

Метод малоуглового
рентгеновского рассеяния для
исследования структуры стекол
и стеклокристаллических
материалов

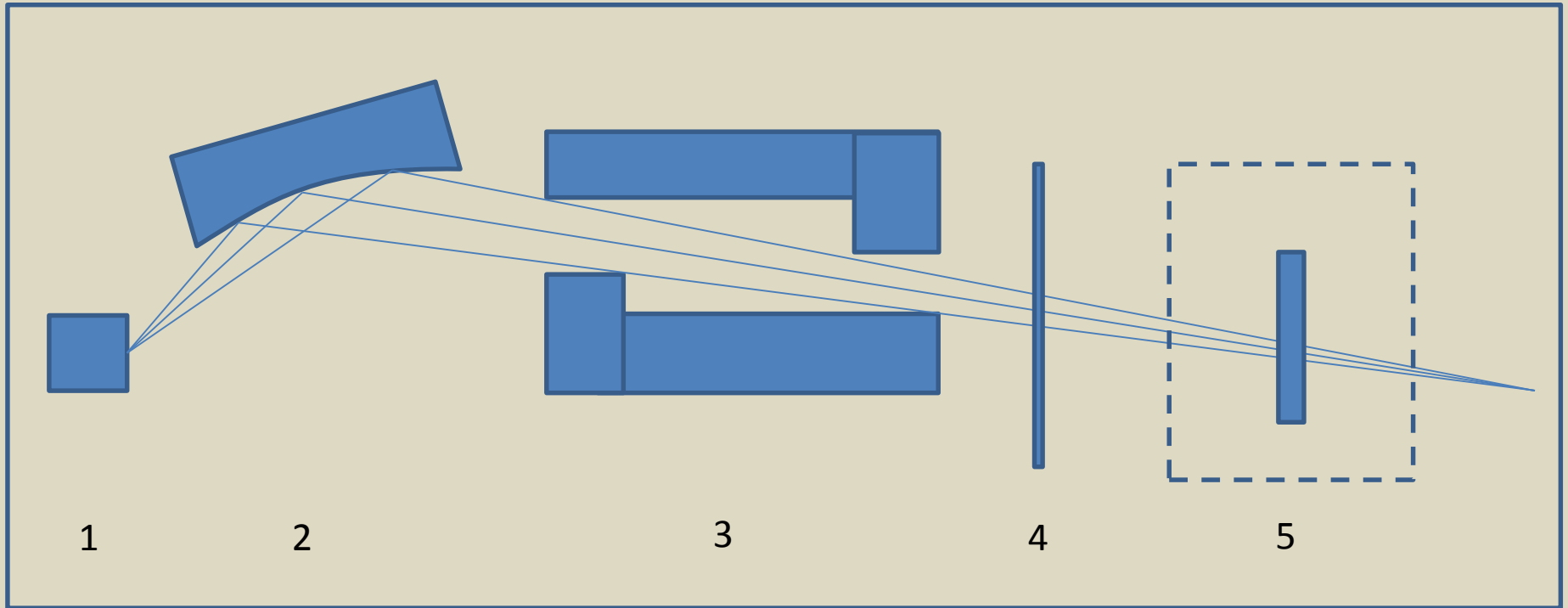
Онущенко П.А.

ИХС РАН/НИЦ КИ ПИЯФ



Валерий Викторович Голубков
(1940-2015)

