

АВТОМАТИЗАЦІЯ ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНИХ ДОСЛІДЖЕНЬ

УДК 539.226

ДО МЕТОДИКИ ВИСОКОТЕМПЕРАТУРНОЇ РЕНТГЕНОГРАФІЇ ХІМІЧНО АКТИВНИХ РОЗТОПІВ

© Степан Мудрий*, Володимир Гальчак*, Сергій Прохоренко, Стадник Богдан, 2000

*Львівський національний університет імені Івана Франка, кафедра "Фізика металів",
вул. Університетська 1, 79013, Львів, Україна
Державний університет "Львівська політехніка", кафедра "Метрологія, стандартизація та сертифікація",
вул. С. Бандери, 12, 79013, Львів, Україна

Розглянуто методологію високотемпературної рентгенографії хімічно активних розплавів, опис конструктивних особливостей устаткування та конструкцію вимірного комплексу, методіку проведення вимірювань та опрацювання результатів.

Представлена методологія високотемпературної рентгенографії хімічно активних расплавов, описані конструктивні особливості обладнання і конструкція вимірного комплексу, методіка проведення вимірювань і обробки результатів.

In this article the methodology of a highly temperature radiographic analysis of reactive metal melts, exposition of design features of inventory and construction of a measuring complex, procedure of measurements recording and handling of results is shown.

Багаторічний досвід теоретичного та експериментального вивчення структури і властивостей металів дав можливість оптимізувати комплекс дослідження їх структури у розтопленому стані.

нати їх у дифрактометр для дослідження структури розтопів.

Ми подаємо принципові схеми розробленого, сконструйованого та виготовленого у нас устаткування.

Вимірювальний комплекс „Високотемпературний дифрактометр для рентгенографії металевих розплавів“ застосовується для дослідження будови металевих розтопів в інтервалі температур $(100 \div 1500)^\circ\text{C}$. Робоче середовище вакуум або інертний газ. Кути реєстрації – від 5° до 150° , похибка $\pm 0.1\%$. Похибка вимірювання інтенсивності розсіяних променів у випадку оптимальних часів реєстрації $\approx \pm 1\%$. Дрейф температури у ізотермічній зоні (після стабілізуючої витримки) $\pm 2\text{K}$.

Кінцевою величиною, що прямо характеризує атомний розподіл, є величина $\rho(r)$ – залежність, що пов'язана з імовірністю розташування іншого атома на віддалі r від того, що обрано за центр координат. Подана функція істотно відмінна від квазігазового (ρ_0) розподілу для 2÷3 координаційних сфер. На

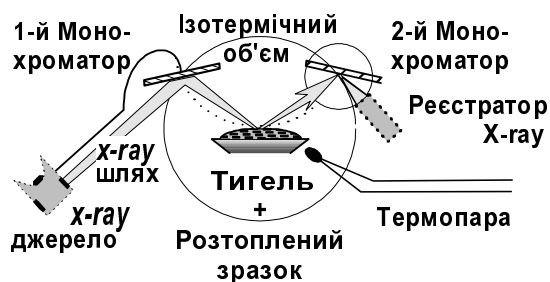


Рис.1 Принципова схема

Апаратура для вивчення будови і фізичних властивостей металевих розтопів серійно не продукується. Існуючі окремі блоки для реєстрації та вимірювання температури, генерування х-променів, вимірювання інтенсивності та інші допоміжні – вимагають додаткових зусиль для того, щоб об'єд-

схемі зображена кореляція твердотілого розподілу та розмитого хаотичним тепловим рухом Гауссового максимуму для розтопу.

