektning yashirin radiatsiya tasvirini yorug' soylali tasviriga aylantiradigan radioskopik detektor sifatida ishlatiladi. 10.6-rasm rentgen videkon bilan jihozlangan radioskopik qurilmaning blok-sxemasi keltirilgan. Radioskopik usulning sezuvchanligi radiografik usuldan kamroq.

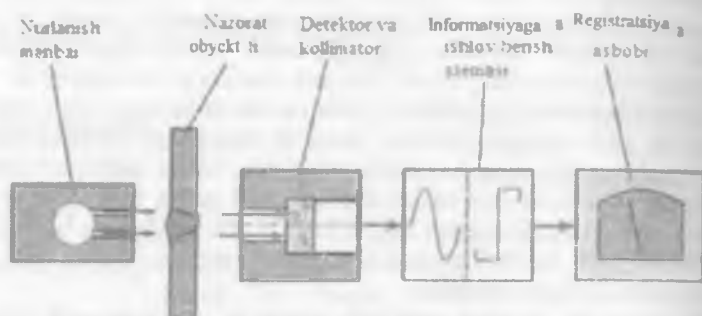


10.6-rasm. Radioskopik qurilma blok-sxemasi.

Radiometrik nuqsonlarni aniqlash usulini bajarishda, obyektning ichki holati to'g'risida ma'lumot elektr signallari shaklida olinadi, uning kattaligi obyekt orqali o'tadigan radiatsiya oqimiga mutanosibdir. Ushbu uslubning afzalliklari avtomatlashirish, yuqori ishlash tahlili bilan bog'liq. Radiometrik kuzatuv uchun ishlatiladigan montajning blok diagrammasi 10.7-rasmda keltirilgan.

Radiatsion monitoringni amalga oshirish uchun maxsus uskunalarning bir nechta turi ishlatiladi. Ular orasida turli turdagi rentgen apparatlari (statsionar, mobil, portativ); γ -detektorlari (ko'chma, portativ,

statsionar); betatronlar; chiziqli tezlatkichlar va mikrotronlar; yopiq radioizotopli γ - va β -nurlanishining manbalari.

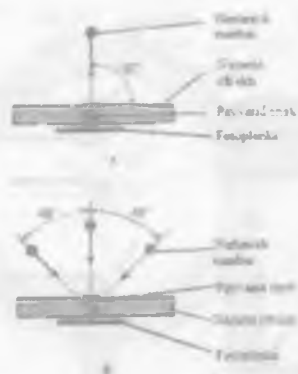


10.7-rasm. Radiometrik qurilmani blok-sxemasi.

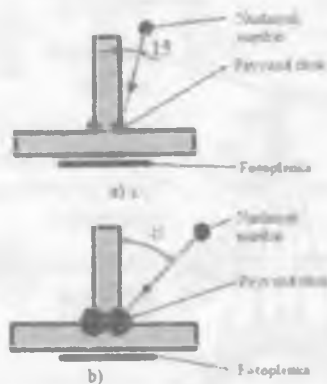
Obyektlar orqali uzatiladigan nurlanishni aniqlash maqsadida turli xil ionlashtiruvchi detektorlardan foydalanish mumkin. Bunga ionizatsiya kameralari (GOST 18668-73) va gazni hisoblagichlar kiradi. Amalda bir nechta gaz hisoblagichlari qo'llaniladi: proporsional, Geyger-Myuller (GOST 17415-72, GOST 17416-72), koronnali (GOST 17414-72), uchqun.

Radiatsion nazorat usuli bir qator operatsiyalarni amalga oshirishni o'z ichiga oladi. Asosiy amaliyotlarga quyidagilar kiradi: test obyektining loyibalashini tahlil qilish, optimal skaner tasvirini aniqlash, radiatsiya manbasini tanlash, laboratoriya xodimlarini ionlashtiruvchi nurlanishdan himoya qilish, kasetlarni zaryadlash va o'rnatish, ularni tarqalgan nurlanishdan himoya qilish uchun choralar ko'rish.

