

Кристаллооптический анализ

Кристаллооптические методы анализа
монокристаллов, поликристаллических образцов
и стекол основаны на исследовании материалов
в поляризованном проходящем, отражённом или
косом свете

Фазы различаются по:

форме;

цвету;

спайности;

отражающей способности;

микротвердости;

показателю преломления и его дисперсии;

силе двойного лучепреломления

Виды микропрепаратов

Монокристалл

1. Полированный шлиф – тонкая пластинка, вклеенная между предметным и покровным стеклом
2. Прозрачный (прозрачно-полированный) шлиф – тонкая пластинка, наклеенная на предметное стекло, без покровного стекла
3. Аншлиф – непрозрачная полированная пластинка произвольной толщины

Поликристалл или монокристалл

4. Иммерсионный препарат – порошок с размерами частиц 10-40 мкм

Оборудование и материалы для приготовления шлифов

1. Шлифовальные станки с набором шлифовальных и полировальных кругов

Шлифовальные круги изготавливают из тонкозернистого чугуна

Полировальные круги могут быть металлическими, обтянутыми тканью (сукном), свинцовыми и деревянными

2. Шлифовальные порошки

Алмаз, карбид бора, карборунд, корунд

3. Полировальные материалы

Алмазные пасты, оксид хрома, оксид алюминия (сапфировая пудра)

Типы шлифовальных порошков

Порошки	Номер	Размеры зерен, мкм
Грубые	12	125-160
	10	100-125
	8	80-100
	6	60-80
Мелкие	М-23	20-28
	М-14	10-14
Тонкие	М-10	7-10
	М-7	5-7
	М-5	3-5

Способы проявления структуры поверхности аншлифа

1. Термическое травление

Термическая обработка (для образцов без фазовых превращений при высокой температуре)

2. Химическое травление

Взаимодействие с различными реагентами: кислотами и щелочами (концентрированными или разбавленными, холодными или горячими)

3. Механическое травление

Шлифовка полированного образца тонким шлифовальным порошком

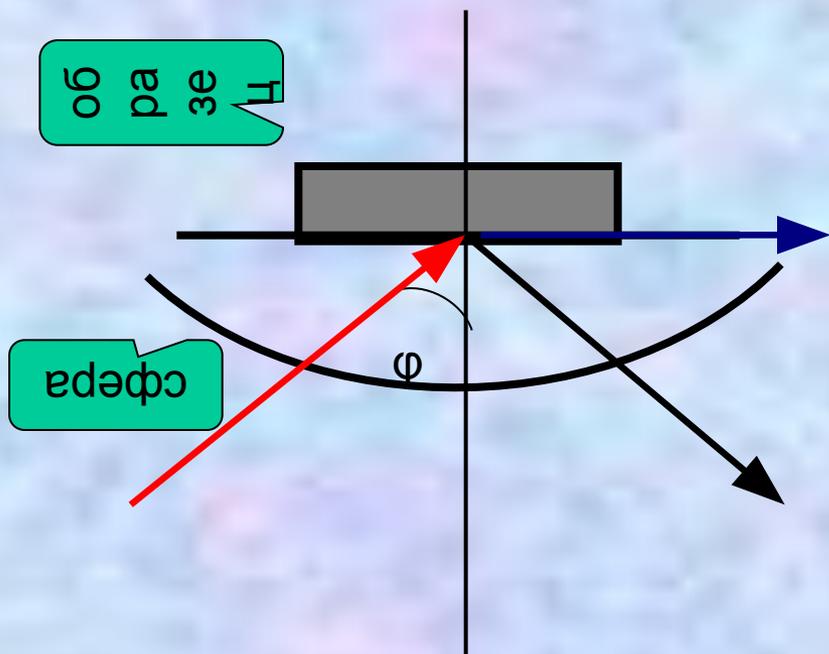
Кристаллооптический анализ монокристаллических образцов

