МИНОБРНАУКИ РОССИИ

Федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение высшего образования
«Омский государственный технический университет»

ФИЗИЧЕСКОЕ МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ

Учебное текстовое электронное издание
локального распространения

Омск
Издательство ОмГТУ
2018

Сведения об издании: 1, 2

© ОмГТУ, 2018

Составители: *Вад. И. Суриков*, канд. физ.-мат. наук, профессор;
Н. А. Семенюк

Рецензент *Д. А. Негров*, канд. техн. наук, доцент

Физическое материаловедение : метод. указания к лаб. работам / Минобрнауки России, ОмГТУ ; [сост.: Вад. И. Суриков, Н. А. Семенюк]. – Омск : Изд-во ОмГТУ, 2018.

Предложены краткие теоретические сведения по дисциплине «Физическое материаловедение», порядок выполнения лабораторных работ и контрольные вопросы к ним.

Издание предназначено для обучающихся по направлениям 28.03.02 «Наноинженерия», 22.03.01 «Материаловедение и технологии материалов», а также может быть использовано студентами при изучении высокотехнологичных методов исследований.

Рекомендовано редакционно-издательским советом
Омского государственного технического университета

© ОмГТУ, 2018

1 электронный оптический диск

Оригинал-макет издания выполнен в Microsoft Office Word 2007/2010
с использованием возможностей Adobe Acrobat Reader.

Минимальные системные требования:

- процессор Intel Pentium 1,3 ГГц и выше;
- оперативная память 256 Мб и более;
- свободное место на жестком диске 260 Мб и более;
- операционная система Microsoft Windows XP/Vista/7/10;
- разрешение экрана 1024×768 и выше;
- акустическая система не требуется;
- дополнительные программные средства Adobe Acrobat Reader 5.0 и выше.

Редактор *О. В. Маер*

Компьютерная верстка *О. Н. Савостеевой*

Сводный темплан 2018 г.
Подписано к использованию 05.03.18.
Объем 1,36 Мб.

Издательство ОмГТУ.
644050, г. Омск, пр. Мира, 11; т. 23-02-12
Эл. почта: info@omgtu.ru

ПРЕДИСЛОВИЕ

Настоящее издание предназначено для обучающихся ОмГТУ по направлениям подготовки 28.03.02 «Наноинженерия», 22.03.01 «Материаловедение и технологии материалов», содержит методические указания по выполнению лабораторных работ.

По дисциплине «Физическое материаловедение» программой предусмотрено выполнение четырех лабораторных работ по следующим темам: «Определение вязкости жидкости методом Стокса», «Термоэлектронная эмиссия. Контактная разность потенциалов», «Определение ширины запрещенной зоны полупроводника», «Определение межплоскостных расстояний для кубической кристаллической решетки».

Все лабораторные работы содержат краткие теоретические сведения по изучаемой теме, порядок выполнения работы и контрольные вопросы, позволяющие студенту самостоятельно проверить свой уровень подготовки.

Работы выполняются в соответствии с графиком проведения лабораторных работ.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 1
ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЯЗКОСТИ ЖИДКОСТИ МЕТОДОМ СТОКСА

Цель работы: определение вязкости жидкости.

Приборы и принадлежности: стеклянный цилиндрический сосуд с исследуемой жидкостью, металлические шарики, микрометр, секундомер, масштабная линейка.

КРАТКАЯ ТЕОРИЯ

Вязкость (внутреннее трение) жидкости относится к явлениям переноса.

Явление внутреннего трения связано с возникновением сил трения (сил *внутреннего* трения) между слоями жидкости, перемещающимися параллельно друг другу с различными скоростями. Силы внутреннего трения направлены по касательной к поверхности соприкасающихся слоев. Вязкость обусловлена переносом молекулами импульса из одного слоя жидкости в другой при межмолекулярном взаимодействии.

Явление внутреннего трения подчиняется эмпирическому закону Ньютона:

$$F = \eta \left|\frac{dv}{dx}\right| S, \tag{1.1}$$

где F – модуль силы внутреннего трения;

η − коэффициент *динамической вязкости*, или просто вязкости (прежние названия: коэффициент внутреннего трения, коэффициент вязкости);

$\frac{dv}{dx}$ – величина, показывающая, как быстро изменяется скорость течения жидкости v в направлении x, перпендикулярном к направлению движения слоёв (градиент v);

S − площадь соприкосновения слоев.

Из закона Ньютона следует, что вязкость численно равна силе внутреннего трения, действующей на единицу площади соприкасающихся слоев жидкости, при $\left|\frac{dv}{dx}\right| = 1$.

Единицей вязкости в СИ служит такая вязкость, при которой градиент скорости с модулем, равным 1 м/с на 1 м, приводит к возникновению силы внутреннего трения в 1 Н на 1 м² поверхности касания слоёв. Эта единица называется паскаль-секундой (Па·с).

Вязкость η зависит от рода жидкости и ее температуры. С повышением температуры вязкость жидкости уменьшается.

При движении тела в вязкой жидкости, смачивающей тело, слой жидкости, прилегающий непосредственно к телу, движется вместе с ним со скоростью тела. Прилипший слой вовлекает в движение соседний, движущийся уже с меньшей скоростью. Между слоями возникают силы внутреннего трения, направленные против движения слоев. Эти силы оказывают действие также на движущееся тело, препятствуя его движению.

Стокс установил, что если движущееся тело представляет собой шарик небольших размеров, то при малых скоростях движения сила сопротивления движению F_c может быть найдена по формуле

$$F_c = 6\pi r\eta v\ , \tag{1.2}$$

где r – радиус шарика;

η – вязкость жидкости;

v – скорость шарика.

Формула (1.2) носит название формулы Стокса. Эта формула лежит в основе практического метода измерения вязкости жидкости. В лабораторной работе рассматривается падение шарика в вязкой жидкости. Движение шарика происходит под действием трех сил, направленных вертикально: силы тяжести P, выталкивающей силы Архимеда $F_{\text{А}}$ и силы сопротивления F_c (рис. 1.1). Величина силы сопротивления определяется выражением (1.2), а модули сил тяжести и выталкивающей равны соответственно:

$$P = mg = \rho_{\text{ш}} g V_{\text{ш}}, \tag{1.3}$$

$$F_A = \rho_ж g V_ш, \tag{1.4}$$

где $\rho_ш$ – плотность материала шарика;

$\rho_ж$ – плотность жидкости;

g – ускорение свободного падения;

$V_ш$ – объем шарика.

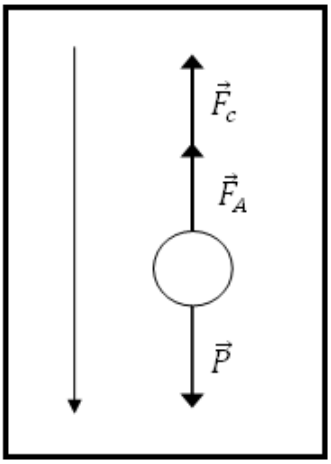

Рис. 1.1. Силы, действующие на шарик

Согласно второму закону Ньютона уравнение движения шарика, записанное в проекциях на направление движения, имеет вид

$$m\frac{dv}{dt} = P - F_A - F_c. \tag{1.5}$$

Если шарик начинает движение из *состояния покоя*, то сначала его скорость v увеличивается, поскольку результирующая сил тяжести и выталкивающей будет больше силы сопротивления. С увеличением скорости сила сопротивления возрастает, результирующая всех сил уменьшается, также уменьшается и ускорение $a = \frac{dv}{dt}$, с которым движется шарик. В какой-то момент шарик достигнет такой скорости, при которой ускорение a станет равным нулю. С этого момента движение шарика будет *равномерным* с некоторой скоростью $v = v_0$, и уравнение (1.5) с учетом (1.2), (1.3), (1.4) примет вид

$$\rho_ш g V_ш - \rho_ж g V_ш - 6\pi r \eta v_0 = 0. \tag{1.6}$$

Принимая во внимание, что радиус шарика $r = \frac{d}{2}$ (d – диаметр шарика), а его объем

$$V = \frac{4}{3}\pi r^3 = \frac{1}{6}\pi d^3,$$

из уравнения (1.6) для вязкости жидкости получим выражение

$$\eta = \frac{g(\rho_ш - \rho_ж)d^2}{18v_0}. \qquad (1.7)$$

Формула (1.7) справедлива только для случая, когда шарик движется в *безграничной* жидкости. Если жидкость находится в цилиндрическом сосуде и шарик падает вдоль его оси, необходимо учитывать влияние боковых стенок. Для такого случая немецкий физик Р. Ладенбург теоретически нашел поправки к формуле Стокса (1.2). Формула вязкости (1.7) с учетом поправок примет следующий вид:

$$\eta = \frac{g(\rho_ш - \rho_ж)d^2}{18v_0\left(1+2{,}4\frac{d}{D}\right)}, \qquad (1.8)$$

где D – диаметр цилиндрического сосуда.