Radiatsion nazorat sifatini belgilovchi asosiy omillardan biri radiatsiya manbalarini tahlil qilinayotgan obyektga nisbatan joylashtirishning to'g'riligi. Qoplangan payvand chokning skanerlashning mumkin bo'lgan yoritish sxemasi 10.8-rasmda ko'rsatilgan. Boshlang'ich listlarni qirralarini X-shaklida kesish amalga oshirilganda, choklarning 10.8.b-rasmda ko'rsatilgan sxema bo'yicha yoritishni tavsiya etiladi. T-payvandlangan choklarni birlashtiruvchi elementlarning to'liq va to'liq bo'lmagan eritib borishini yoritish uchun 10.9-rasmdagi sxemadan foydalaniladi. Qoplangan va burchakli payvandlangan choklarni diagnostikasi xususiyatlari 10.10-rasmda ko'rsatilgan. Quvurlarning radiatsiya nazorati odatda bitta devor orqali yoritish amalga oshiriladi (10.11-rasm). 10.12 va 10.13-rasmlarda diametri katta quvurlar (130 mm dan ortiq) yoritish va kichik nazorat obyektlari uchun berilgan.

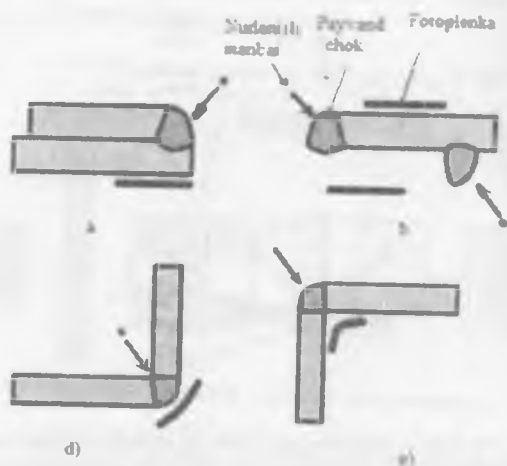


10.8-rasm. Payvand choklarni nur bilan tekshirish sxemasi: a- listlarni qirralariga dastlabki ishlov berilmagan payvand chok; b-listlarni qirralariga X-shaklidagi ishlov berilgan payvand chok.

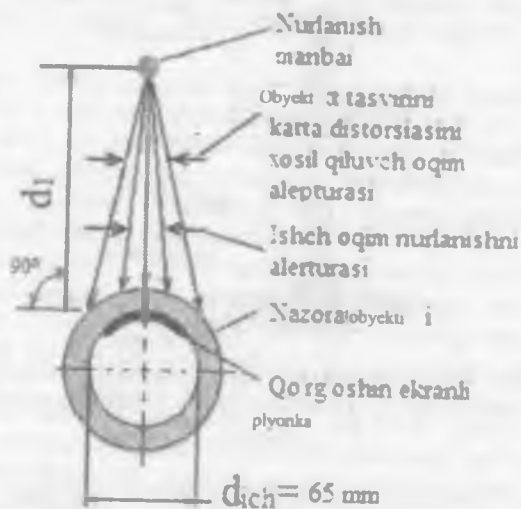


10.9-rasm. T-tipidagi payvand choklarni nurlantirish sxemasi. a-birikma elementlari to'liq eritilmagan; b-birikma elementlari to'liq eritilgan.

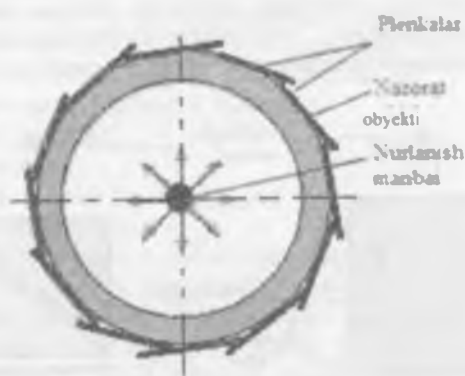
Ko'plab murakkab geometrik shakldagi haqiqiy obyektlarni aniqlanganda, tasvir sifati va nuqsonlarning aniqlanishini kamaytiruvchi omil alohida elementlarning har xil qalinligidir.