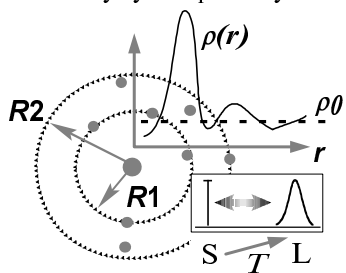


Рис.2 Кореляція даних про будову речовини у твердому (S) та розтопленому (L) станах

Експериментальна установка

Первинним джерелом інформації про структуру рідких сплавів є криві інтенсивності, що являють собою залежність інтенсивності пружно-розсіяних х-променів від кута розсіювання. Використовуючи криві інтенсивності, визначають структурні фактори, а потім за допомогою Фур'є-перетворення розраховувались функції радіального розподілу атомів (ФРРА) (рис.2).

В більшості досліджень криві інтенсивності одержують з відкритої поверхні розтопу. При цьому досить точно можна врахувати поглинання у зразку і вплив фактора поляризації. Окислення більшості металів і сплавів у рідкому стані, випаровування, взаємодія досліджуваного зразка з матеріалом кювети при високих температурах створюють додаткові методичні труднощі в рентгенографічному експерименті [1].

Для одержання кривих інтенсивності розсіяного випромінювання від металічних розтопів використовувався рентгенівський дифрактометр, сконструйований і виготовлений на кафедрі фізики металів фізичного факультету Львівського національного університету імені Івана Франка.

Використовуючи досвід досліджень, проведених на дифрактометрі, що описаний в роботі [2], у новому варіанті високотемпературного дифрактометра повніше враховано раніше зазначені вимоги.

Дифрактометр забезпечує:

- ★ реєстрацію рентгенівського випромінювання в діапазоні кутів розсіювання від 6 до 150° з похибкою не більш як 5';

- ★ температуру досліджуваних зразків — до 1800 К у вакуумі або в інертному газі (гелії) з

похибкою її підтримування ±2К та похибки вимірювання ±1%;

- ★ вакуум — не нижче 0.001 Па;

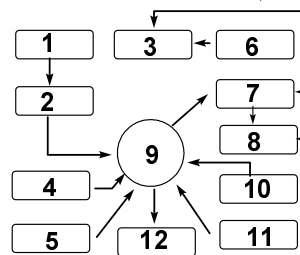


Рис.3. Блок-схема

- ★ надлишковий тиск інертного газу в камері (нами використовується гелій, як найбільш „прозорий“ у використуваних довжинах хвиль) — 1.5 Па.

Основними функціональними частинами дифрактометра (згідно із поданою на рис.3. структурною схемою дифрактометра) є:

- 1- джерело х-променів; 2- система колімації та монохроматизації рентгенівського випромінювання;
- 3- гоніометр ГУР-5; 4- система юстування зразка; 5- система нагрівання, регулювання та реєстрації температури в інертній атмосфері;
- 6- система управління ГУРом; 7- блок детектування; 8- система реєстрації інтенсивності розсіяного рентгенівського випромінювання;
- 9- високотемпературна х-променева камера; 10- система водяного охолодження; 11- вакуумно-гелій заповнювальна система; 12- система оброблення даних, взятих з 8.

Як джерело рентгенівського випромінювання використовувався серійний рентгенівський апарат ИРИС-3, що забезпечує стабільне рентгенівське випромінювання з високим рівнем стабілізації за струмом та напругою, та рурка х-променева типу БСВ-27. Кожух встановлений на рухомий кронштейн гоніометра. Завдяки такій конструкції можна встановлювати фокус рурки на задану відстань від головної осі гоніометра. На спільному з кожухом кронштейні закріплено монохроматор і механізми юстування кристал-монохроматора навколо осі, що паралельна головній осі гоніометра. Це дозволяє суміщати монохроматизований первинний жмут з оптичним центром гоніометра. У дифрактометрі передбачено можливість роботи з монохроматором на дифрагованому промені, що дозволяє усунути вплив флуоресцентного випромінювання та збільшення точності

вимірювань. Коліматори первинного і розсіяного випромінювань розміщені відповідно на корпусі монохроматора та на кронштейні детектора.