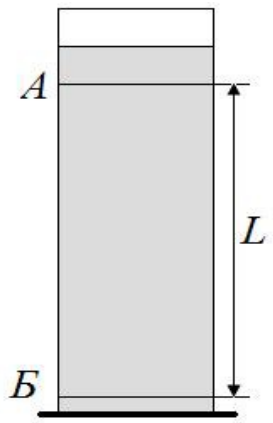

Рис. 1.2. Схематичное изображение цилиндра с жидкостью

Экспериментальная установка состоит из стеклянного цилиндра, наполненного исследуемой жидкостью (рис. 1.2). На цилиндр нанесены две кольцевые метки *А* и *Б*, расположенные на расстоянии L друг от друга (верхняя метка должна быть ниже уровня жидкости на 5–7 см, в этом случае движение шарика между метками становится практически равномерным). Скорость шарика при равномерном движении на участке между метками равна

$$v_0 = \frac{L}{t}, \qquad (1.9)$$

где t – время прохождения шариком расстояния L.

Подставив (1.9) в (1.8), получим формулу для экспериментального определения вязкости исследуемой жидкости

$$\eta = \frac{g(\rho_{ш} - \rho_{ж})td^2}{18L\left(1+2{,}4\frac{d}{D}\right)}. \qquad (1.10)$$

Данная формула предназначена для экспериментального определения вязкости исследуемой жидкости.

Порядок выполнения лабораторной работы

1. Занести в табл. 1.1 значения плотности исследуемой жидкости $\rho_ж$ и плотности материала шарика $\rho_ш$ (их значения указаны на установке).
2. Занести в табл. 1.1 значение диаметра D цилиндрического сосуда. Его значение (в миллиметрах) указано на установке.
3. Измерить масштабной линейкой расстояние L между метками, нанесенными на сосуд с жидкостью, и занести значение L в табл. 1.1.
4. Ознакомиться с устройством микрометра.
5. Измерить микрометром диаметр шарика d, результат занести в табл. 1.1.
6. Измерить время движения шарика t между метками. Для этого *осторожно* опустить шарик на поверхность жидкости *как можно ближе к оси цилиндра*, включить секундомер в момент прохождения шариком верхней метки и остановить его, когда шарик пройдет нижнюю метку.

Примечание. При проведении измерений глаза экспериментатора должны находиться на уровне меток.

7. Измерения, указанные в пп. 5–6, повторить еще с четырьмя шариками. Результаты измерений занести в табл. 1.1.

Таблица 1.1

№ п/п	$\rho_ж$	$\rho_ш$	D	L	d	t, с	η	$\langle\eta\rangle$	$\Delta\eta$	Ε, %
	кг·м^3		м				Па·с			
1										
2										
3										
4										
5										

Температура исследуемой жидкости_____°С.

8. По термометру, находящемуся в лаборатории, определить комнатную температуру. Температуру исследуемой жидкости принять равной комнатной и записать ее значение (в строку под таблицей).

Обработка результатов измерений

1. По формуле (1.10) рассчитать вязкость жидкости η для каждого опыта, при расчетах принять g = 9,81 м/с^2.

2. Рассчитать среднее значение вязкости $\langle\eta\rangle$, а также абсолютную $\Delta\eta$ и относительную $\mathcal{E}$ погрешности. Применить методику расчета погрешностей косвенных *невоспроизводимых* измерений.

3. Записать окончательный результат в виде

$$\begin{cases} \eta = (\langle\eta\rangle \pm \Delta\eta)\text{Па}\cdot\text{с} \\ \alpha = 0{,}9 \\ \mathcal{E} = \cdots\% \end{cases}$$

4. Заполнить табл. 1.1.

5. Сделать выводы по результатам работы.

Контрольные вопросы

1. Как возникает сила внутреннего трения?

2. Закон Ньютона для силы внутреннего трения. Смысл входящих в уравнение параметров.

3. Коэффициент вязкости жидкости. От чего он зависит?

4. Формула Стокса. Смысл входящих в неё параметров.

5. Силы, действующие на шарик, находящийся в вязкой жидкости, при его падении.

6. Какой физический закон применяется при выводе рабочей формулы (1.10)?

7. Почему необходимо опускать шарик как можно ближе к оси симметрии цилиндра с жидкостью?

8. Почему время движения шарика измеряется только при его движении между метками на цилиндре?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 2
ТЕРМОЭЛЕКТРОННАЯ ЭМИССИЯ. КОНТАКТНАЯ РАЗНОСТЬ ПОТЕНЦИАЛОВ

Цель работы: определить температуру электронного газа и контактную разность потенциалов между катодом и анодом электронной лампы.

Приборы и принадлежности: стенд СЗ-ОК01, источник питания ИПС1, амперметр, вольтметр, соединительные провода.

КРАТКАЯ ТЕОРИЯ

Эмиссия. Принцип работы любой электронной лампы заключается в том, что между ее катодом (эмиттером) и анодом (коллектором) создается электрическое поле, под воздействием которого находятся эмитированные катодом электроны. Создавая поле, ускоряющее или замедляющее электроны при их движении к аноду, можно управлять электрическим током, протекающим через лампу.

Эмиссия электронов из вещества наблюдается:

1) при высокой температуре – термоэлектронная эмиссия;
2) при поглощении фотонов – фотоэффект;
3) за счет высокой напряженности электрического поля – автоэлектронная эмиссия и др.

Остановимся подробнее на термоэлектронной эмиссии.

Электронный газ. Рассмотрим кристаллическое твердое вещество – металл. Часть атомов, образующих кристаллическую решетку, теряет свои валентные электроны, которые становятся «свободными» электронами проводимости внутри этого вещества.

Рассматривая свойства электронного газа, необходимо иметь в виду, что он образован фермионами, которые подчиняются принципу Паули.

Используя законы квантовой механики и статистической физики, можно получить формулу, которая позволяет вычислить число электронов dN_u*, прошедших потенциальный барьер катода при высоких температурах и имеющих после этого проекцию скорости на ось X, направленную от катода к аноду, в диапазоне от u_x до $u_x + du_x$ (распределение Максвелла).

$$dN_{u_x} = Lu_x exp\left(-\frac{mu_x^2}{2kT}\right) du_x, \quad (2.1)$$

где $L = DN_0 \frac{m}{kT}$,

m – масса электрона;

k = 1,38·10^{23} Дж/К – постоянная Больцмана;

T – температура электронного газа;

D – коэффициент прозрачности потенциального барьера (для большинства катодов $D \approx 1$);

N_o – общее количество электронов, эмитированных из катода.

Метод задерживающего потенциала. Распределение электронов (2.1) можно экспериментально проверить, используя метод задерживающего потенциала (тормозящего поля). Если между анодом и катодом существует электрическое поле, тормозящее отрицательно заряженные электроны (минус на аноде), то условие попадания электронов, имеющих скорость u_x, на анод можно записать в виде

$$\frac{mu_x^2}{2} \geq -eU_A\ , \quad (2.2)$$

где e – заряд электрона, причем тормозящее напряжение U_A считается отрицательным.

Так как сила анодного тока I_A пропорциональна количеству электронов N_A, энергия которых достаточна для попадания на анод при заданном тормозящем напряжении U_A

$$I_A = \frac{eN_A}{t}, \quad (2.3)$$

то с учетом формул (2.1), (2.2) и (2.3) можно получить зависимость силы анодного тока от напряжения, приложенного между катодом и анодом

$$I_A = I_0 exp\left(\frac{eU_A}{kT}\right), \quad (2.4)$$

где I_0 – сила анодного тока при нулевом значении тормозящего напряжения ($U_A = 0$), когда все электроны, прошедшие потенциальный барьер,

попадают на анод вследствие наличия у них скорости в направлении анода.

В формуле (2.4) величина I_0 пропорциональна общему количеству электронов N_0, эмитированных из катода. При этом N_0 зависит от температуры катода, причем, как показали исследования, температура катода равна температуре электронного газа, эмитированного этим катодом.

Убедившись, что отношение сил токов I_A/I_0 действительно равно $exp\left(\frac{eU_A}{kT}\right)$ при любых значениях тормозящего напряжения U_A, можно сделать вывод:

1) газ электронов, эмитированных из нагретого катода, подчиняется распределению Максвелла для температуры катода;

2) потенциальный барьер, который преодолевают электроны на их пути к аноду, не изменяет характера распределения.