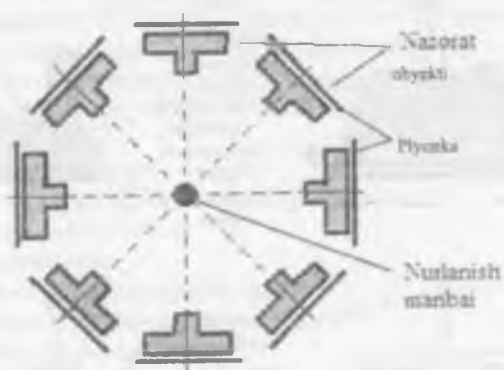
10.10-rasm. Ustam-ust (a,b) va burchak (d,e) payvand birikmalarini nurlash sxemasi.



10.11-rasm. Halqali payvand birikish chokini bir devor ortidan nurlantirish.



10.12-rasm. Katta diametrdagi trubani nurlash sxemasi

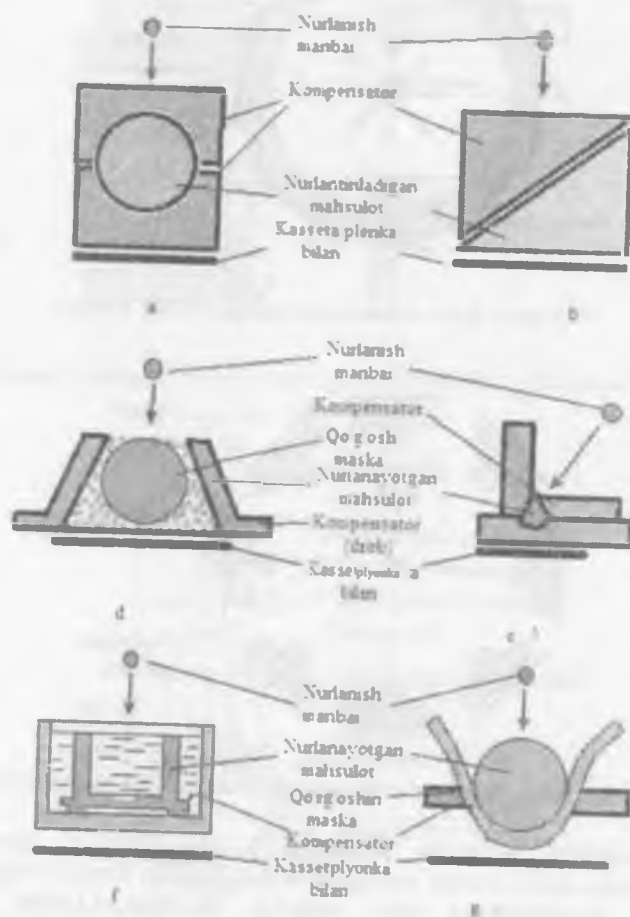


10.13-rasm. Bir xil obyektlarni nurlash bilan nazorat qilish sxemasi

Murakkab geometrik shaklning ko'plab haqiqiy obyektlarini tashxislashda tasvir sifatini va nuqsonlarni aniqlashni kamaytiradigan omil alohida elementlarning turli qalinligi hisoblanadi. Ushbu turdagi obyektlarni tadqiq qilish, rasmni qoralash zichligini tenglashtiradigan maxsus kompensatorlar yordamida amalga oshiriladi. Kompensatorlar nazorat qilinadigan obyektlar bilan bir xil materiallardan yoki atom raqami va zichligi bilan ularga yaqin bo'lgan materiallardan tayyorlanadi.

Qattiq, suyuq va kukun kompensatorlarini ishlatishda tajriba mavjud. Amalda, tasvirning qorayishini zichligi uchun hatto shakllantirilgan

plitalar ham ishlatiladi - bashmak, qotishma, mastika, quruq yoki og'ir elementlarning suyuq tuzlari. Turli shakllarda mahsulotlarni nazorat qilish uchun kompensatorlarni ishlatish misollari 10.14-rasmda ko'rsatilgan.



10.14-rasm. Detal qalinligi kompensatorlari: a,b-bashmaklar; d-metall drob; e-mastika; f-suyuq kompensator; g-detalni qisman folga bilan o'rash.

Nazorat qilinadigan obyektlarning qalinligi oshishi emissiya spektrining o'zgarishiga olib keladi. Uning yumshoq komponenti kechiktirilsa, unda qattiqroq komponent saqlanib qoladi.