Реєстрація дифракційної картини проводилась від вільної поверхні зразка з фокусуванням на ній променя за Бреггом-Брентано.

Керування гоніометром здійснювалось блоком управління 6. Вихідні дані (кількість кутових координат дослідження, інтервал сканування, швидкість переміщення осей гоніометра, час експозиції) вказувались спеціальним програмним пакетом і задавались безпосередньо з керуючої машини. Використовуваний програмний пакет GrafEdit (©PSV) дозволяє отримувати безпосередньо криву інтенсивності розсіяного х-променя на екрані дисплея та проводити подальші операції (нормування і т.д. — див. нижче) стандартизовано.

Час сканування вибирається таким, щоб статистична похибка підрахунку кількості імпульсів на „хвості” кривої інтенсивності не перевищувала 1.5-2 %.

Оптимізація часу експерименту і виявлення слабких ефектів досягались вимірюванням розсіяної інтенсивності з різним кроком кута розсіяння 2θ залежно від очікуваних дифракційних ефектів. Крок сканування становив 5° в околі першого дифракційного максимуму та $15-30^\circ$ — при великих кутах розсіяння.

Юстування дифрактометра проводилось так:

а) виділений монохроматизований жмут K_α -випромінювання рентгенівської рурки пропускається через коліматор; б) вісь гоніометра суміщається з віссю камери; в) за допомогою гоніометричної насадки і катетометра фіксується вісь гоніометра; г) монохроматизований рентгенівський жмут пропускається через вісь гоніометра; д) визначається нульове положення х-променевої рурки; е) за максимумом інтенсивності при нульовому положенні рурки визначається нульове положення детектора.

Катетометр КМ-4 забезпечує похибку не більш як $\pm 2 \cdot 10^{-5}$ м.

Високотемпературна х-променева камера складається з корпусу та вакуумно-щільної покривки. До корпусу кріпиться механізм юстування зразка (забезпечує плавне переміщення зразка у вертикальному напрямку до 15 мм), у нього також

вакуумно щільно входять струмоводи нагрівача та виводи термопар.

Для нагрівання зразка застосовувались різної конструкції печі електроопору з нагрівними елементами, виготовленими з молібдену, вольфраму або танталу. Система теплових екранів дозволила створити теплове поле з малим градієнтом температур. Для підтримання сталої температури зразка під час експерименту використовувались високоточні регулятори температури типу ВРТ-3 або РИФ-101. Це забезпечило стабільність температури протягом одного вимірювання в $\pm 2^\circ$ у діапазоні $500 \div 1500$ К.

Корпус виготовлено у вигляді циліндричної конструкції з водяним охолодженням. У ньому зроблено проріз, вакуумно щільно перекритий тонкою (проникною для х-променів) фотоплівкою для входу і виходу х-променів. У торцевий фланець вмонтовано пристрій для очищення розтопів від шлаків та термостійке вікно для спостереження за зразком під час експерименту.

Вакуумна система — стандартний вакуумний пост з азотною пасткою.

Достовірність кривої інтенсивності розсіяного рентгенівського випромінювання (зокрема, положення та інтенсивність першого максимуму) суттєво залежить від точності центрування зразка і збереження його протягом всього часу експерименту. Насамперед, похибка центрування приводить до зміни висоти структурного фактора. Центрування проводилось в такій послідовності: х-променева рурка встановлювалась так, щоб жмут променів поширювався горизонтально, і за максимумом інтенсивності (при малих значеннях анодного струму) визначалось нульове положення детектора. При досягненні цієї умови зразок піднімався до перекидання половини інтенсивності первинного жмута. Це фіксоване положення зразка підтримувалось постійно при кожній температурі у широкому температурному інтервалі.

Також важливим фактором, що впливає на похибку та достовірність результатів експерименту є монохроматизація рентгенівського випромінювання. Монохроматизацію жмута можна досягнути різними способами [3]. У даній роботі дослідження проводились у K_α -випромінюванні міді, кобальту або заліза. Монохроматизація здійснювалась монокристалом пірографіту.