Методика эксперимента

Схема измерений. Для проверки соотношения

$$I_A = I_0 exp\left(\frac{eU_A}{kT}\right) \tag{2.5}$$

нужно снять зависимость силы тока I_A от напряжения U_A при различных температурах *T*, которые также необходимо определить. Все это можно сделать с помощью электрической схемы, изображенной на рис. 2.1.

Основным элементом схемы является вакуумный диод *1*. Нагрев катода этой электронной лампы осуществляется с помощью генератора переменного напряжения *5*.

Сила тока накала, а следовательно, температура катода может изменяться ступенчато путем подключения последовательно с нитью накала резисторов $R_1 \div R_3$. Постоянное напряжение между катодом и анодом создается с помощью генератора напряжения *4*. Путем переключения проводников «а» и «б» можно подать на анод как положительный, так и отрицательный потенциал относительно катода. Сила анодного тока I_A измеряется микроамперметром *2*, а напряжение U_V – вольтметром *3*.

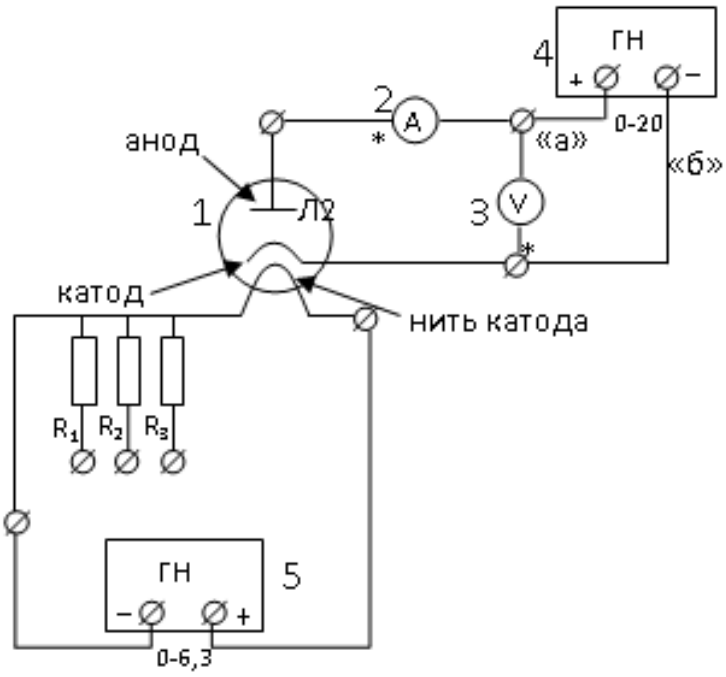

Рис. 2.1. Схема измерений

Контактная разность потенциалов. Важно отметить, что вольтметр измеряет **не истинное** значение напряжения между катодом и анодом U_A, а только напряжение U_V, задаваемое генератором. Между тем, на потенциал анода оказывает существенное влияние так называемая контактная разность потенциалов $U_{\text{конт}}$. Ее возникновение связано с тем, что катод и анод электронной лампы сделаны из различных материалов. Эти вещества, даже при одинаковых внешних условиях, отличаются друг от друга значением химического потенциала свободных носителей заряда. При соединении катода и анода любыми промежуточными проводниками между ними в силу указанных различий происходит диффузия свободных носителей заряда, которая вначале носит неравновесный характер, т. е. из вещества с большим значением химического потенциала в вещество с меньшим значением химического потенциала переходит больше носителей заряда, чем наоборот. В результате один из электродов теряет, а другой получает электроны и между катодом и анодом устанавливается контактная разность потенциалов, которая изменяется при нагревании катода. Следует отметить, что обычно анод приобретает за счет контактной разности потенциалов отрицательный потенциал относительно катода.

Из сказанного следует, что истинное напряжение U_A между катодом и анодом определяется алгебраической суммой напряжения U_V, которое измеряется вольтметром, и контактной разностью потенциалов $U_{\text{конт}}$

$$U_A = U_V + U_{\text{конт}}. \tag{2.6}$$

Это, в свою очередь, означает, что нулевое истинное напряжение между катодом и анодом ($U_A = 0$) наблюдается, когда напряжение, измеренное вольтметром, равно по величине и противоположно по знаку контактной разности потенциалов

$$U_A = 0 \quad \text{при } U_V = -U_{\text{конт}}. \tag{2.7}$$

Определение температуры Т. Экспериментальное определение температуры и одновременное определение контактной разности потенциалов можно осуществить, пользуясь следующей методикой. Прологарифмируем выражение (2.4)

$$lnI_A = lnI_0 + \frac{e}{kT} U_A\,. \tag{2.8}$$

Из полученного выражения видно, что при $I_0 = const$ график зависимости lnI_A от U_A является линейным, причем тангенс угла наклона графика обратно пропорционален температуре. Следовательно, построив график этой зависимости с помощью полученных экспериментальных данных, по тангенсу угла наклона из графика можно найти температуру электронного газа

$$tg\alpha = \frac{\Delta(lnI_A)}{\Delta U} = \frac{e}{kT}\,. \tag{2.9}$$

Формула (2.7) справедлива только для отрицательных анодных напряжений. При положительных напряжениях на аноде (ускоряющее поле) рост анодного тока замедляется, а в режиме насыщения почти прекращается, при этом зависимость $lnI_A = f(U)$ сохраняет линейный характер.

Определение контактной разности потенциалов $U_{\text{конт}}$. Как указывалось выше, истинное анодное напряжение является алгебраической суммой напряжений U_V и $U_{\text{конт}}$ (2.5). Поэтому излом на графике зависимости $lnI_{\text{A}} = f(U)$ наступает при выполнении условия (2.6), т. е. в точке перехода от тормозящего поля к полю ускоряющему. Значит, построив график зависимости $lnI_A = f(U_V)$ (рис. 2.2), по наклону прямой *a-b* (участок тормозящего поля), пользуясь формулой (2.9), можно определить, температуру электронного газа, а по точке пересечения продолжения прямых *a-b* и *c-d*, пользуясь формулой (2.7) – контактную разность потенциалов.

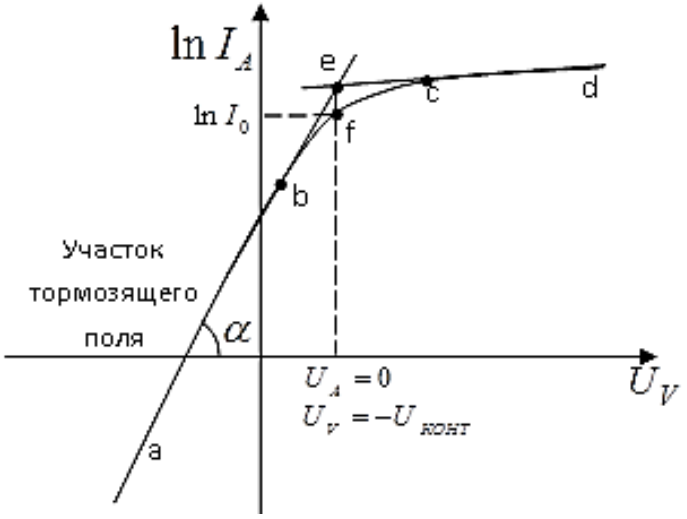

Рис. 2.2. График зависимости $InI_A = (U_V)$

Изменение наклона линейной зависимости при переходе от тормозящего к ускоряющему полю происходит не скачком, а постепенно (участок *b-f-c*). Поэтому для определения точки, которая соответствует нулевому значению истинного напряжения U_A= 0, необходимо экстраполировать прямолинейные участки графика *a-b* и с-*d* до их пересечения в точке *e* (рис. 2.2).

Порядок выполнения лабораторной работы

1. Собрать схему измерений (рис. 2.1). Пригласить преподавателя или инженера для проверки схемы.

2. **Не включая** электропитания:

а) повернуть ручку регулировки выходного напряжения генератора *4* (0+20 В) против часовой стрелки до упора (на минимум);

б) повернуть ручку регулировки выходного напряжения генератора *5* (0+6,3 В) по часовой стрелке до упора (на максимум ~ 6,3 В);

в) подключить в цепь накала катода резистор R_1;

г) установить амперметр-вольтметр в режим измерения постоянного тока (кнопка =/≈ отжата).

3. Включить электропитание кнопкой «СЕТЬ». На вольтметре установить предел измерения напряжения на 20 В. На амперметре установить предел измерения силы тока на 20 мА (кнопка «мА/мкА» отжата).