Radiatsion monitoring vaqtida olingan tasvirlarning sifati turli sezuvchanlik etalonlari bo'yicha baholanadi. Kimyoviy tarkibi va zichligi nazorat obyekti materialiga mos keladigan materiallardan namunalari tayyorlanishi kerak. Hozirgi paytda foydalanilmoqda:

- pog'onali turidagi sezgirlik etalonlari,
- ariqchali etalonlar,
- simli etalonlar,
- pog'anali-teshikli etalonlar,
- plastinkali etalonlar.

10.15-rasmda radiatsion monitoringni amalga oshirishda foydalaniladigan ariqchali, simli va plastinkali etalonlar ko'rsatilgan. Etalonlar, natijada olingan tasvirlarning nisbatan sezgirligini taxmin qilish imkonini beradi. Ariqchali etalonlarni uchta etalon o'lchami mavjud. Har bir etalonda oltita ariqcha hosil qilingan. Simli etalonlarni to'plami to'rtta o'lchamga ega. Har bir etalonda yettita sim mavjud bo'lib, ular plastmassa idishga kigizilgan. Simlarni geometrik diapazon diametri 0.05...4 mm oralig'ida joylashgan. Plastinkali etalonlarni ochiq teshiklari mavjud. Ularni 12 ta o'lchami qo'llanilib, qalinligi 0,1 dan 2,5 mm oralig'ida. Har bir plastinada ikkita teshik ochilgan. Etalonlarning har biri belgilangan bo'lib, unda qaysi materialdan tayyorlanganligi va uning o'lchamlari (nomeri). Etalonni turini tanlash obyektning tabiati va nazorat shartlari bilan belgilanadi.

Radiatsion nazoratni amalga oshirishda yakuniy natijani belgilaydigan asosiy parametrlar quyidagilardan iborat:

a) energiya manbai uchun:

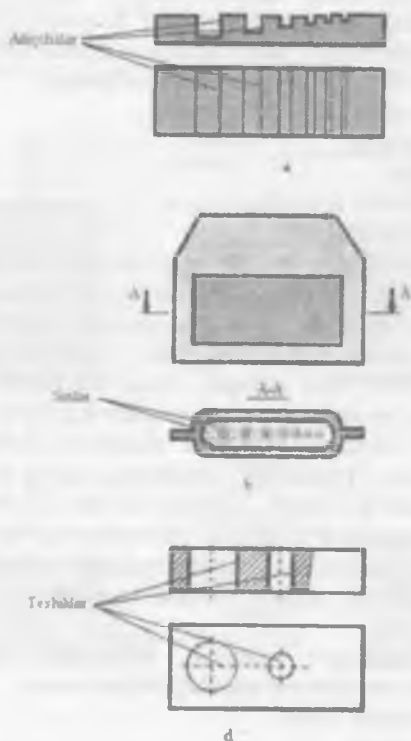
- manba energiyasi;
- radiatsion energiya taqsimot spektri;
- ekspozitsion dozasi quvvati:

b) obyektni nazorati uchun:

- obyektning materiali;
- materiallar zichligi, ρ ;
- elementning atom raqami, z ;
- chiziqli susayish koeffitsiyenti, u ;
- dozani yig'ish omili, V (sinov obyektidagi materialda radiatsion tarqalishning xarakteristikasi),

– nazorat qilinadigan obyektida mavjud bo'lgan odatiy kamchiliklarning moddiy tavsifi:

- nazorat obyektidagi odatiy kamchiliklarning o'lchami:



10.15-rasm. Segirlikning ariqchali (a), simli (b) va plastinkali (d) etalonlari.

d) detektor uchun:

- spektral sezuvchanlik;
- hal qilish qobiliyati;

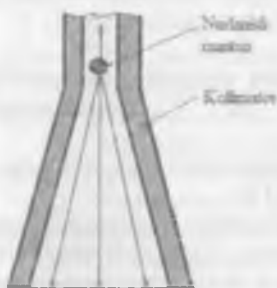
e) boshqarish jarayoni uchun

- mutlaq va nisbiy sezgirlik (W_{mut} , W_{nis}),
- nuqsonlarni aniqlash,
- ishlash nazorati.