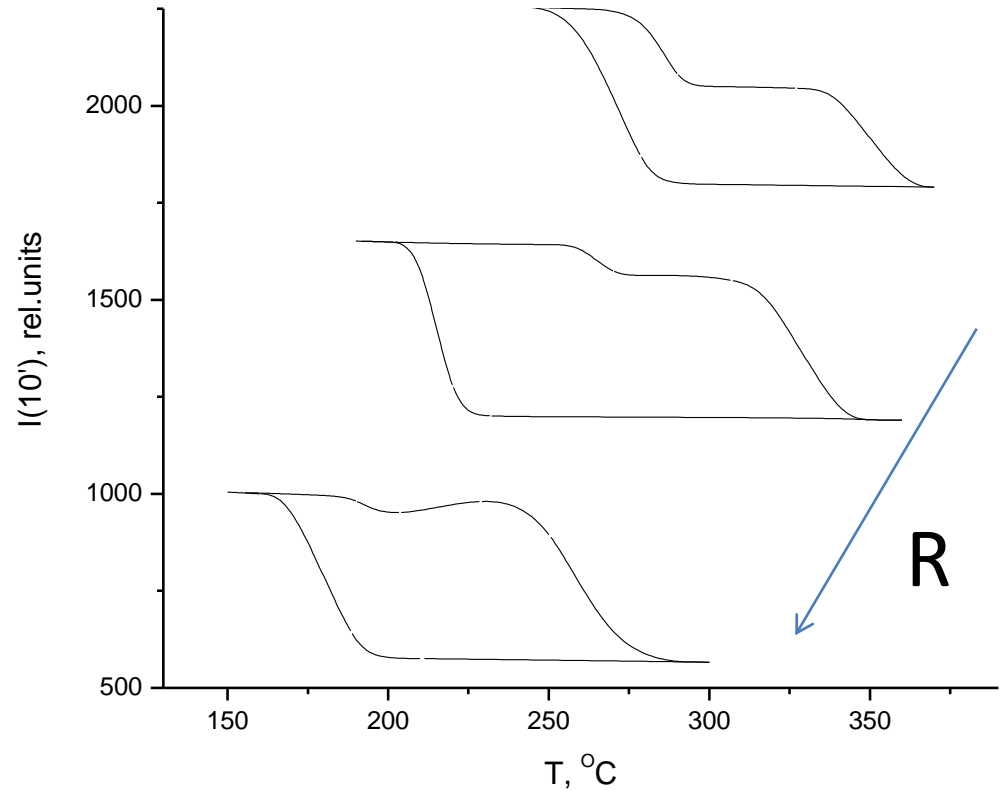
Рентгеновская установка



- 1 – рентгеновская трубка, $\lambda=1,54$
- 2 – изогнутая стеклянная пластина
- 3 – щелевая система Кратки
- 4 – никелевый фильтр
- 5 – образец в вакуумной камере

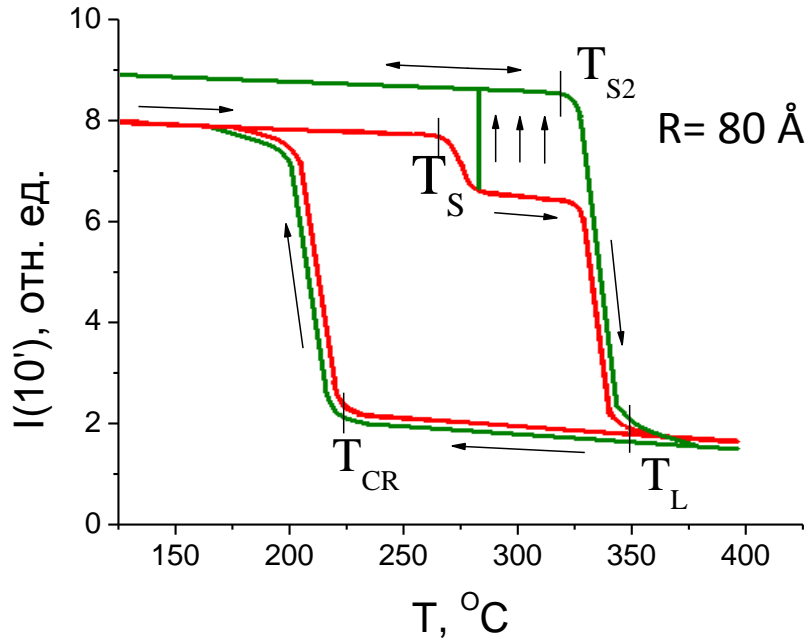
Стекла ФХС-7, содержащие CuCl

ФХС-7 – натриево-алюмо-боро-силикатные стекла с добавкой CuCO_3 и NaCl . Светочувствительная фаза выделяется при термообработке исходных стекол в виде капель жидкости, содержащей CuCl и NaCl . Размеры капель зависят от режимов термообработки – длительности и температуры.



Температурные зависимости интенсивности РМУ на угле 10 минут образцами стекла ФХС-7, содержащими нанокристаллы CuCl различных размеров

Стекла ФХС-7, содержащие CuCl



Температурные зависимости интенсивности РМУ на угле 10 минут ($q \sim 0.01 \text{ \AA}^{-1}$) образцом стекла ФХС-7, содержащим нанокристаллы CuCl

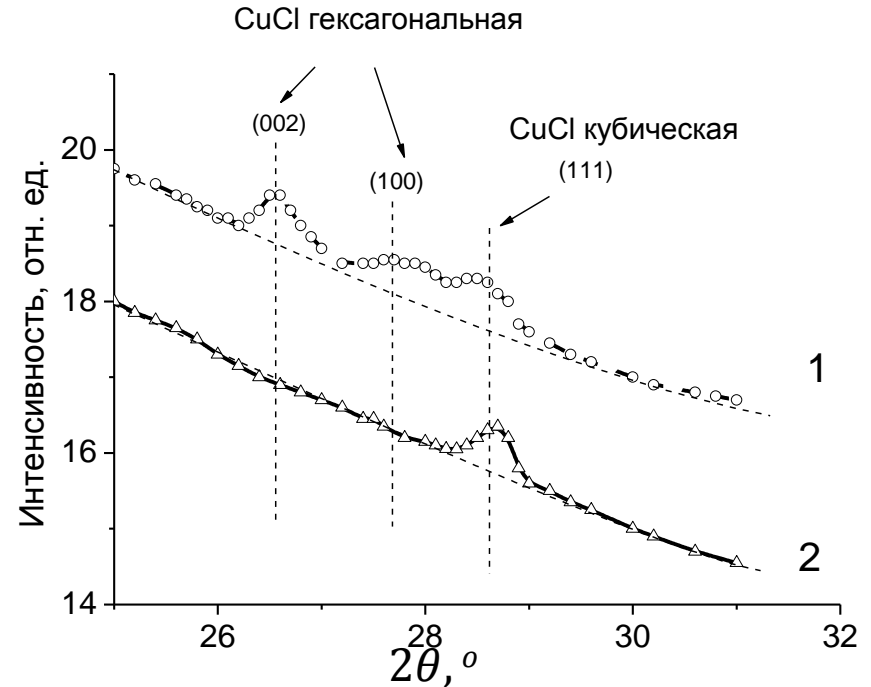


Рис. 12. Участки рентгенограмм образца, содержащего кристаллы CuCl с линейными размерами 260 \AA .