1. Определение кристаллографической категории кристаллов
2. Определение фазового состава образца и размера микрообъектов
3. Измерение показателя (показателей) преломления
4. Измерение угла между ребрами кристалла
5. Определение силы двойного лучепреломления, направления осей индикатрисы, угла погасания, знака главной оптической зоны, плеохроизма

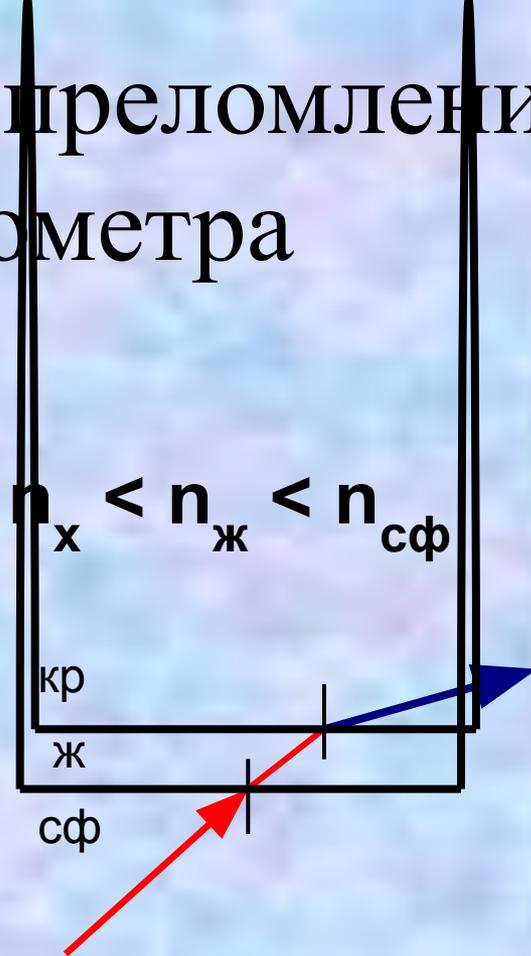
Кристаллооптический анализ монокристаллических образцов

6. Определение оптического знака образца и отклонения разреза от оптической оси
7. Определение закалочных и структурных напряжений
8. Измерение микротвердости образца
9. Измерение плотности дислокаций
10. Определение качества обработки поверхности (микронеровности)

Измерение показателя преломления. Метод рефрактометра

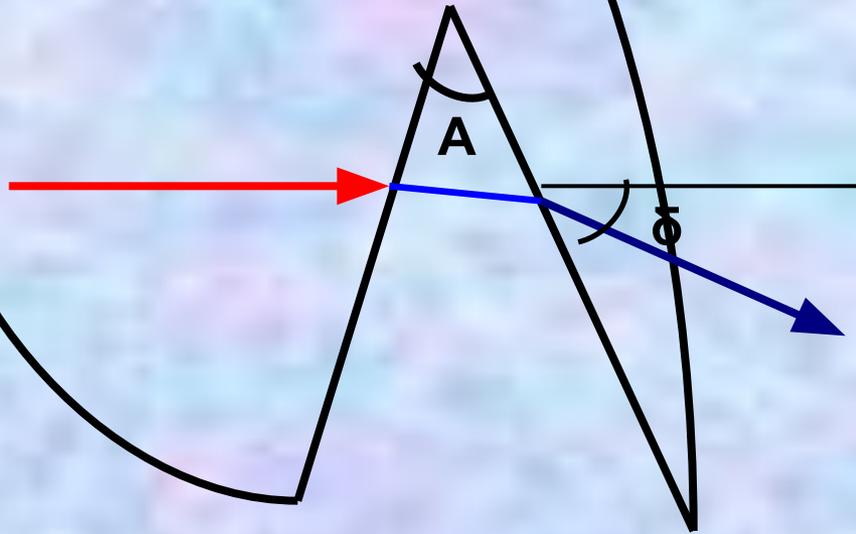


$$n_x = n_{сф} \cdot \sin \varphi$$



Измерение показателя преломления.