W_{mut} ning mutlaq sezuvchanligi radiatsion nazorat usuli tatbiq etilayotganda aniqlangan minimal nuqson yoki etalon elementining o'lchamlari bilan aniqlanadi. W_{nis} usul bo'yicha nisbatan sezgirligi minimal aniqlanishi mumkin bo'lgan nuqson yoki etalon $\Delta\delta$ elementining mahsulotning qalinligigacha δ bo'lgan hajmining nisbati:

$$W_{\text{nis}} = \Delta\delta\delta - 100\%$$

Yo'naltirilgan ionlashtiruvchi nurlanishni shakllantirish uchun kollimatorlar (odatda, asosan, qo'rg'oshin yoki uning qotishmalaridan tayyorlangan) (10.16-rasm) ishlatiladi.



10.16-rasm. Yo'naltirilgan nurlash oqimini hosil qilish sxemasi.

Olingan rentgenografiya tasvirini dekodlash jarayoni ko'plab omillar, jumladan nazorat obyektining geometrik xususiyatlari, nazorat vositalarining texnik xususiyatlari va operatorning malakasi bilan ta'sirlanadi. Ayniqsa, mas'ul bo'lgan obyekt nazorat ostiga olinadigan bo'lsa, kamchiliklarning mavjudligi qabul qilinmaydi, kamida ikkita malakali operatorni jalb qilish tavsiya etiladi.

Nazorat savollari:

1. Rentgen nurimng tabiati va xossasi qanday?
2. Doimiy nurlanuvchi rentgen qurilmalarining umumiy tuzilishi.
3. Doimiy nurlanuvchi rentgen lampasining tuzilishi va ishlash prinsipi.
4. Impuls rentgen nurlanuvchi apparatli tuzilishi.
5. Impuls nurlanuvchi rentgen lampasining tuzilishi va ishlash prinsipi qanday?
6. Rentgenografik nazoratda fokus masofasi nima deyiladi?
7. Rentgenografik nazoratning asosiy parametrlarini ayting.
8. Doimiy nurlanuvchi apparatni ekspozitsiya vaqti qanday aniqlanadi?
9. Impuls apparatlarning nazorat ko'rsatgichlarini ayting.
10. Kuchaytiruvchi ekranning vazifasi nimadan iborat?
11. Rentgen nazoratini o'tkazishning tartibi.

FOYDALANILGAN ADABIYOTLAR

1. Арутюнов П.А., Толстшина А. Атомно-силовая микроскопия в задачах проектирования приборов микро- и нанoeлектроники. Ч. 1. – М.: Микроэлектроника, 1999, т. 28, № 6.
2. Бахтизин Р.З. Сканирующая туннельная микроскопия - новый метод изучения поверхности твердых тел // Соросовский образовательный журнал, 2000, № 11.
3. Бирке Л. С. Рентгеновский микроанализ с помощью электронного зонда. – М.: Металлургия, 2018, 315 с.
4. Бехтерев А.В. Современные тенденции развития оборудования для атомно-эмиссионного спектрального анализа / В.А. Лабусов, В.И. Попов, А.Н. Пузьмаков, Д.О. Селюнин. Труды 4 междунар. симпозиума «Применение МАЭС в промышленности». – Новосибирск, 2003, 4-9с.
5. Брандон Д., Каплан У. Микроструктура материалов. Методы исследования и контроля. – М.: Техносфера, 2004, 384 с.
6. Практическая металлография. Богомоллова Н.А. – М.: Высшая школа, 2012, 272 с
7. Выборное Б.И. Ультразвуковая дефектоскопия. – М.: Металлургия, 2004, 240 с.
8. Встченко В.Н. Контроль качества сварных конструкций - М.: Машиностроение, 2015, 152 с.
9. Гиваргизов Е.И. Кристаллические висеры и наноострии // Природа, 2003, № 11.
10. Дробышев А.И. Основы атомного спектрального анализа. Учеб. Пособие / А.И. Дробышев. - СПб.: Изд-во С.-Петербург ун-та, 2013, 200 с.
11. Данилов А.И. Сканирующая туннельная и атомно-силовая микроскопия в электрохимии поверхности // Успехи химии, 1995, N 8, 818-833с.
12. Илюшин В.А., Величко А.А. Процессы нанотехнологии. - Новосибирск: Изд-во НГТУ, 2004, 108 с.
13. Кузяков Ю.Я. Методы спектрального анализа / К.А. Семенов, Н.Б. Зоров. – М.: Изд-во МГУ, 1998, 213 с.
14. Кустанович КМ. Спектральный анализ / И.М. Кустанович. – М.: Высшая школа, 1998, 351 с.
15. Металловедение и термическая обработка стали. В 3 г. / Под ред. М.Л. Бернштейна, А.Г. Рахштадта. Т.1. Методы испытаний и исследования. - В 2 кн. Кн. 1. – М.: Металлургия, 2014, 304 с.
16. Микроанализ и растровая электронная микроскопия / Под ред. Ф. Морис, Л. Мени, Р. Тискье. – М.: Металлургия, 2001, 392 с.