4. При помощи ручки регулировки выходного напряжения генератора *4* выставить напряжение U_V, равное 0,5 В. Снять зависимость силы анодного тока I_A от напряжения U_V (5–7 точек), меняя напряжение через 0,5 В. Полученные значения внести в табл. 2.1:

Таблица 2.1

При подключении резистора R_1						
№ п/п	U_V, В	I_A, мкА	lnI_A, мкА	$U_{конт}$, В	U_A, В	T, К
1						
… ,						
10						

5. Повернуть ручку регулировки выходного напряжения генератора *4* против часовой стрелки до упора (на минимум). На вольтметре установите предел измерения напряжения на 2 В. На амперметре установить предел измерения силы тока на 20 мкА (кнопка мА/мкА нажата). Произвести смену знака потенциала, подаваемого на анод, путем переключения проводников «а» и «б» (рис. 2.1).

6. Снять зависимость силы анодного тока I_A от напряжения U_V (4–5 точек), изменяя напряжение от 0 до –0,3 В (с шагом 0,03÷0,05 В). Внести полученные значения в таблицу измерений.

7. **Внимание!** Чтобы не перегревать тепловым излучением катода анод лампы, что искажает величину анодного тока, следует отключить генератор переменного напряжения *5* на 8–10 минут.

8. По истечении указанного времени подключить в цепь накала катода вместо резистора R_1 резистор R_2. Повторить все измерения по пунктам 4–7. Полученные значения внести в табл. 2.2:

Таблица 2.2

При подключении резистора R_2						
№ п/п	U_V, В	I_A, мкА	lnI_A, мкА	$U_{конт}$, В	U_A, В	T, К
1						
… ,						
10						

9. Подключить в цепь накала катода вместо резистора R_2 резистор R_3. Повторить все измерения по пунктам 4–7. Полученные значения внести в табл. 2.3:

Таблица 2.3

При подключении резистора R_3						
№ п/п	U_V, В	I_A, мкА	lnI_A, мкА	$U_{конт}$, В	U_A, В	T, К
1						
… ,						
10						

10. Отключить приборы от электропитания кнопкой «СЕТЬ». Разобрать электрическую схему.

11. Вычислить и внести в соответствующие таблицы значения величины $ln\ I_A$.

12. Построить графики зависимостей $lnI_A = f(U_V)$ для каждого резистора $R_1 \div R_3$.

13. Путем экстраполяции прямолинейных участков графика до их пересечения найти точку e (рис. 2.2), а по ней, пользуясь формулой (2.6), определить знак и величину контактной разности потенциалов $U_{конт}$.

14. Определить тангенс угла наклона графика в области тормозящего поля (a – b) на рис. 2.2 и по формуле (2.8) вычислить температуру электронного газа для каждого резистора $R_1 \div R_3$.

15. Вычислить и внести в таблицу измерений истинное напряжение между катодом и анодом U_A, пользуясь формулой (2.5). Вычисления достаточно произвести только для отрицательных значений U_A.

16. Определить, с помощью графика или по таблице измерений, силу тока I_0, которая соответствует нулевому значению истинного напряжения U_A.

17. По данным табл. 2.1–2.3 построить график зависимости $U_{\text{конт}} = f(T)$.

18. Сделать вывод.

Контрольные вопросы

1. Как устроена и по какому принципу работает электронная лампа?

2. Какие физические явления приводят к эмиссии электронов?

3. Какому статистическому распределению подчиняется электронный газ вблизи анода?

4. Чему равна кинетическая энергия, которой обладают электроны в катоде, чтобы попасть на анод?

5. Почему свободные электроны не могут легко диффундировать из вещества в вакуум?

6. Может ли электрон, обладающий достаточной энергией при выходе из катода, не попасть на анод?

7. Как измерить температуру электронного газа?

8. Что такое контактная разность потенциалов? Как она определяется в работе?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 3
ОПРЕДЕЛЕНИЕ ШИРИНЫ ЗАПРЕЩЕННОЙ ЗОНЫ ПОЛУПРОВОДНИКА

Цель работы: исследовать температурную зависимость удельной электропроводности полупроводника и определить ширину запрещенной зоны.

Приборы и принадлежности: источник ИПС1, стенд с объектами исследования СЗ-ТТ01, измерительный блок «амперметр – вольтметр», соединительные провода.

Краткая теория

Элементы зонной теории. Рассмотрим мысленно процесс образования твердого тела из изолированных атомов. Пока атомы изолированы, т. е. находятся друг от друга на макроскопических расстояниях, они имеют совпадающие схемы энергетических уровней. При образовании кристаллической решетки, т. е. когда расстояния между атомами станут равными межатомным расстояниям в твердых телах, взаимодействие между атомами приводит к тому, что энергетические уровни атомов смещаются, расщепляются и расширяются в *зоны*, образуется так называемый *зонный энергетический спектр.*

Разрешенные энергетические зоны разделены зонами запрещенных значений энергии, называемыми *запрещенными энергетическими зонами.*

Энергия внешних валентных электронов атомных оболочек может принимать значения в пределах областей, называемых *разрешенными энергетическими зонами.* Каждая разрешенная зона «вмещает» в себя столько близлежащих дискретных уровней, сколько атомов содержит кристалл: чем больше в кристалле атомов, тем теснее расположены уровни в зоне. Расстояние между соседними энергетическими уровнями столь мало, что энергию в зонах можно считать практически непрерывной. Ширина зон не зависит от размеров кристалла. Разрешенные зоны тем шире, чем слабее связь валентных электронов с ядрами.

Зонная теория твердых тел позволила с единой точки зрения истолковать существование металлов, диэлектриков и полупроводников, объясняя различие в их электрических свойствах, во-первых, неодинаковым заполнением электронами разрешенных зон и, во-вторых, шириной запрещенной зоны.

В полупроводниках и диэлектриках для валентных электронов существуют две разрешенные энергетические зоны, так называемая *валентная зона*, соответствующая нормальным (невозбужденным) состояниям валентных электронов, и ближайшая к ней *зона проводимости* – зона возбужденных состояний этих электронов. *Зоной проводимости* она называется потому, что в отсутствие внешних возбуждений в ней нет электронов, а когда, получив извне необходимую энергию, в эту зону перейдет электрон, то в этой зоне он сможет свободно изменять свою энергию, двигаться под воздействием внешнего электрического поля, т. е. участвовать в проводимости.

Между собой эти две зоны разделены *запрещенной зоной* $\Delta\varepsilon$ (рис. 3.1, *а*), и нижняя (валентная) зона при абсолютном нуле температуры полностью заполнена электронами, а верхняя зона проводимости пуста. В такой ситуации проводимость при $T = 0$ К отсутствует. Отличие диэлектриков от полупроводников заключается в наличии более широкой запрещенной зоны $\Delta\varepsilon$, что практически исключает тепловое возбуждение носителей заряда.

При $T > 0$ К в полупроводниках некоторые электроны валентной зоны переходят в зону проводимости за счет термического возбуждения при относительно малой ширине запрещенной зоны ($\Delta\varepsilon \sim 0{,}5 \div 3$ эВ). При этом в валентной зоне образуются дырки (место в кристаллической решетке полупроводника, где не хватает электрона, называется дыркой), имеющие положительный заряд. Если к полупроводнику приложить напряжение, то перенос заряда будет осуществляться как электронами зоны проводимости, так и дырками валентной зоны.

Обычно различают собственные и примесные полупроводники. Собственным полупроводником называют абсолютно чистый полупроводник,

зонная структура которого показана на энергетической диаграмме (рис. 3.1, *а*), где $\Delta\varepsilon$ – ширина запрещенной зоны. Заполненная зона с разрешенными энергиями от ε'_V до ε_V – валентная. Зона с энергиями от ε_C до ε'_C – зона проводимости. Наличие примесей приводит к появлению дополнительных уровней энергии для электронов. Полупроводники, у которых заполненный примесный уровень с энергией ε_D лежит в запрещенной зоне вблизи дна зоны проводимости (рис. 3.1, *б*), называют *донорными* (n-типа). Полупроводники, у которых свободный примесный уровень с энергией ε_A лежит вблизи потолка валентной зоны (рис. 3.1, *в*), называют *акцепторными* (p-типа). Например, для четырехвалентного германия донорной примесью будут атомы пятивалентных элементов (мышьяк, фосфор), а акцепторной примесью – атомы трехвалентных элементов (индий, бор).