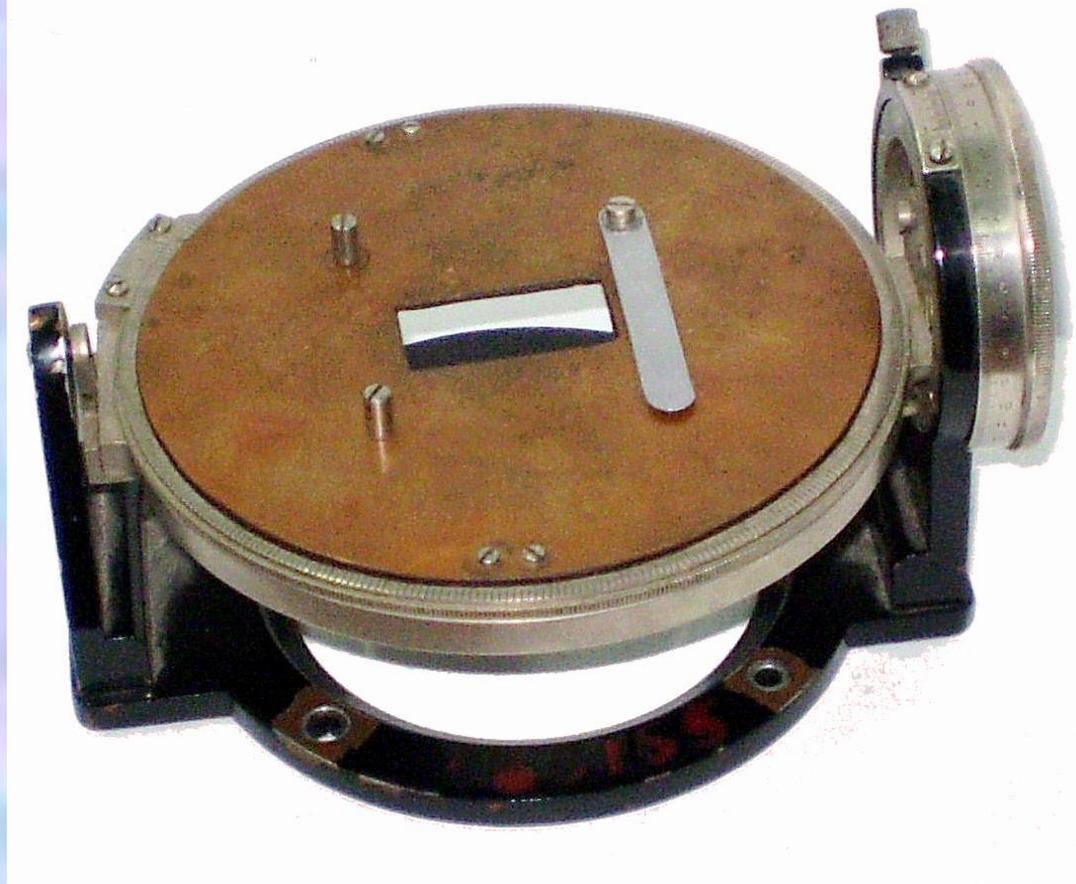
Метод призмы



$$\delta = f(A, n)$$

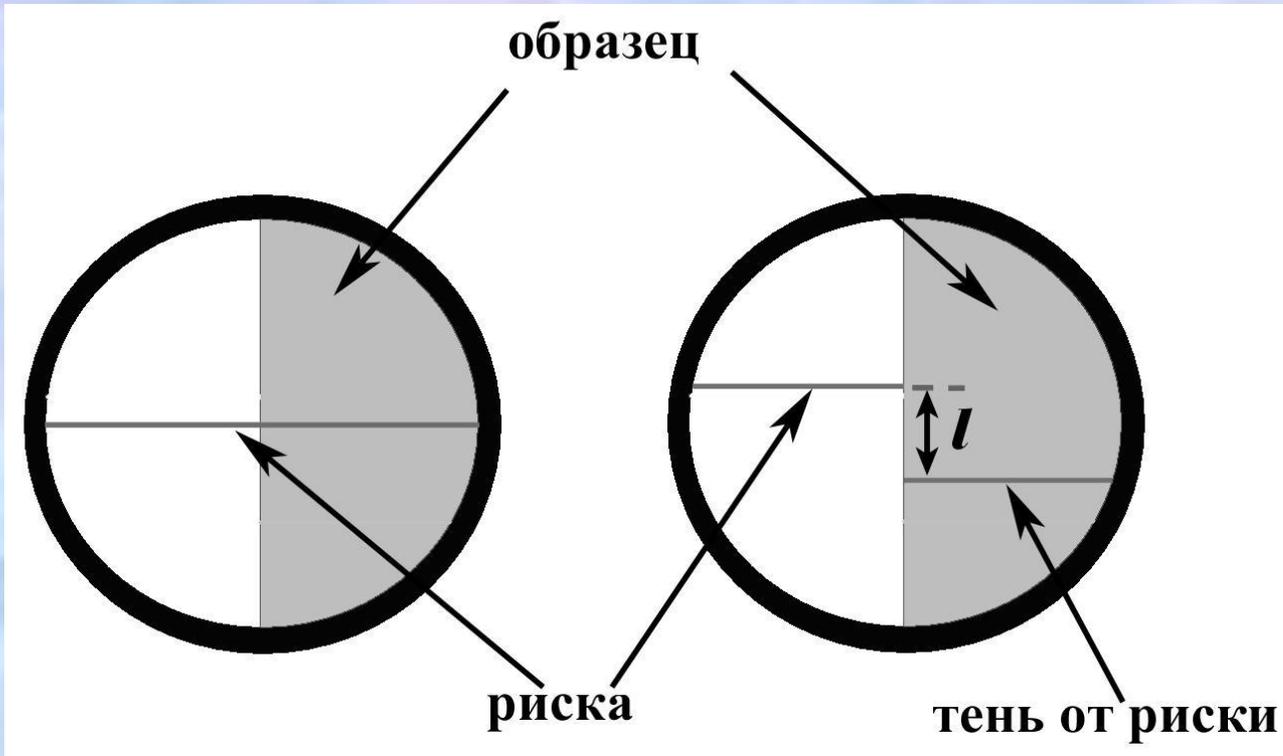
$$n = \frac{\sin((A + \delta_{\max})/2)}{\sin(A/2)}$$