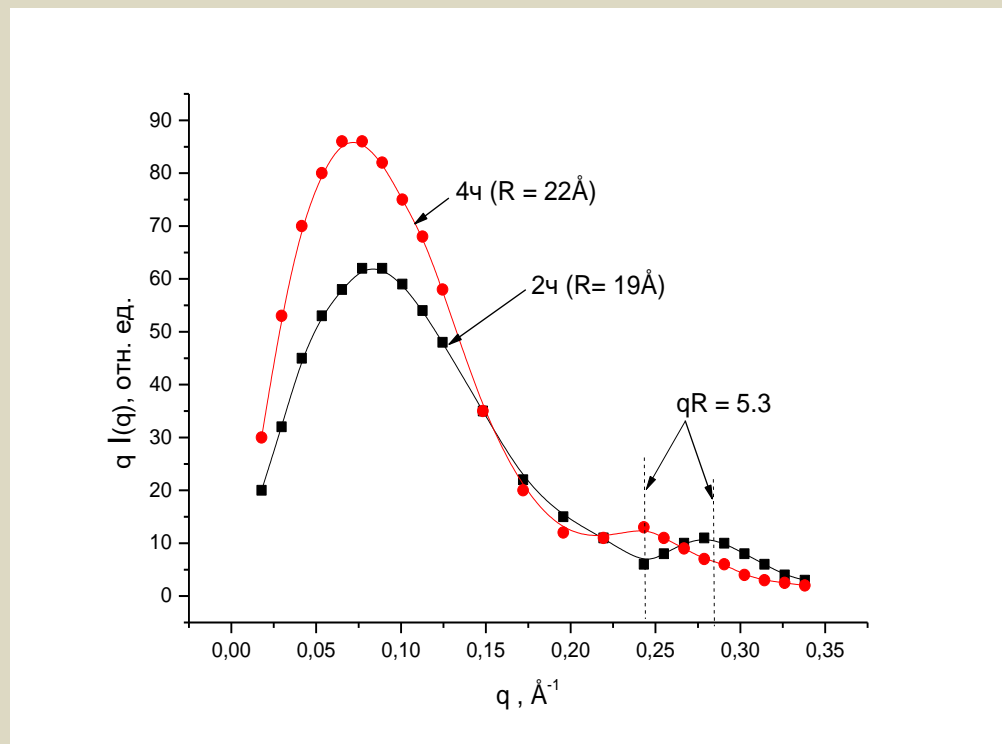
1 – образец, охлажденный со скоростью 5-10 $^{\circ}\text{C}/\text{мин.}$,

2 – термообработанный дополнительно при 300°C течение часа,

Кинетика выделения нанокристаллов CdSe в натриево-цинково-силикатном стекле

Первичная термообработка производилась при 420, 450, 480 и 510 °С в течение 100 часов. Вторичная термообработка при 550, 575 и 600 °С.

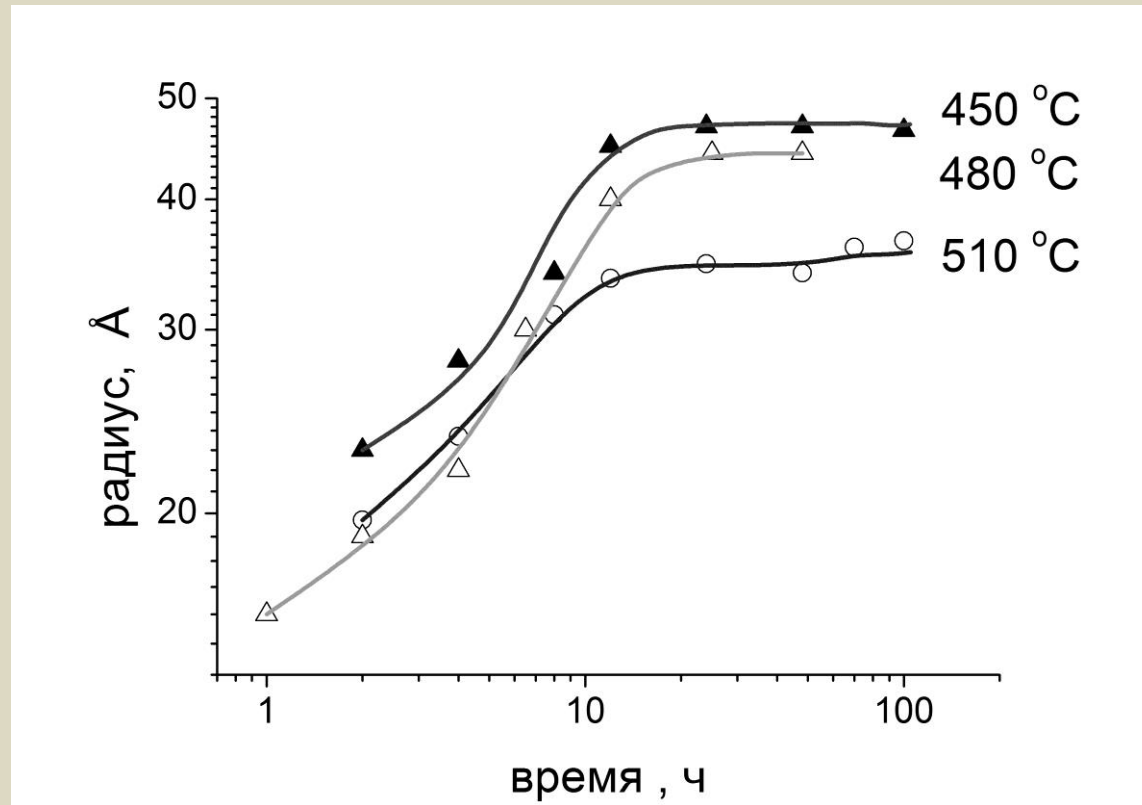
Были определены значения размеров рассеивающих частиц, среднего квадрата разности электронных плотностей, относительных объемов фаз и концентрации.