17. Методы акустического контроля металлов / Н.П. Алешин, В.Е. Белый, А.Х. Вовилкин и др. - М.: Машиностроение, 2012, 456 с.
18. Методы спектрального анализа. Учебник для ун-тов / Под ред. В.И. Левшина. - М.: Изд-во МГУ, 2003, 3 509 с
19. Неразрушающий контроль металлов и изделий. Справочник / Под ред. Г.С. Самойловича - М.: Машиностроение, 2007, 456 с.
20. Пилянкевич А.Н. Практика электронной микроскопии. Методы препарирования. - М.: Машиностроение, 2011, 230 с.
21. Практические методы в электронной микроскопии / Под ред. О.М. Глозра. - Л.: Машиностроение, 2013, 375 с.
22. Практическая растровая электронная микроскопия / Под ред. Дж. Гоулдстейна и Х. Яковица. - М.: Мир, 2011, 656 с.
23. Рид С. Введение в микрондовый анализ. - М.: Металлургия, 2001, 305 с.
24. Тупинский Л.М. Структурная теория конструктивной прочности материалов. - Новосибирск: Изд-во НГТУ, 2004, 400 с.
25. Уманский Я.С., Скоков Ю.А., Иванов А.Н., Растрогов Л.Н. Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия. - М.: Металлургия, 1999, 632 с.
26. Электронная микроскопия в металловедении. справ изд. / А.В. Смирнова, Г.А. Кокорин, С.М. Полонская и др. - М.: Металлургия, 2012, 192 с
27. <http://www.geokniga.org/labels/6621>
28. <http://www.bgshop.ru>
29. www.livelib.ru
30. <http://www.teor-meh.ru/books/>
31. <https://rfsite.ru>
32. <https://www.chitai-gorod.ru>
33. <https://dic.academic.ru>
34. <https://markmet.ru>
36. <http://www.berl.ru>
37. www.ibmcm.sk.ru/
38. <https://scienceforum.ru>
39. <https://cyberleninka.ru>
40. <https://studref.com>
41. <http://www.ndt-club.com>

MUNDARIJA

KIRISH	3
1-BOB. METALLARNING TUZILISHI VA XOSSALARI	
KRISTALL TUZILISH NUQSONLARI	6
1.1. Metallar va ularning asosiy xossalari	6
1.2. Metallarning kristall tuzilishi	7
1.3. Kristall panjaradagi nuqsonlar	10
1.4. Metallar strukturasi (tuzilishi)ni o'rganish usullari	12
2-BOB. OPTIK METALLOGRAFIYA	18
2.1. Metallografik mikroskopning imkoniyatlari va kattalashtirishi	23
2.2. Metallografik mikroskopda ishlaganda nuqsonlar tasviri	24
2.3. Metallografik mikroskoplar uchun obyektivlar va okulyarlar	25
2.4. Mikroskopik tadqiqotlarning asosiy usuli	25
2.5. Metallografik mikroskoplarning asosiy turlari	28
3-BOB. TRANSMISSION ELEKTRON MIKROSKOP	29
3.1. Elektronlarni moddalar bilan o'zaro ta'siri	29
3.2. Mikroskopni tuzilishi	33
3.3. Shaftof elektron mikroskoplarining kattalashtirishi va imkoniyatlari	36
3.4. Kontrast va tasvirni hosil qilish	38
3.5. Elektronlarni modda tomonidan tarqalishi. Elektron mikroskopda difraksion tasvirni hosil bo'lishi	41
4-BOB. RASTR ELEKTRON MIKROSKOPI	45
4.1. Kirish	45
4.2. Rastr elektron mikroskopida tekshirish uchun namunalarni tayyorlash	48
4.3. Rastr elektron mikroskopning xususiyatlari	49
5-BOB. SKANERLOVCHI ZONDLI MIKROSKOPLAR	54
5.1. Skanerlovchi tunnel mikroskopi	55
5.2. Atom energiyasi mikroskopi	59
5.3. Tunnel va atom mikroskop zondlari	63
5.4. Pezo-skanerlarni harakatlanishi	66
5.5. Zondli mikroskoplari ishlatishda hosil bo'ladigan nosozliklar	67
5.6. Skanerlovchi zondli mikroskoplarni rivojlantirishning istiqbollari	67
6-BOB. MATERIALLAR SIFATINI RENTGEN NAZORATI	70
6.1. Rentgen nurlari haqida asosiy ma'lumot	70
6.1.1. Kirish	70
6.1.2. Rentgen nurlarining tabiati va hosil bolish	71