Измерение показателя преломления. Метод Лодочникова



Столик Лодочникова

Метод Лодочникова



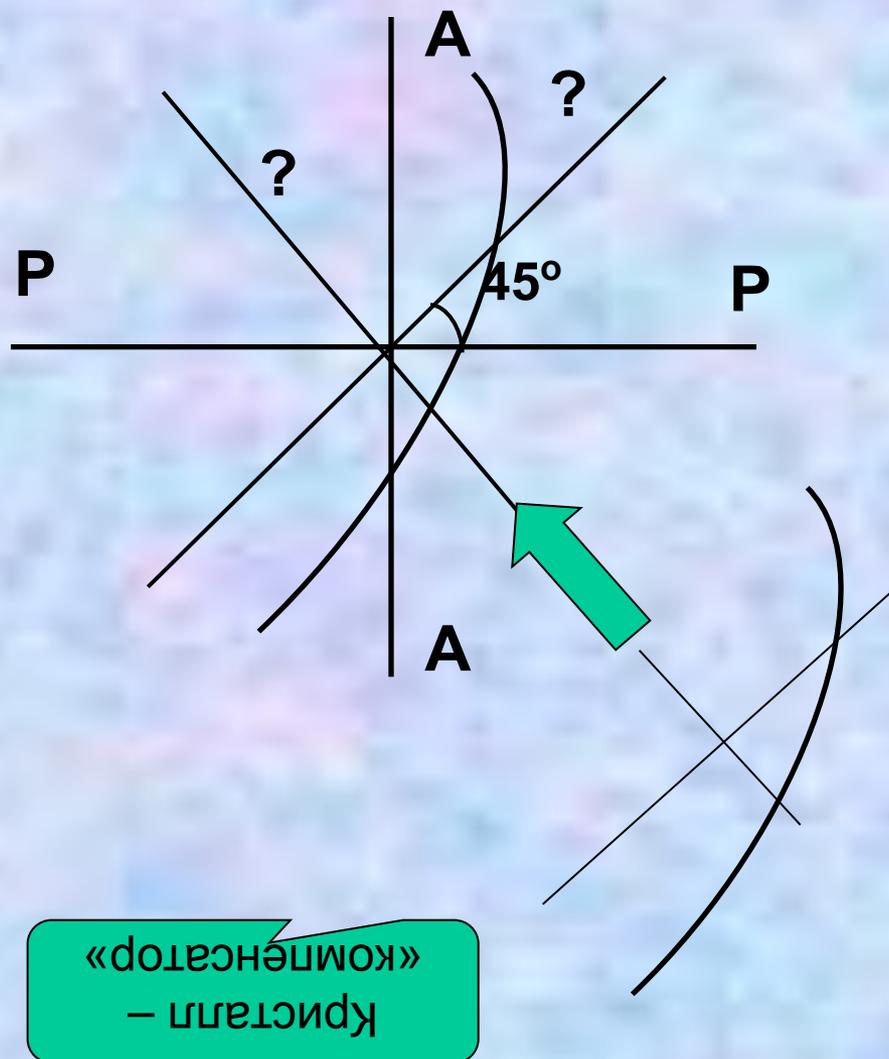
α – угол наклона
столика;

l – величина
смещения тени от
риски;

d – толщина
образца;

$$n^2 = \left(\frac{d \sin \alpha \cdot \cos \alpha}{d \sin \alpha - l} \right)^2 + \sin^2 \alpha$$