$$\langle (\Delta\rho)^2 \rangle = (\rho_1 - \rho_2)^2 w_1 w_2$$

$$\langle (\Delta\rho)^2 \rangle = \frac{1}{4\pi^2 v} \int_0^\infty q I(q) dq$$

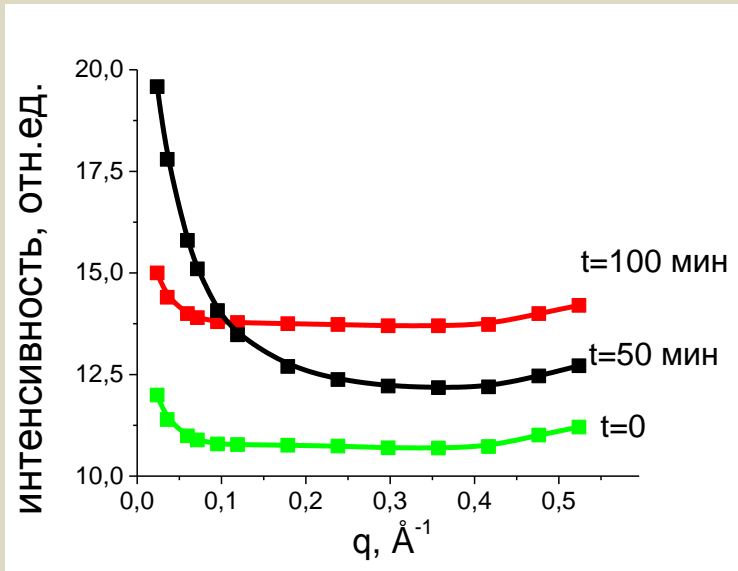
ρ_1 и ρ_2 – средние электронные плотности рассеивающих областей и матрицы, w_1 и w_2 - их относительные объемы.



Зависимости в двойном логарифмическом масштабе радиусов нанокристаллов от времени термообработки при 600 °С при различных температурах первичной термообработки.

При двухстадийных термообработках натриево-цинково-силикатного стекла, содержащего CdSe, прекращается рост нанокристаллов CdSe при продолжительности вторичной термообработки порядка 10 часов.

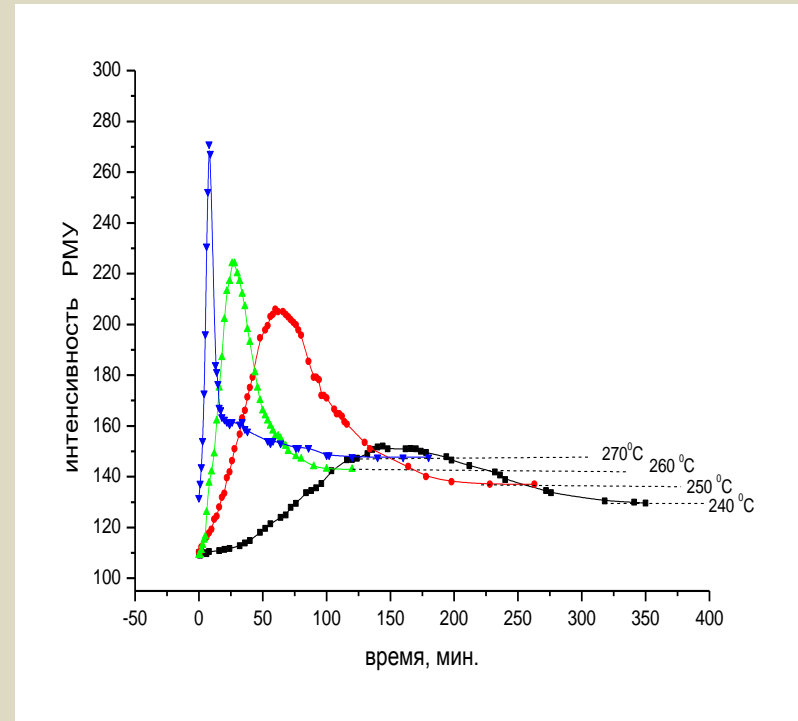
Релаксационные процессы в стеклообразном оксиде бора