6.1.3. Rentgen nurlanishining tutash spektri	72
6.1.4. Xarakterli rentgen nurlanishi.	74
6.1.5. Rentgen nurlarni tarqalishi. Nurlanish filtrlari.....	76
6.1.6. Rentgen nurlari difraksiyasi	79
6.2. Rentgen apparatlari. Rentgen nurlarini qayd etish va uning intensivlikni o'lashi	93
6.3. Rentgenogrammalarning ko'rsatgichlari.....	98
7-BOB. RENTGENOSPEKTRAL MIKROTAHLIL	104
8-BOB. ATOM SPEKTRAL TAHLIL QILISH.....	110
8.1. Kirish	110
8.2. Nurning tabiati haqida. Nurning xususiyatlari.....	111
8.3. Atom tarkibi. Atom emissiyasining spektrlari	113
8.4. Atom spektral tahlillarni o'tkazuvchi asboblarning umumiy xususiyatlari.....	114
8.5. Spektral qurilmalar	130
8.6. Spektrlarni qayd etish.....	128
8.7. Atom-emission spektral tahlil.....	140
8.7.1. Spektrografik tahlil.....	141
8.7.2. Spektroskopik (vizual spektral) tahlil	145
8.7.3. Spektrometrik tahlil.....	146
8.8. Atom-absorbsion spektral tahlil	147
8.9. Atom-fluorescent spektral tahlili.....	150
9-BOB. MATERIALLAR SIFATINI AKUSTIK NAZORAT QILISH USULLARI.....	153
9.1. Akustik to'lqinlar va ularning tarqalishi	153
9.2. Akustik to'lqinlarni nurlanishi va qabul qilish	154
9.3. Akustik sifat nazoratning asosiy usullari	156
10-BOB. RADIATION NAZORATI	165
10.1. Radiation nazorat haqida ma'lumot.....	166
10.2. Radiation nazorat qilish usullari va jihozlari	167
Foydalanilgan adabiyotlar	180

Shoir Axralovich Karimov

METALLARNI TUZILISHI VA DETALLAR SIFATINI NAZORATI

Muharrirlar: A.Tilavov
A.Abdujalilov
Texnik muharrir: Y.O'rinov
Badiiy muharrir: I.Zaxidova
Musahhiha: N.Sultanova

Nash.lits. № AI 245. 02.10.2013.

Terishga 10.10.2019-yilda berildi. Bosishga 15.11.2019-yilda ruxsat etildi.

Bichimi: 60x90 1/16. Ofset bosma. «Times New Roman» garniturası.

Shartli b.t. 11.5. Nashr b.t. 10.69.

Adadi 200 nusxa. Buyurtma № 94.

Bahosi shartnoma asosida.

**«Sano-standart» nashriyoti, 100190, Toshkent shahri,
Yunusobod-9, 13-54. e-mail: sano-standart@mail.ru**

«Sano-standart» MCHJ bosmaxonasida bosildi.

Toshkent shahri, Shiroq ko'chasi, 100-uy.

Telefon: (371) 228-07-96, faks: (371) 228-07-95.



Sano-standart

ISBN 978-9943-6116-5-8



9 789943 611658