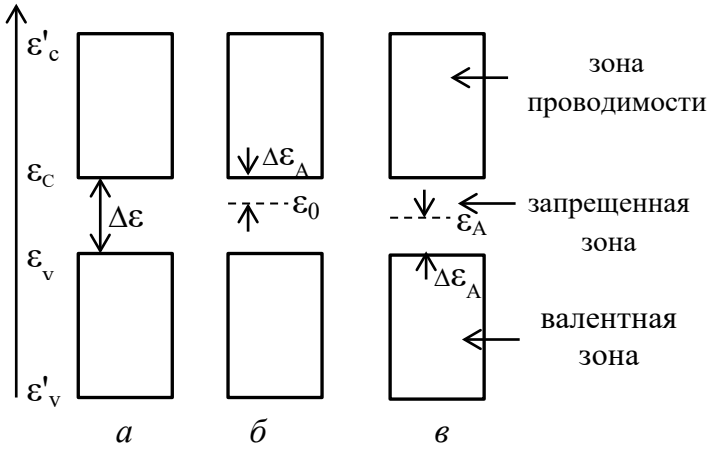

Рис. 3.1. Энергетические диаграммы полупроводников: собственного (*а*), примесного: *n*-типа (*б*), *p*-типа (*в*)

В силу того, что примесь в кристалле имеет малую концентрацию, примесные состояния не образуют зону. Электроны этих состояний не могут двигаться в кристалле, оставаясь связанными с примесными атомами. Однако если электроны донорных уровней перейдут в зону проводимости, например, при фотоэффекте или при термическом возбуждении, они будут участвовать в переносе заряда. Переход электронов на акцепторный уровень из валентной зоны приводит к появлению в валентной зоне дырок, которые также могут участвовать в переносе зарядов.

В зависимости от степени заполнения зон электронами, ширины запрещенной зоны и наличия примесей возможны три случая, изображенные на энергетической диаграмме в виде собственного (рис. 3.1, *а*), примесного *n*-типа (рис. 3.1, *б*), примесного *p*-типа (рис. 3.1, *в*) полупроводников, где $\Delta\varepsilon_A$ – энергия активации примеси (энергия, необходимая для перехода электрона с уровня примеси в зону проводимости или для перехода электрона из валентной зоны на уровень примеси).

Электропроводность полупроводников. Удельная электропроводность (или проводимость) чистого полупроводника складывается из электронной и дырочной проводимости и вычисляется по формуле

$$\sigma = \mathrm{e}(n\mu_e + p\mu_p), \tag{3.1}$$

где e – заряд электрона;

μ_e, μ_p – подвижности (отношение скорости дрейфа носителей заряда к напряженности электрического поля);

n, p – концентрации носителей тока – электронов и дырок соответственно.

От температуры могут зависеть концентрация и подвижность носителей тока. Очевидно, что подвижность тем выше, чем реже сталкиваются частицы, чем менее интенсивное рассеяние электронов на узлах решетки. В полупроводниках возможны следующие механизмы рассеяния: рассеяние на ионах и нейтральных атомах примеси; на дефектах кристаллической структуры и, в основном, на фононах (акустических колебаниях решетки). Как показывают расчеты, температурную зависимость подвижности можно представить как степенную функцию: $\mu \sim T^{\alpha}$, где α определяется видом рассеяния, например, при рассеянии на акустических колебаниях решетки $\alpha = -3/2$.

Значительно сильнее от температуры (по экспоненциальному закону) зависят концентрации носителей тока – электронов *n* и дырок *p*, что и определяет главным образом зависимость проводимости от температуры.

При условии равенства концентрации электронов n и дырок p для собственной проводимости полупроводника имеет место выражение

$$\sigma = \sigma_0 \exp(\frac{-\Delta\varepsilon}{2kT}), \tag{3.2}$$

где σ_0 – константа, не зависящая от температуры;

k – постоянная Больцмана.

Анализировать температурную зависимость проводимости полупроводника удобно с помощью графика этой зависимости, полученного в полулогарифмической системе координат. Прологарифмировав формулу (3.2), получим выражение

$$ln\sigma = ln\sigma_0 - \frac{\Delta\varepsilon}{2kT}\,. \tag{3.3}$$

Если по оси абсцисс отложить обратную температуру 1/T, а по оси ординат – $ln\sigma$, то график зависимости проводимости полупроводника от температуры будет иметь вид, показанный на рис. 3.2.

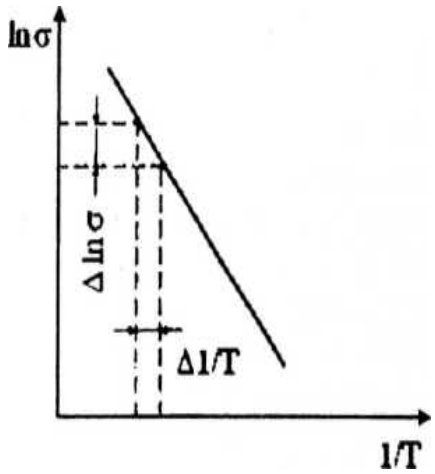

Рис. 3.2. Зависимость логарифма проводимости чистого полупроводника от обратной температуры

Такое графическое построение зависимости проводимости от температуры используется для экспериментального определения ширины запрещенной зоны.

Методика эксперимента. Обычно экспериментально измеряют ток через образец, падение напряжения и температуру. Поэтому удобнее пользоваться зависимостью сопротивления образца от температуры. Поскольку $\sigma = \frac{1}{\rho}$ и $\mathrm{R} = \rho \frac{l}{S}$ (ρ – удельное сопротивление), то

$$R = R_0 \exp(\frac{\Delta\varepsilon}{2kT}) \,, \tag{3.4}$$

где R_0 – константа, не зависящая от температуры.

Прологарифмируем выражение (3.4):

$$lnR = lnR_0 + \frac{\Delta\varepsilon}{2kT} \,. \tag{3.5}$$

Продифференцировав выражение (3.5) по параметру $\frac{1}{T}$ и использовав приближенное равенство

$$\frac{\mathrm{dlnR}}{\mathrm{d}\left[\frac{1}{T}\right]} \approx \frac{\Delta\mathrm{lnR}}{\Delta\left[\frac{1}{T}\right]} \,,$$

получим формулу для определения ширины запрещенной зоны

$$\Delta\varepsilon \approx 2k \frac{\Delta\mathrm{lnR}}{\Delta\left[\frac{1}{T}\right]} \,, \tag{3.6}$$

или

$$\Delta\varepsilon \approx 2ktg\alpha. \tag{3.7}$$

Эта формула позволяет определить запрещенную зону полупроводника по тангенсу угла наклона полученной прямой.

Порядок выполнения лабораторной работы

1. Собрать установку, принципиальная схема которой показана на рис. 3.3.

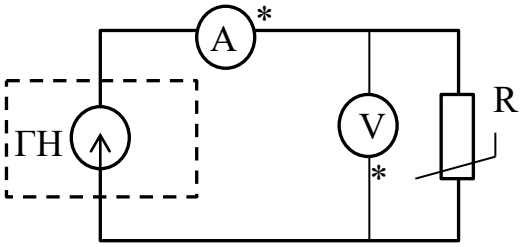

Рис. 3.3. Принципиальная схема установки

2. После проверки правильности собранной схемы включить кнопку «СЕТЬ» на источнике питания ИПС1 и на измерительном блоке («амперметр – вольтметр»).

3. **Внимание! Запрещается вставлять и вынимать вилку питания при нажатой кнопке «СЕТЬ».**

4. Выставить пределы измерения: на амперметре 200 мА, на вольтметре 20 В. Кнопки «mA/mkA» и «= /≈ » должны быть отжаты!

5. На источнике питания ИПС1 установить значение I/I_0 равным единице и напряжение 3,5 В.

6. Измерить падение напряжения на полупроводниковом образце R_1, в зависимости от температуры по следующему плану:

а) установить начальную температуру печи 290 К, значения силы тока I и напряжения U занести в табл. 3.1;

б) включить на стенде СЗ-ТТ01 нагреватель, установив регулятор температуры на значение 390 К;

в) через каждые 10 К снимать значения силы тока и напряжения и заносить в табл. 3.1 (измерения необходимо провести до 390 К):

Таблица 3.1

№ п/п	T, K	$\frac{1}{T}$, K^{-1}	U, B	I, мА	R, Ом	lnR	Δε, эВ	(Δε), эВ

7. Отключить установку от источника питания нажатием кнопки «СЕТЬ». Разобрать электрическую схему.

8. Рассчитать значение сопротивления по формуле $R = U/I$.

9. Построить график зависимости $lnR = f(l/\mathrm{T})$ и аппроксимировать экспериментальные точки прямой линией.

10. Используя формулу (3.4), рассчитать пять значений ширины запрещенной зоны Δε в электрон-вольтах (эВ) (подставлять значения T_n и T_m с интервалом (m – n) ≥ 2).

11. Вычислить среднее значение Δε для исследуемого полупроводника.

12. Рассчитать абсолютную и относительную погрешности определения величины Δε как при косвенных невоспроизводимых измерениях. Записать окончательный результат.

13. Вычислить по формуле (3.7) значение ширины запрещенной зоны через $tg\alpha$, где α – угол наклона прямой линии к оси 1/T.