Угловые зависимости интенсивности РМУ от длительности прогрева при 255 °С после резкого повышения температуры образца столообразного B_2O_3 стабилизированного при 200 °С

$$I_\rho = \rho^2 \kappa T \beta_T V$$

- интенсивность рассеяния тепловыми флуктуациями плотности (т.ф.п.)



Зависимость интенсивности РМУ при угле рассеяния $20'$ от длительности прогрева при 270, 260, 250 и 240 °С после резкого повышения температуры образца стеклообразного B_2O_3 стабилизированного при 200 °С

T_s – наименьшая достижимая фиктивная температура

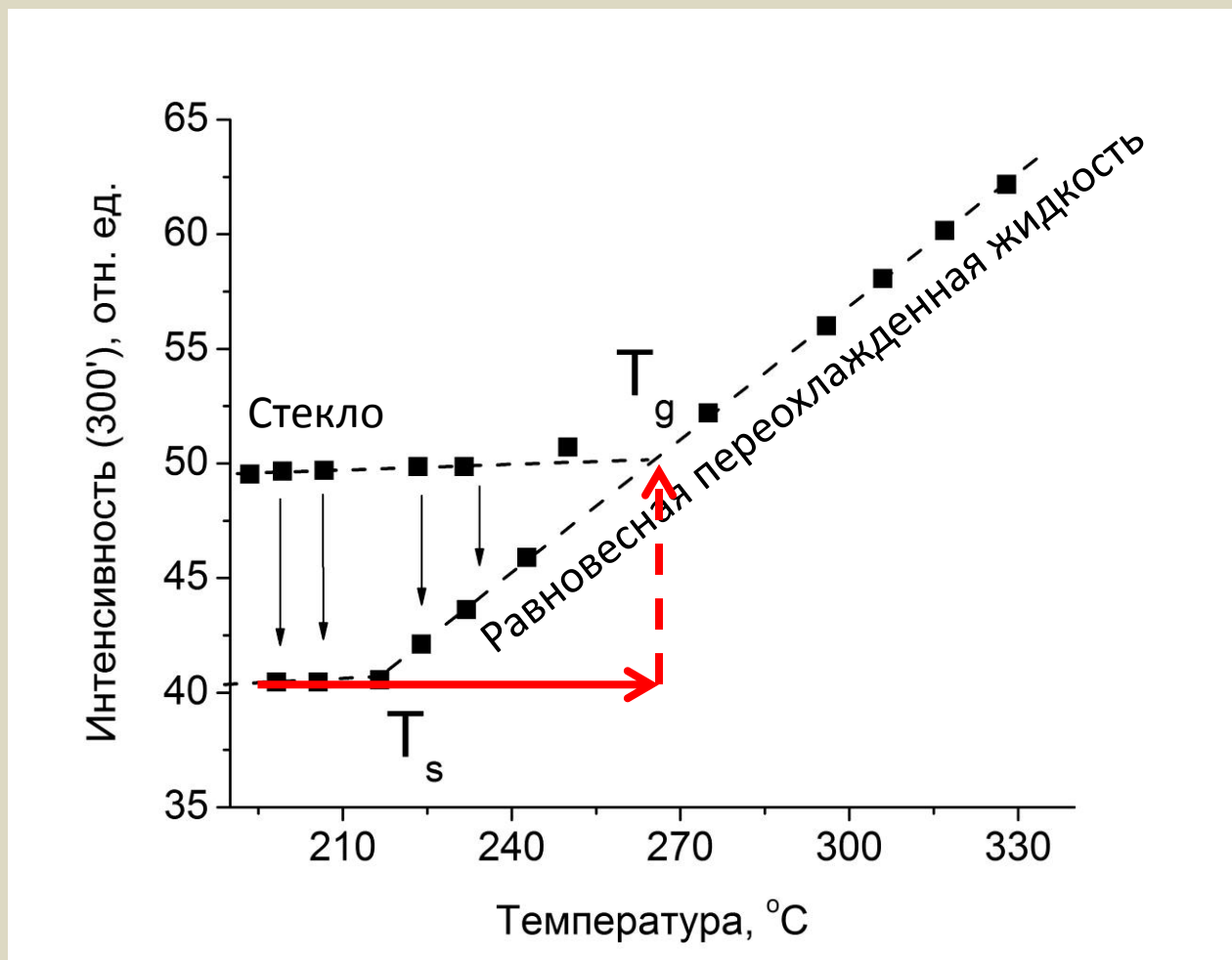


Рис. 3. Температурная зависимость интенсивности РМУ стеклообразным B_2O_3 при нормальном охлаждении и в равновесных состояниях