Определение наименования осей рабочего сечения ОИ

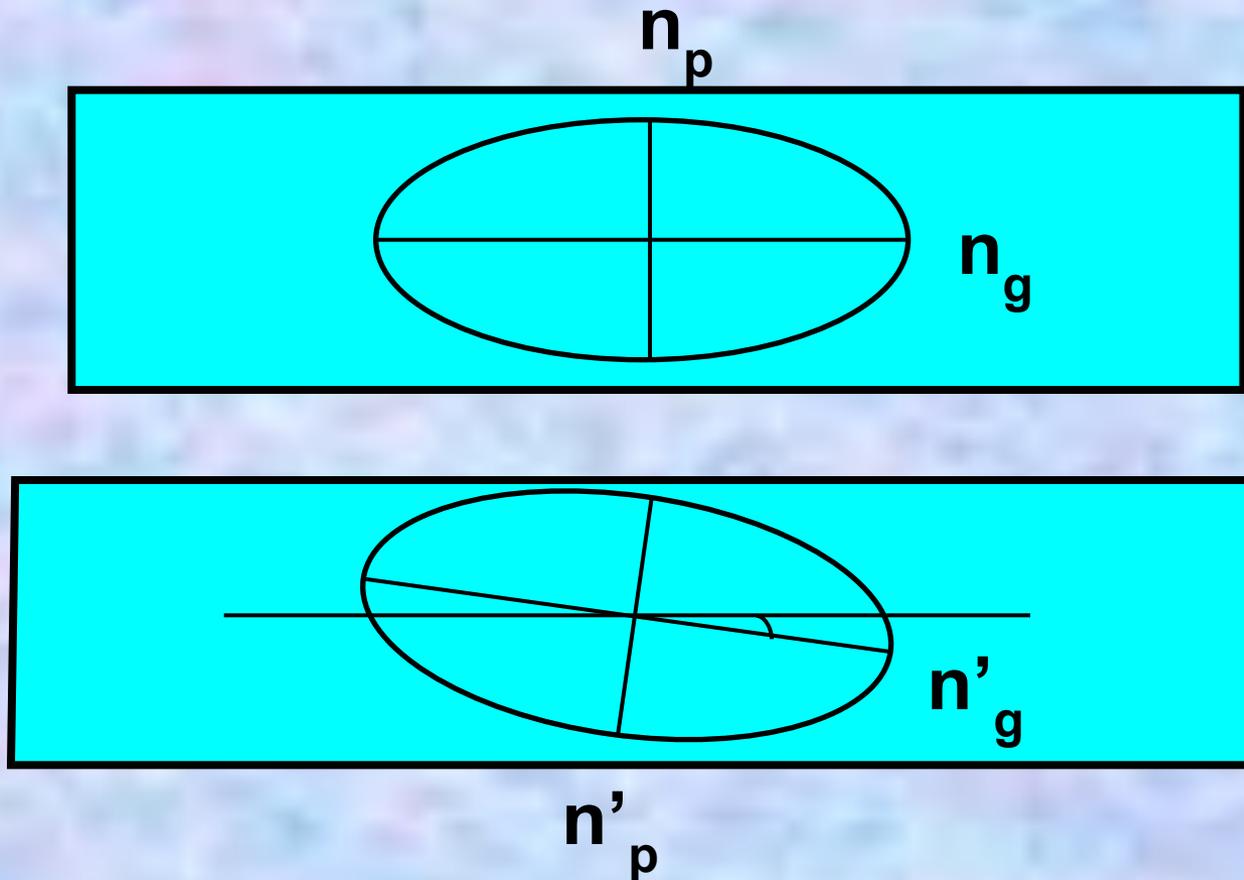


$$\Gamma_{\text{комп}} = 550-570 \text{ нм}$$

Увеличение разности