14. Сравнить полученные результаты между собой и с теоретическим значением.

15. Сделать вывод.

Контрольные вопросы

1. В чем различие металлов, диэлектриков и полупроводников с точки зрения зонной теории проводимости?

2. В чем разница между разрешенными и запрещенными энергетическими зонами?

3. Какие полупроводники называются донорными и акцепторными?

4. Чем определяется электропроводность полупроводника?

5. Как зависит электропроводность полупроводника от температуры?

6. Почему при достаточно высоких температурах в примесных полупроводниках преобладает собственная проводимость?

7. Объясните методику эксперимента.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА 4
ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕЖПЛОСКОСТНЫХ РАССТОЯНИЙ ДЛЯ КУБИЧЕСКОЙ КРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ РЕШЕТКИ

Цель работы: определить межплоскостные расстояния кубической элементарной ячейки с помощью дифрактограммы.

Приборы и принадлежности: дифрактометр Shimadzu XRD-7000.

Краткая теория

Рентгеноструктурный анализ, основанный на явлении дифракции рентгеновских лучей, позволяет решать следующие задачи:

а) определение типа элементарной ячейки кристаллов, ее формы, параметров, числа атомов в ячейке, расположение атомов в ячейке;

б) определение химического и фазового состава вещества;

в) определение ориентации монокристалла или конгломерата мелких кристаллов в поликристаллическом образце относительно некоторой плоскости (текстуры);

г) изучение различного вида дефектов в кристаллах.

Разные задачи и области применения рентгеноструктурного анализа требуют использования различных методических приемов и аппаратуры, в том числе устройств для получения и регистрации дифракционной картины.

В настоящей работе излагаются основы рентгеновского фазового анализа, объектом исследования которого являются, как правило, порошки и пленки.

Получение рентгеновских лучей и их взаимодействие с веществом. Впервые рентгеновские лучи были получены в конце 1895 г. В. К. Рентгеном и названы Х-лучами. Рентгеновские лучи – один из видов электромагнитного излучения, источником которых является рентгеновская трубка. Они возникают при бомбардировке материала анода электронами с высокими энергиями.

Спектр рентгеновского излучения имеет сложную структуру, зависит от величины энергии электронов и от бомбардируемого электронами материала.

Сплошной спектр испускают быстрые электроны в результате их мгновенного торможения при столкновении с атомами вещества. Интенсивность тормозного излучения распределена по всем длинам волн вплоть до коротковолновой границы λ_0, на которой энергия фотонов равна энергии бомбардирующих электронов:

$$h\frac{c}{\lambda} = eU, \tag{4.1}$$

где e – заряд электрона, Кл;

U – напряжение на рентгеновской трубке;

c – скорость света;

λ – длина волны;

h – постоянная Планка.

С повышением напряжения на рентгеновской трубке увеличивается интенсивность непрерывного спектра, а его граница смещается в сторону коротких волн. При определенных ускоряющих напряжениях на фоне непрерывного спектра возникает линейчатый (характеристический) спектр, причем интенсивность линий этого спектра значительно превосходит интенсивность непрерывного спектра.

Линейчатый (характеристический) спектр возникает после ионизации атома вещества анода при столкновении его с быстрым электроном. Спектр характеристического излучения состоит из нескольких серий линий: K, L, M, N. Наиболее коротковолновая серия K состоит из четырех линий: α_1, α_2, β_1, β_2.

Каждая серия характеристического спектра возбуждается при определенной разности потенциалов (потенциале возбуждения).

Длины волн рентгеновского излучения лежат в интервале:

1) для характеристического излучения $4\cdot10^{-8} \div 5\cdot10^{-12}$ м;

2) для тормозного рентгеновского излучения со сплошным спектром $8\cdot10^{-8} \div 10^{-13}$ м.

При прохождении рентгеновских лучей через вещество интенсивность их ослабляется. Это обусловлено следующими процессами:

1) истинным атомным поглощением, которое связано с вырыванием из атомов поглощающего вещества электронов и с сообщением им кинетической энергии. Вырываемые из атомов электроны называют фотоэлектронами;

2) рассеянием рентгеновского излучения, т. е. изменением направления его распространения. Этот процесс в свою очередь подразделяется на когерентное (без изменения длины волны) и некогерентное (с изменением длины волны) рассеяние.

Рассеяние рентгеновских лучей осуществляется только электронами. Свободные электроны вызывают в основном некогерентное рассеяние – эффект Комптона (рис. 4.1), длина волны рассеянных лучей больше, чем первичных, так как энергия рассеянных лучей меньше, чем первичных:

$$h\nu_s = h\nu - W_{\text{кин}}, \tag{4.2}$$

где $h\nu_s$ – энергия рассеянного фотона; $h\nu$ – энергия падающего фотона; $W_{\text{кин}}$ – кинетическая энергия электрона, $h\nu > h\nu_s$.

Связанные электроны, т. е. электроны в атомах, вызывают когерентное и некогерентное рассеяние рентгеновских лучей. Механизм возникновения когерентного рассеяния можно представить следующим образом.

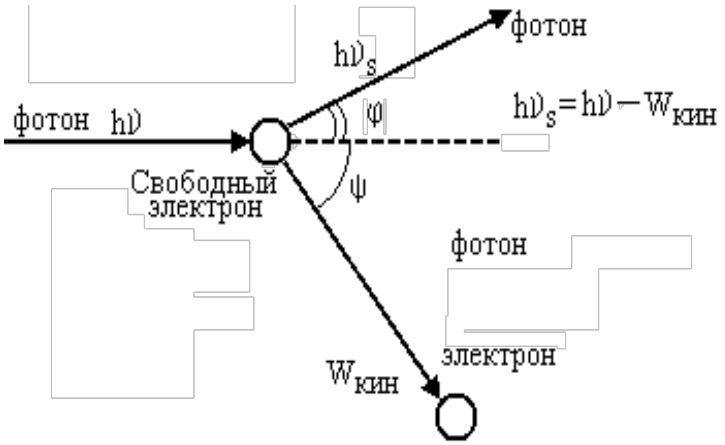

Рис. 4.1. Взаимодействие фотона со свободным электроном (эффект Комптона)

Рентгеновские лучи вызывают вынужденные колебания атомов рассеивающего вещества, которые сами при этом становятся центрами, излучающими вторичные рассеянные лучи той же длины волны.

Некогерентное рассеяние наблюдается преимущественно при прохождении рентгеновских лучей через вещество, содержащее легкие атомы. С возрастанием атомного номера элемента увеличивается прочность связи электронов с ядром и поэтому уменьшается доля энергии лучей, приходящихся на некогерентное рассеяние.

Некогерентное излучение для рентгеновского анализа непригодно, так как не может интерферировать. Не давая дифракционной картины, это излучение уменьшает интенсивность когерентного излучения, так как интенсивность излучения $J = J_{\text{ког}} + J_{\text{неког}}$. Кроме того, оно вызывает на рентгенограмме нежелательный фон.

Соотношение между интенсивностью входящего потока J_0 и проходящего через слой вещества J имеет вид

$$J = J_0\, exp(-\mu \cdot x), \tag{4.3}$$

где μ – коэффициент поглощения; x – толщина поглощающего слоя. Коэффициент поглощения зависит от природы вещества, его плотности, длины волны излучения.

Способы получения рентгенограмм. Для решения задач рентгеновского структурного анализа используются дифракционные рентгенограммы, которые представляют собой зарегистрированное изображение объекта в виде совокупности расположенных при соответствующих дифракционных углах дифракционных пиков различной интенсивности, возникающее в результате взаимодействия с ним рентгеновского излучения. В зависимости от типа исследуемого вещества (поли- или монокристаллы), характера излучения (непрерывного спектра или монохроматическое), а также от геометрических условий съёмки дифракционные рентгенограммы называются дебаеграммами, лауэграммами, рентгенограммами вращения или качания (получаются в результате вращения или качания кристалла во время съёмки), вайсенбергограммами и кфорограммами (получаемые при синхронном вращении монокристалла и перемещении фо-

топлёнки), косселеграммами (получаемые в широкорасходящемся пучке монохроматического рентгеновского излучения), топограммами. Часто рентгенограммы изображаются упрощенно в виде так называемых штрих-диаграмм, представляющих собой набор линий, расположение которых определяется дифракционным углом 2θ. Для определенного вещества положение дифракционных линий на рентгенограмме строго фиксировано и характерно только для этого вещества.

Экспериментально рентгенограммы исследуемых объектов могут быть получены с применением различных рентгеновских камер с фотографической регистрацией или на рентгеновских установках с помощью детекторов рентгеновского излучения. В зависимости от поставленной задачи рентгеноструктурного анализа различают три основных метода.