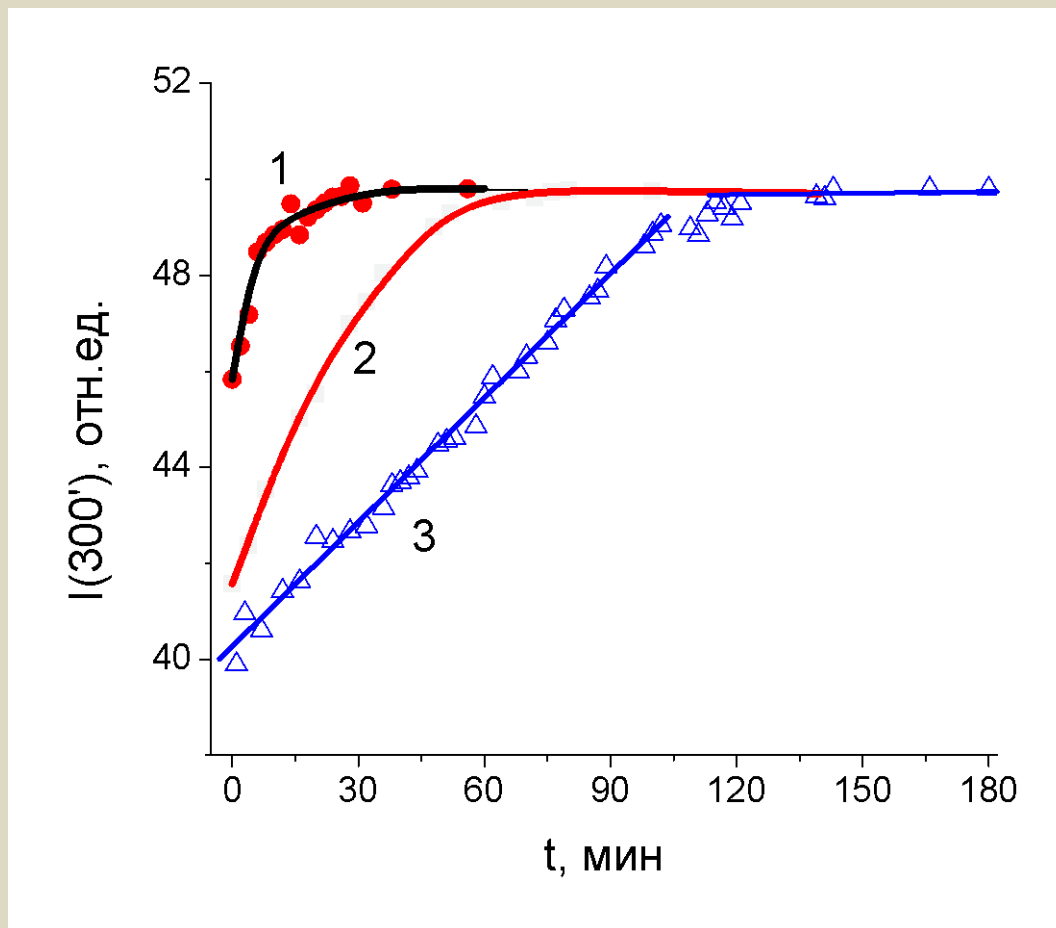
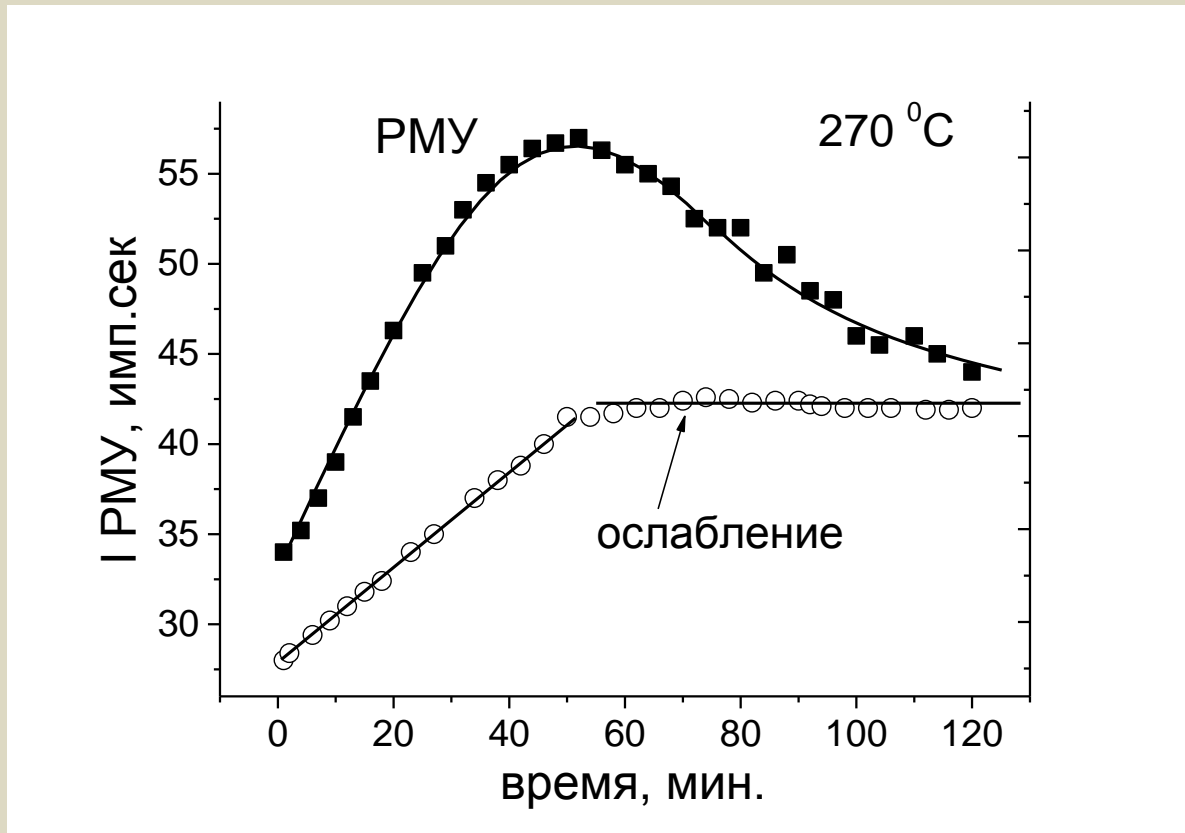