Для реєстрації розсіяних променів використовувався скінтіляційний лічильник на основі монокристала NaJ, активованого талієм, у поєднанні з фотоелектронним помножувачем ФЕУ-85.

Похибка визначення основних структурних характеристик

При інтерпретації дифракційних даних поряд з аналізом форми структурного фактора та кореляційних функцій використовуються такі характеристики: s_1 , $a(s_1)$, $s_{1/2}$ — відповідно: *положення, висота і півширина першого максимуму структурного фактора*, r_1 — *найбільш ймовірна відстань між сусідніми атомами*; Z — *площа під першим максимумом ФРРА* (ϵ функцією кількості атомів-сусідів, що попали у сферу, обмежену відносно базового радіусом r).

Оцінити сумарну похибку одержаних дифракційних кривих та окремих структурних характеристик практично неможливо. Вона залежить як від експериментальних умов, так і від математичного опрацювання експериментальних даних. Тому оцінка випадкової похибки даних дифракційного експерименту проводилась так: протягом тривалого часу записували рентгенограми від рідких галію та олова (речовин, що мали достатню чистоту та були досить окисностійкими) при температурах 773 та 1273 К у K_{α} -випромінюванні міді та кобальту. За цей час неодноразово проводилась заміна рентгенівської рурки, юстувався гоніометр, змінювалась форма печей і т.д. За кожною кривою проводилась побудова структурних факторів. Це дозволило оцінити похибки при визначенні структурних характеристик для галію, 773 К (та олова, 1273 К):

$$s_1 - 0.5 \% (0.5 \%); \quad a(s_1) - 2 \% (3 \%); \quad \Delta s_{1/2} - 5 \% (6 \%); \quad r_1 - 1 \% (1 \%); \quad Z - 8 \% (10 \%).$$

Треба відзначити, що наведені похибки є максимально допустимими для незалежних експериментів.

Методи опрацювання експериментальних даних

Згідно з теорією, інтенсивність розсіяного рентгенівського випромінювання повинна виражатись в електронних одиницях, тобто в значеннях інтенсивності розсіяння вільним електроном. Для цього кожна експериментально одержана залежність інтенсивності від кута розсіяння виправля-

ється на поляризацію, поглинання, некогерентне розсіяння, а в атомний фактор вносять поправку на аномальну дисперсію. Далі проводиться нормування кривої, тобто шукається коефіцієнт приведення до електронних одиниць методом суміщення при великих кутах відносно кривої незалежного розсіяння.

Для уточнення нормуючого множника можна використати асимптотичну властивість структурного фактора — періодичність його осциляцій, яка спостерігається у рідких металах біля третього максимуму. Звідси випливає, що похибка нормування визначається похибкою періоду осциляцій. Така похибка залежить від статистичної помилки вимірювання інтенсивності та становить $\approx 2\%$.

З метою уніфікації підготовки вихідних даних та стандартизації розглянутого методу опрацювання експериментальних рентгенографічних даних і розрахунку зі сталою похибкою низки структурних параметрів (та на їх підставі конфігураційної ентропії) нами розроблено та впроваджено пакет програм «RAX-ray» (©PSV).

Для підвищення прецизійності визначення основних інформативних параметрів нами також були розроблені спеціальні програми, що давали змогу провести уточнення форми дифракційної кривої та перевірити достовірність отриманих змін у окремих кутових інтервалах.

Підготовка зразків

Для проведення прецизійних досліджень структури матеріалів, що мають значні корозійні властивості, ми використовували спеціалізований заправний пост, що давав можливість проводити синтез та впровадження досліджуваного сплаву у тигель. Заправний комплекс забезпечує можливість роботи у інертній атмосфері, а також гомогенізуючого впливу на виготовлюваний зразок за допомогою передачі через ззовні введений звуковід низькочастотних коливань регульованої амплітуди, або накладенням вихрового магнітного поля.