хода – окраска
компенсатора
повышается до синей

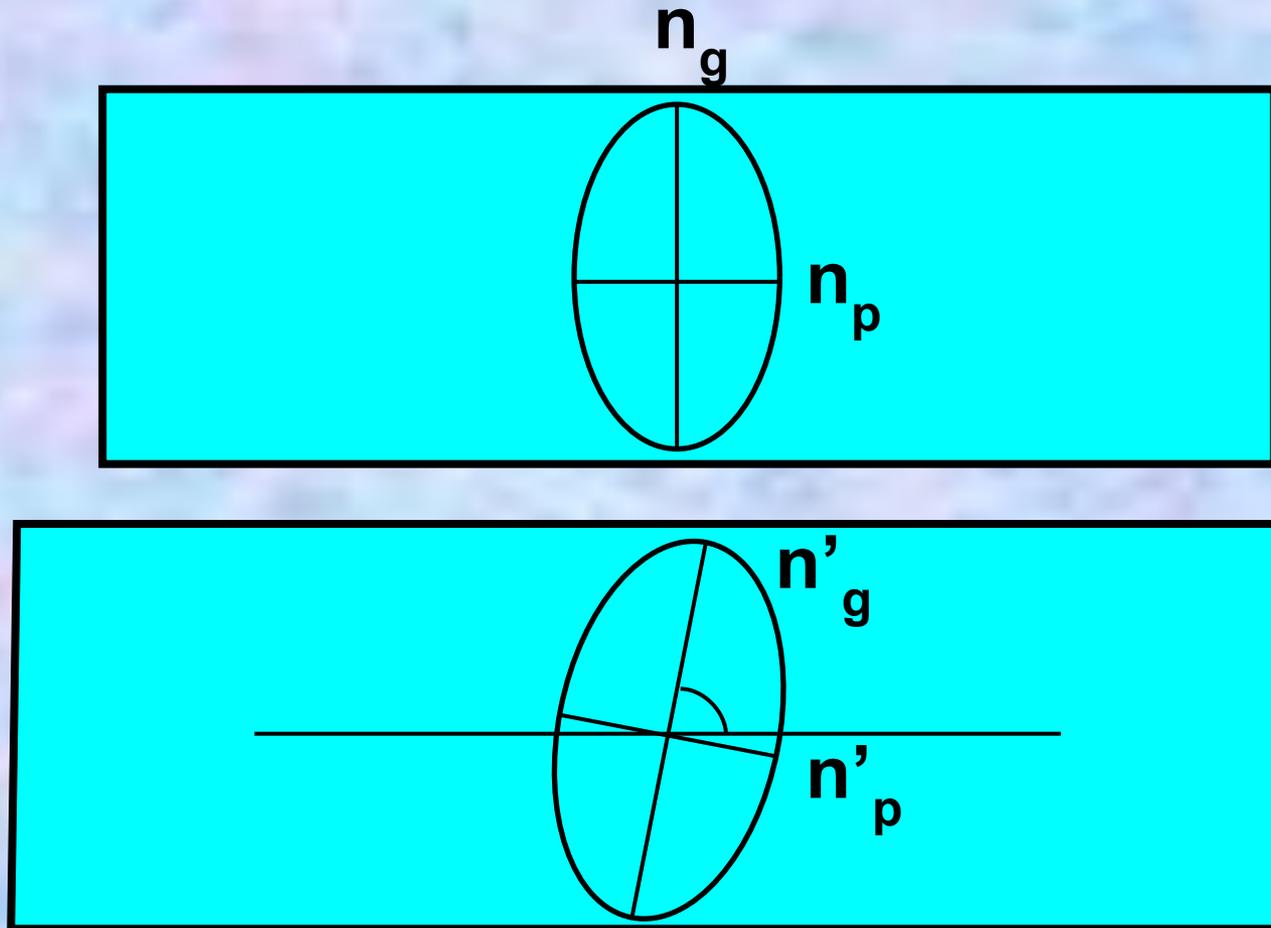
Уменьшение разности
хода – окраска
компенсатора
понижается до красной