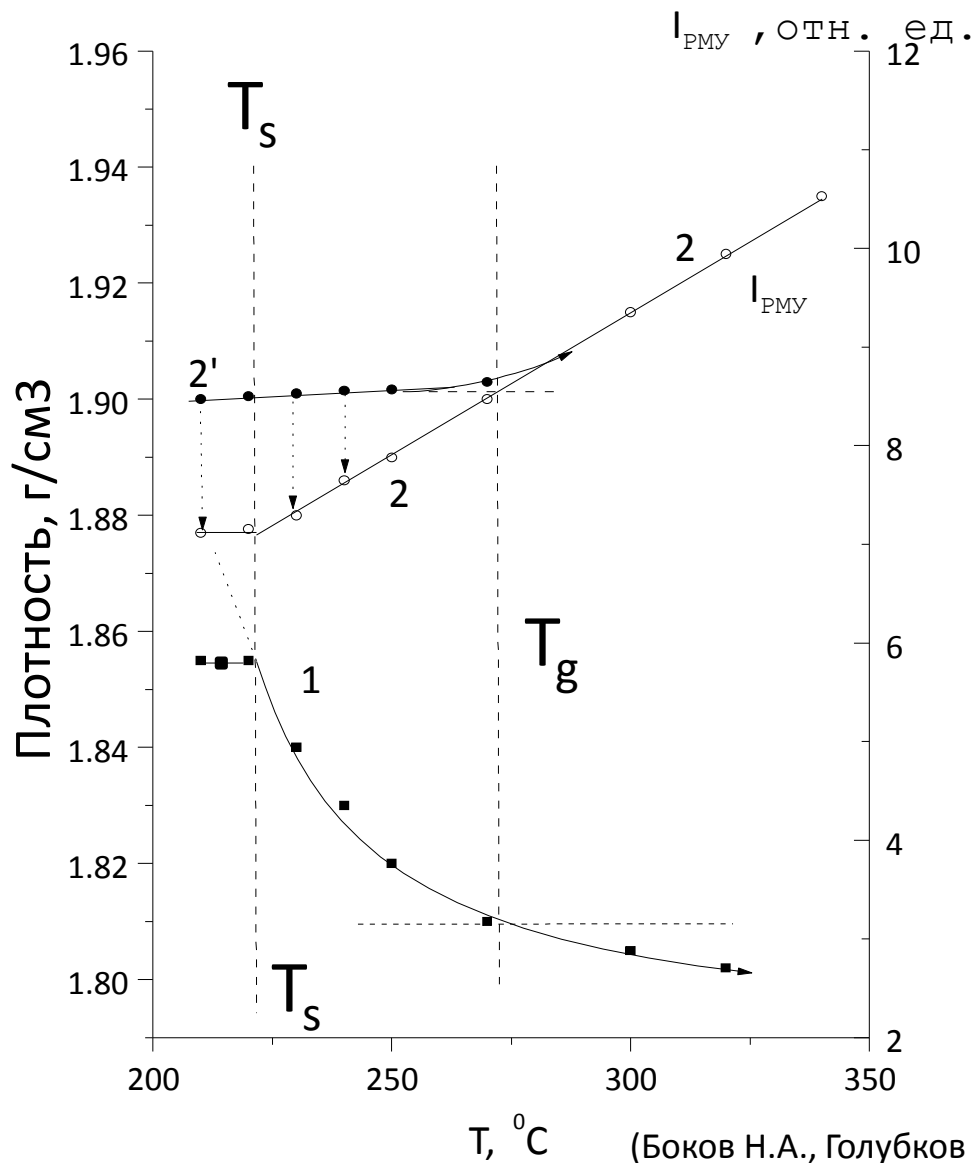
Рис. 5. Зависимость интенсивности РМУ при угле рассеяния $300'$ от длительности прогрева при $255\text{ }^\circ\text{C}$ после резкого повышения температуры образца стеклообразного V_2O_3 прогретого при $200\text{ }^\circ\text{C}$ в течение 2500, 480 и 20 ч