1. Метод Лауэ. В этом методе рентгеновское излучение с непрерывным спектром падает на неподвижный монокристалл. Дифракционная картина регистрируется на неподвижную фотопленку. Метод Лауэ применяется для исследования монокристаллов или крупнокристаллических образцов.

2. Метод вращения и качания кристалла. В данном методе (рис. 4.2) монохроматическое или характеристическое излучение, выделенное коллиматором $S_1 - S_2$ от трубки *A*, падает на монокристалл *K*, вращающийся или колеблющийся вокруг некоторого кристаллографического направления. Фотопленка *F* закреплена в цилиндрической кассете, ось которой совпадает с осью вращения кристалла *T*.

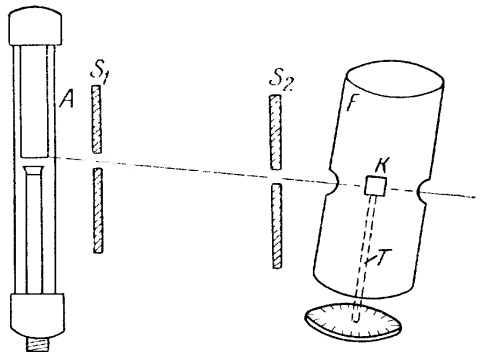

Рис. 4.2. Схема метода вращения и качания кристалла

3. Метод порошка, или поликристаллов (метод Дебая – Шеррера – Хэлла). Метод порошка является основным из современных методом исследования вращения кристалла материалов. Его особенность заключается в том, что в процессе осуществления метода монохроматическое излучение направляется на неподвижный образец. Образец состоит из кристаллического порошка, состоящего из большого числа мелких (менее 10^{-2} мм) кристаллитов, имеющих произвольную ориентацию в пространстве; пленки или представляет собой поликристаллический агрегат. Метод порошков является основным методом исследования технических материалов и широко применяется на практике.

Рентгенографическое определение основных характеристик твердых тел. Дебаеграммы различных веществ имеют индивидуальный характер и широко используются для идентификации соединений (в том числе и в смесях). Рентгеноструктурный анализ поликристаллов позволяет определять фазовый состав образцов, устанавливать размеры и преимущественную ориентацию (текстурирование) зёрен в веществе, осуществлять контроль за напряжениями в образце и решать другие технические задачи.

Основными узлами рентгеновского дифрактометра являются:

– источник рентгеновского излучения;

– измерительно-регистрирующее устройство (детектор излучения), с помощью которого дифрагированные рентгеновские лучи преобразуются в электрические сигналы и записываются в числовом виде (описывая интенсивность);

– гониометрическое устройство (рис. 4.3), с помощью которого можно одновременно регистрировать направление дифрагированного на исследуемом образце рентгеновского излучения и положение образца в момент возникновения дифракции.

Для увеличения интенсивности рентгеновского излучения применяются специальные методы фокусировки дифрагированного пучка:

1) фокусировка по Зееману – Болину, основным недостатком данной схемы является невозможность регистрировать дифракционную картину при углах менее 10–15°;

2) фокусировка по схеме Брэгга – Брентано.

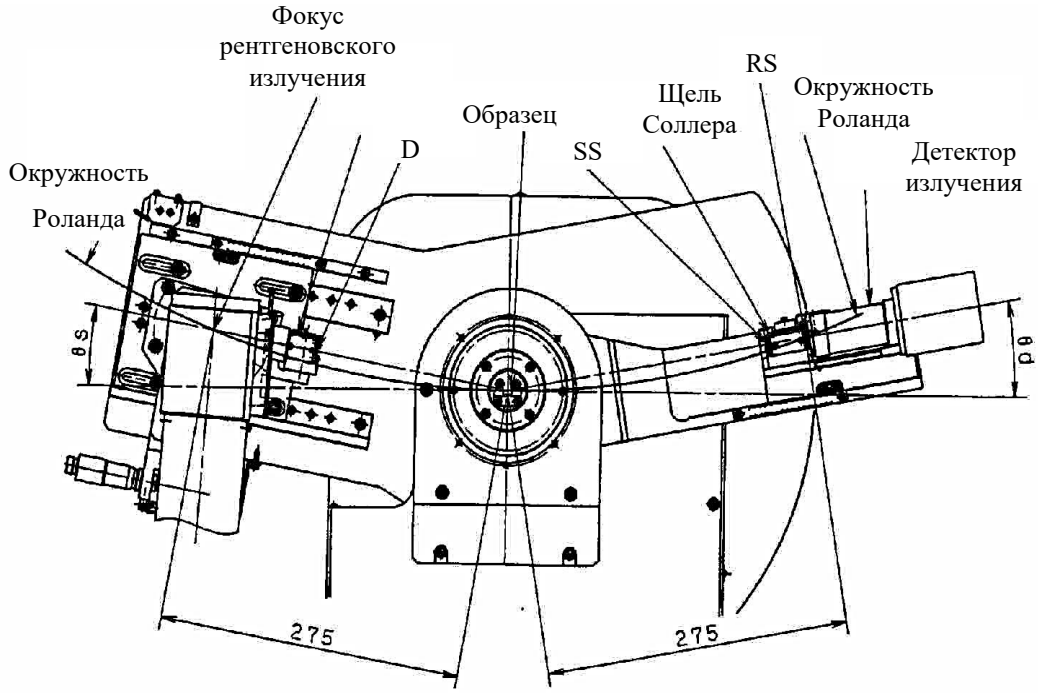

Рис. 4.3. Оптическая система гониометра

Регистрация дифракционных линий может производиться двумя методами:

а) методом непрерывного сканирования. Здесь данные записываются для каждого определенного угла положения образца в течение всего времени вращения гониометра;

б) методом пошагового сканирования (метод фиксированного времени). В этом методе выбирается определенный шаг угла, через который происходит считывание сигнала со счетного устройства. Этот метод используется для определения маленьких пиков или анализа образцов с малой интенсивностью сигнала.

Основные методы рентгеноструктурного анализа (РСА). Теоретические и экспериментальные основы рентгеноструктурного анализа твердых тел были заложены в 1912 году Лауэ. В основе данного метода лежит взаимодействие рентгеновского излучения с электронами вещества, в результате которого возникает когерентное рассеяние рентгеновского излучения в кристаллах, состоящее в появлении отклоненных (дифрагированных) волн, распространяющихся под определенными углами к первичному излучению. Это обусловлено пространственной когерентностью между вторичными волнами, возникающими при рассеянии первичного излуче-

ния на электронах атомов. В некоторых направлениях вторичные волны складываются, находясь в одинаковой фазе, в результате чего наблюдается максимум интенсивности. Рассмотрим геометрические условия возникновения дифракционной картины, приняв следующие упрощающие предположения:

1) падающие на кристалл рентгеновские лучи строго параллельны и монохроматичны;
2) кристаллическая решетка примитивна;
3) атомы кристалла неподвижны:
4) кристалл имеет идеальное строение;
5) поглощение рентгеновских лучей в кристалле отсутствует.

Пусть на семейство плоскостей hkl, отстоящих друг от друга на расстоянии d_{hkl}, падает пучок монохроматических рентгеновских лучей под углом θ. Лучи проникают вглубь кристалла и отражаются не только поверхностью, но и ниже расположенными плоскостями (рис. 4.4). Причем угол падения равен углу отражения. Однако отражение возможно под любым углом. Отраженный монохроматический луч (рефлекс) с длиной волны λ отражается пакетом данных параллельных кристаллографических плоскостей только под строго определенными углами; под другими имеет место погасание. На рис. 4.5 фронт падающих лучей OO'. Из рисунка видно, что каждый следующий луч должен пройти путь на 2x больший, по сравнению предыдущим, причем x = $d_{hkl}\ \sin\theta$. Так как все лучи между фронтом падения и фронтом отражения проходят разные пути и у фронта отражения они должны интерферировать, то образовываться отраженный рефлекс может только в том случае, если результирующая амплитуда всех лучей будет отлична от нуля. Это произойдет в том случае, если разность хода между двумя лучами, отраженными от соседних плоскостей, будет кратна целому числу длин волн, т. е. 2x = nλ, отсюда

$$2d_{hkl}\sin\theta = k\lambda\ , \qquad (4.4)$$

где d_{hkl} – расстояние между атомными плоскостями кристалла;

$h,\ k,\ l$ – индексы Миллера плоскостей;

θ – угол скольжения;

k – порядок дифракционного максимума;

λ – длина волны.

Условие Вульфа – Брэгга остается справедливым при дифракции излучения электронов, нейтронов, в периодических структурах электромагнитного излучения радио- и оптического диапазона, а также звука.