Знак удлинения (знак главной зоны кристалла)



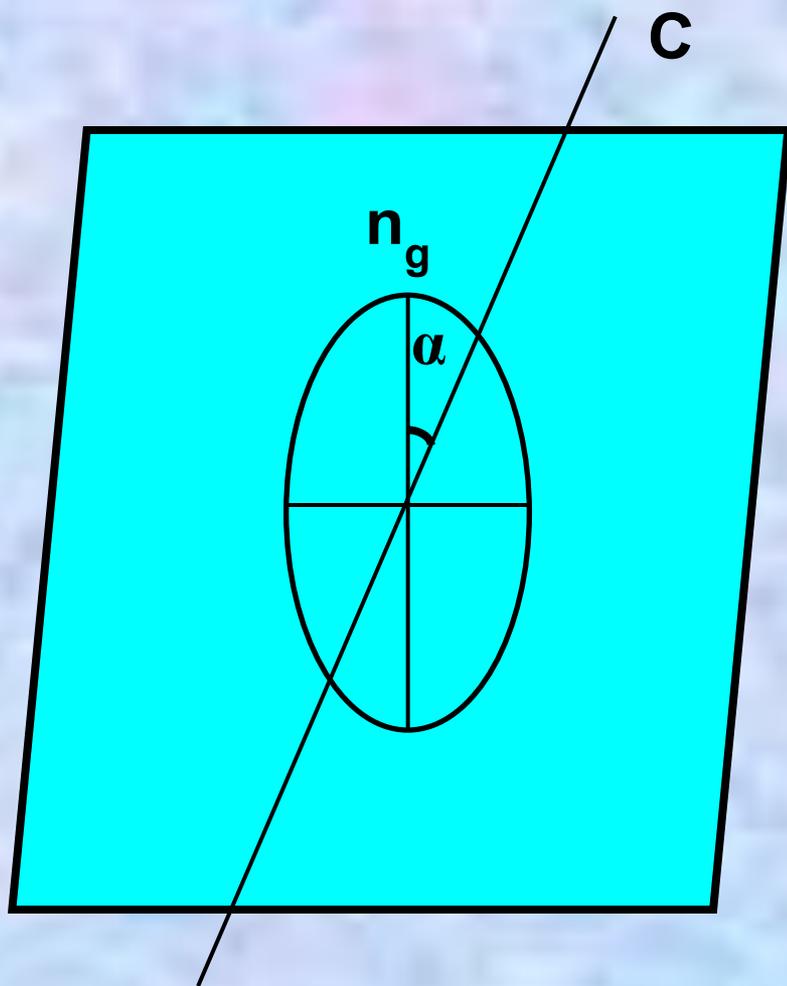
Положительное удлинение

Знак удлинения (знак главной зоны кристалла)