$$I = I_0 \exp [-(\mu/\rho) \rho d]$$

(μ/ρ) - массовый коэффициент ослабления

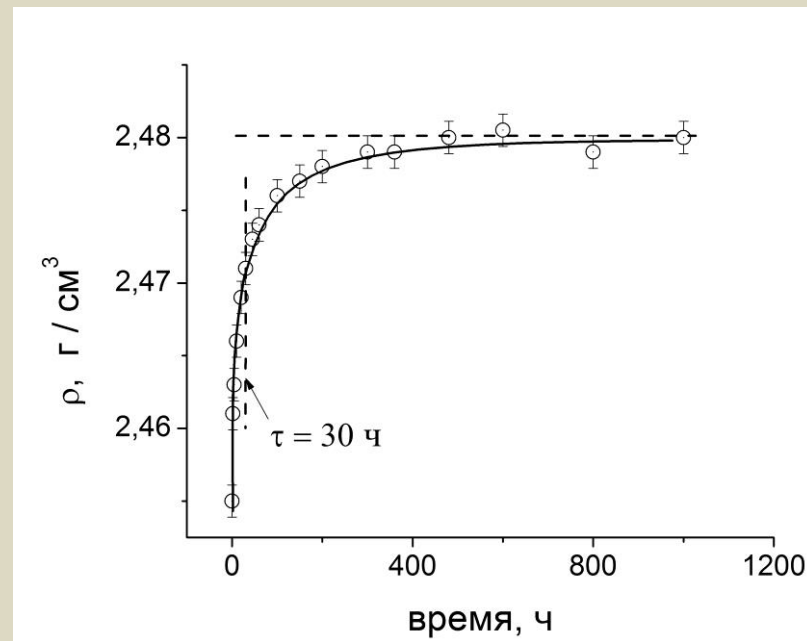
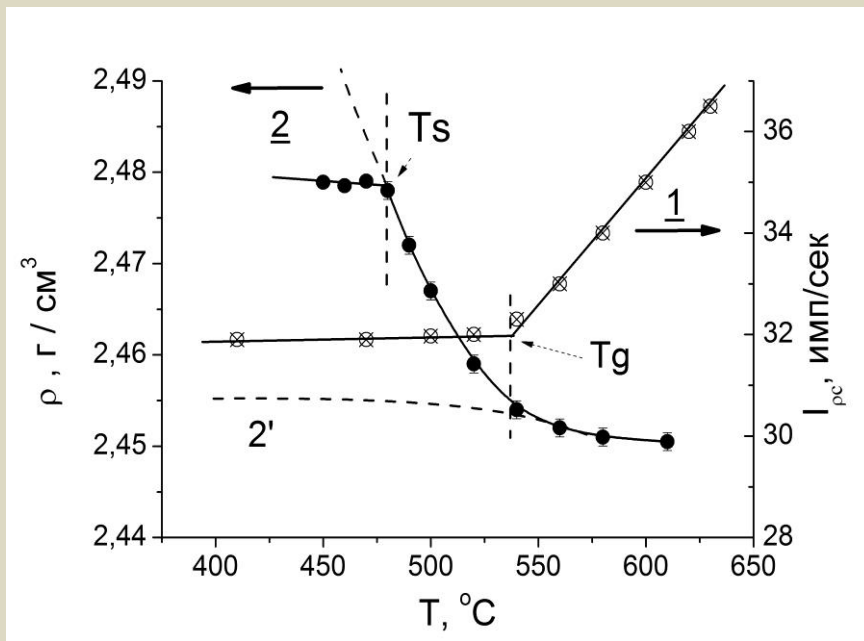


Зависимости интенсивности РМУ при угле $20'$ (1) и интенсивности первичного пучка после ослабления образцом B_2O_3 (2) от длительности термообработки при 270°C .



Плотность (1) и интенсивность РМУ т.ф.п. (2) стеклообразного B_2O_3 в равновесных состояниях и при охлаждении со скоростью 10 К/мин (2')

Исследование натриево-боро-силикатных стекол



Температурные зависимости интенсивности РМУ тепловыми флуктуациями плотности при охлаждении (1) и равновесные значения плотности (2) стекла состава $17\text{Na}_2\text{O} \cdot 33\text{B}_2\text{O}_3 \cdot 50\text{SiO}_2$, 2' – плотность после кратковременной стабилизации (5–10 минут) при охлаждении от более высокой температуры.

Плотность образца состава $17\text{Na}_2\text{O} \cdot 33\text{B}_2\text{O}_3 \cdot 50\text{SiO}_2$ в зависимости от длительности термообработки при 450 °С.

Спасибо за внимание!