У випадку дослідження розтопів, що сильно окислюються — передбачено під'єднання до високотемпературної камери спеціального модуля, у якому розтоплювався чистий титан, котрий тут був гетером кисню. У деяких спеціальних випадках до гелієвої атмосфери у камеру додатково впроваджувалась незначна кількість водню.

1. Дорош А.К. Структура конденсированных систем. Львов: Изд-во при Львов. ун-те, 1981. 176 с.
2. Дутчак Я.И. Рентгенография жидких металлов. Львов: Вища школа, 1977. 163 с.
3. Физико-химические методы исследования металлургических процессов: Учебник для вузов. / Арсентьев П.П., Яковлев В.В., Крашенников М.Г. и др. М.: Металлургия, 1988. 511с.

УДК 681.325

АВТОМАТИЗАЦІЯ МЕТРОЛОГІЇ КОМП'ЮТЕРНИХ ВИМІРЮВАЛЬНИХ СИСТЕМ

© Валерій Дудикевич, Михайло Паламар*, 2000

Державний університет "Львівська політехніка", кафедра "Автоматика і телемеханіка",
вул. С. Бандери, 12, 79013, Львів, Україна,

*Тернопільській державний технічний університет ім. І. Пулюя, вул. Руська, 56, Тернопіль, Україна

У статті розглядається структура і метрологічні характеристики блока для автоматизації метрологічної атестації комп'ютерної вимірювальної системи. Показані результати метрологічного дослідження КІВС за запропонованим алгоритмом.

В статье рассматривается структура и метрологические характеристики блока для автоматизации метрологической аттестации компьютерной измерительной системы. Показаны результаты метрологического исследования КИИС за предложенным алгоритмом.

In this paper present device structure and measuring performance block to automation validation computing measuring system. Show the results of measuring research CIMS to clause algorithm.

Комп'ютерна вимірювальна система є багатомодульним технічним комплексом, в якому відбувається перетворення аналогових і цифрових сигналів в багатьох ланках і який використовується в складних динамічних умовах вимірювання. Високий рівень точності апаратури, забезпечення єдності вимірювань з нормованою похибкою може бути досягнутим при наявності ефективного метрологічного забезпечення. Метрологічне забезпечення КІВС містить комплекс технічних засобів (розробку методики метрологічної атестації, вибір або створення необхідних зразкових засобів для перевірки) та нормативних документів, що визначають оптимальність технічних рішень та правил використання апаратних засобів згідно з певними метрологічними критеріями як на етапах створення, так і експлуатації КІВС [1].

Загалом процедура перевірки є досить трудомісткою через необхідність виконання великої кількості монотонних операцій, обчислення і аналіз великої кількості значень, тому актуальним є питання автоматизації атестації, контролю і визначення похибок як досить трудомістких процедур. Наяв-

ність комп'ютера в КІВС дає можливість автоматизувати перевірку, використовуючи його як пристрій керування цим процесом, обчислення значень різних видів похибок, статистичної обробки похибок, видачі результатів у зручній формі (графіки характеристик, гістограми), автоматизованого створення і роздруковування метрологічного протоколу атестації.

Існують три підходи для визначення похибок вимірювальних систем [2]: аналітичний, імітаційне моделювання і експериментальний, кожен з яких ґрунтується на використанні співвідношень, одержаних при дослідженні складових похибок і сумарної, за допомогою опису вимірювальних процедур відповідними операторами.

Проте найповніше визначення сумарної похибки, включаючи інструментальну складову, можна одержати внаслідок проведення метрологічного експерименту [3].

Для експериментального методу необхідні зразкові засоби, метрологічні характеристики якого наперед відомі і точність яких суттєво перевищує оцінювану похибку. Методи перевірки вимірювальної