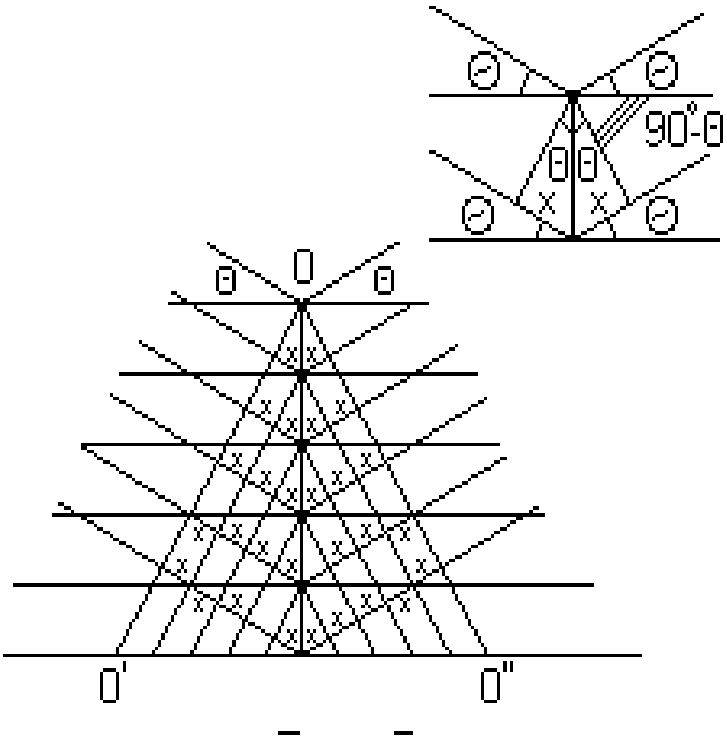

Рис. 4.4. Отражение рентгеновских лучей

Из формулы Вульфа – Брэгга следует, что измеряя экспериментально углы дифракционных максимумов θ и зная длину волны λ рентгеновского излучения, можно рассчитать межплоскостные расстояния d_{hkl}. Так как каждая фаза обладает своей кристаллической решеткой, а семейства атомных плоскостей, образующих эту решетку, имеют свой, характерный только для этой решетки, набор межплоскостных расстояний, то знание межплоскостных расстояний исследуемого объекта позволяет охарактеризовать его кристаллическую решетку и определить его фазовый состав.

Данные о межплоскостных расстояниях для различных фаз можно найти в справочной литературе.

Определение межплоскостных расстояний. Принцип определения величин межплоскостных расстояний по рентгенограмме вытекает из закона Вульфа – Брэгга:

$$d_{hkl} = \frac{k\lambda}{2\sin\theta} \ . \qquad (4.5)$$

Поскольку длина волны λ рентгеновского излучения известна, то задача определения межплоскостного расстояния сводится к определению углов θ для всех линий дифрактограммы. Расчет рентгенограммы исследуемого образца производят следующим образом:

1) нумеруют линии, начиная от наименьших углов;
2) определяют интенсивность линий по десятибалльной шкале;
3) определяют углы θ, соответствующие максимумам интенсивностей, с достаточной точностью;
4) по значениям углов θ вычисляют величины $\sin\theta$ для всех максимумов интенсивностей, начиная с самых сильных линий (отвечающих наименьшим углам).

Если образец однофазный, то определение этой фазы представляется простой задачей.

Совпадение (в пределах ошибок эксперимента) опытных и табличных значений межплоскостных расстояний d_{hkl} и относительных интенсивностей J позволяет однозначно идентифицировать присутствующую в образце фазу.

Если образец многофазный, то определение фаз происходит более сложно. Рентгенограмма многофазной смеси представляет собой наложение дифрактограмм отдельных фаз, интенсивность линий которых пропорциональна содержанию фазы в системе. Соотношение интенсивностей линий для каждой фазы сохраняется, даже если она находится в смеси. Фаза, содержание которой в смеси невелико, может быть представлена на дифрактограмме лишь несколькими наиболее интенсивными из присущего ей ряда линиями. Выделение рядов d_{hkl}, соответствующих каждой из присутствующих в образце фаз, и индентификация их дают возможность определить фазовый состав образца.

Абсолютное большинство реальных материалов состоит из нескольких фаз. Расшифровка качественного фазового состава и количественного соотношения разных фаз, определение типа и состояния твердых растворов, их возможной предельной концентрации являются наиболее распространенными материаловедческими задачами рентгенофазового анализа.

Рентгенофазовый анализ основан на двух положениях:

– каждая фаза дает присущий только ей (не зависящий от присутствия других фаз) набор дифракционных линий;

– интенсивность линий пропорциональна содержанию фазы.

Характеристикой анализа является его чувствительность – минимальное количество вещества, при котором еще заметна самая сильная (реперная) линия. В основном чувствительность рентгенофазового анализа не превышает нескольких процентов (относительных).

Рентгенограмма многофазной системы представляет собой результат наложения рентгенограмм отдельных фаз. В случае если содержание фазы невелико, она будет представлена лишь ограниченным числом наиболее интенсивных линий. Чаще всего качественный рентгенофазовый анализ проводится по трем реперным линиям для каждой из фаз.

Рентгеновский количественный фазовый анализ основан на сравнении интенсивности линий определяемых фаз между собой или с интенсивностью линии эталонного образца, полученной на рентгенограмме или дифрактограмме методом подмешивания эталона либо методом независимого эталона. При этом в случае количественного анализа необходимы как можно более точные измерения интенсивности линий, особенно для фазы, количество которой невелико.

Порядок выполнения лабораторной работы

1. Записать в табл. 4.1 длину волны рентгеновского излучения $\lambda = 0{,}15416$ нм.

2. На полученной дифрактограмме пронумеровать линии максимумов интенсивностей, начиная от наименьших углов.

3. Для каждой линии определить возможно более точно значения углов θ по дифрактограмме, соответствующих номерам линий. Полученные значения записать в табл. 4.1

4. Для каждого угла рассчитать значение $\sin\theta$ с точностью до четвертого знака после запятой и занести значение в табл. 4.1.

5. По формуле (4.5) для каждого угла рассчитать значение межплоскостного расстояния *d.*

6. Рассчитать среднее значение, результат занести в табл. 4.1.

Таблица 4.1

№ п/п	λ, мкм	θ, град	$\sin\theta$	d_{hkl}	$\langle d_{hkl}\rangle$	Δd_{hkl}	Ɛ, %
				мкм			
1							
2							
3							
4							
…							

7. Рассчитать абсолютную и относительную погрешности по методике косвенных невоспроизводимых измерений.

8. Записать окончательный результат в виде

$$\begin{cases} d = (\langle d\rangle \pm \Delta d)\text{мкм} \\ \alpha = 0{,}9 \\ \text{Ɛ} = \cdots\,\% \end{cases}$$

9. Сделать выводы по результатам работы.

Контрольные вопросы

1. Возникновение и особенности спектров тормозного и характеристического рентгеновского излучения.

2. Причины возникновения дифракционной картины. Вывод уравнения Вульфа – Брэгга.

3. Назначение основных узлов дифрактометра и их расположение.

4. Назначение и принципы фокусировки в дифрактометре.

5. Взаимодействие рентгеновского излучения с веществом.

6. Задачи рентгенофазового анализа веществ.

РЕКОМЕНДУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. Гапонов, В. И. Электроника / В. И. Гапонов. – М. : Высш. шк., 1960. – 209 с.

2. Горелик, С. С. Рентгенографический и электронноптический анализ / С. С. Горелик, Л. Н. Расторгуев, Ю. А. Скаков. – 2-е изд. − М. : Металлургия, 1970. – 366 с.

3. Детлаф, А. А. Курс физики / А. А. Детлаф, Б. М. Яворский. − М. : Академия, 2003. − 720 с.

4. Епифанов, Г. И. Физика твердого тела / Г. И. Епифанов. – М. : Высш. шк., 1965. – 270 с.

5. Машков, Ю. К. Физическое материаловедение : конспект лекций / Ю. К. Машков, О. В. Малий. – Омск : Изд-во ОмГТУ, 2012. – 196 с.

6. Машков, Ю. К. Физическое материаловедение : учеб. пособие / Ю. К. Машков, О. В. Малий. – Омск : Изд-во ОмГТУ, 2014. – 190 с.

7. Миркин, Л. И. Справочник по рентгеноструктурному анализу поликристаллов / Л. И. Миркин. – М. : Физматгиз, 1961. – 863 с.

8. Савельев, И. В. Курс общей физики / И. В. Савельев. – М. : Наука, 1982. – Т. 3. – 304 с.

9. Хейкер, Д. М. Рентгеновская дифрактометрия / Д. М. Хейкер, Л. С. Зевин. – М. : Физматгиз, 1963. – 380 с.