Отрицательное удлинение

Измерение углов погасания



α – угол погасания

$\alpha = 0$ – прямое погасание

$\alpha \neq 0$ – косое погасание

$$n_g : c = 30^\circ$$

Погасание кристаллов средних и низших сингоний

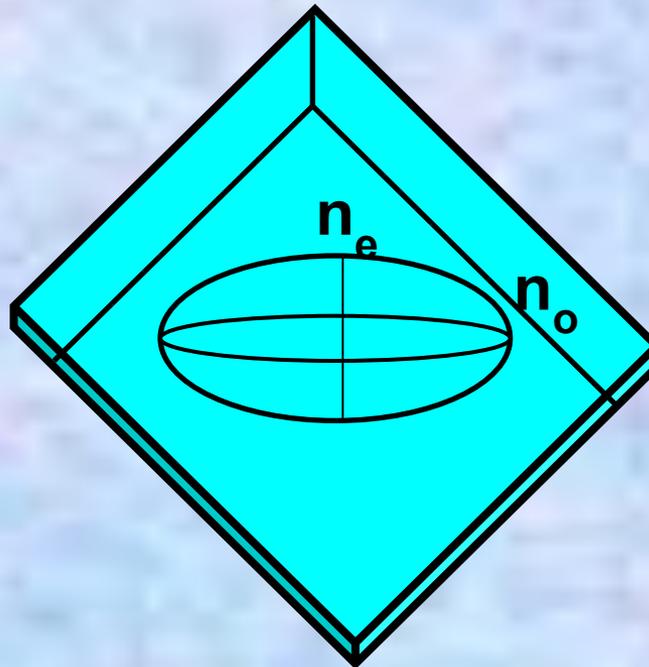
Прямое погасание

Кристаллы средних сингоний и ромбической сингонии

Косое погасание

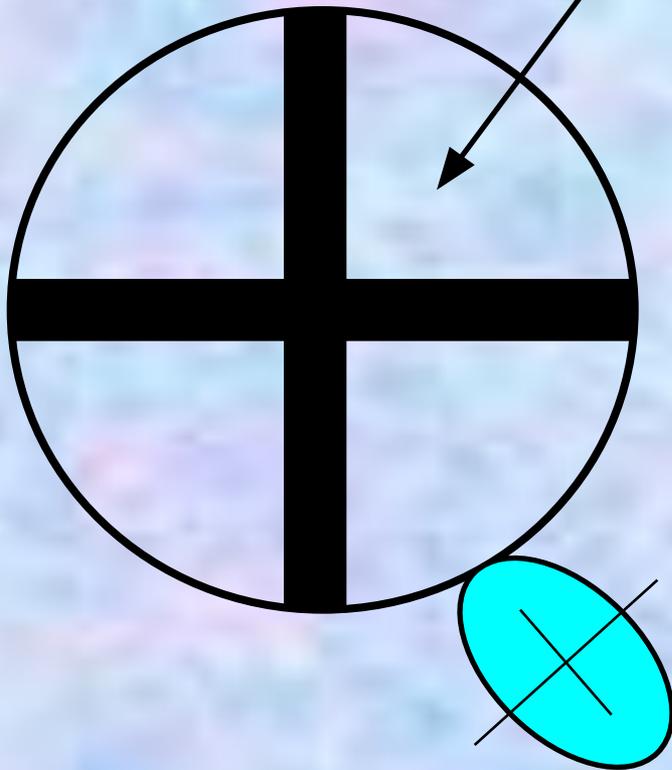
Кристаллы триклинной и моноклинной сингонии

Симметричное погасание

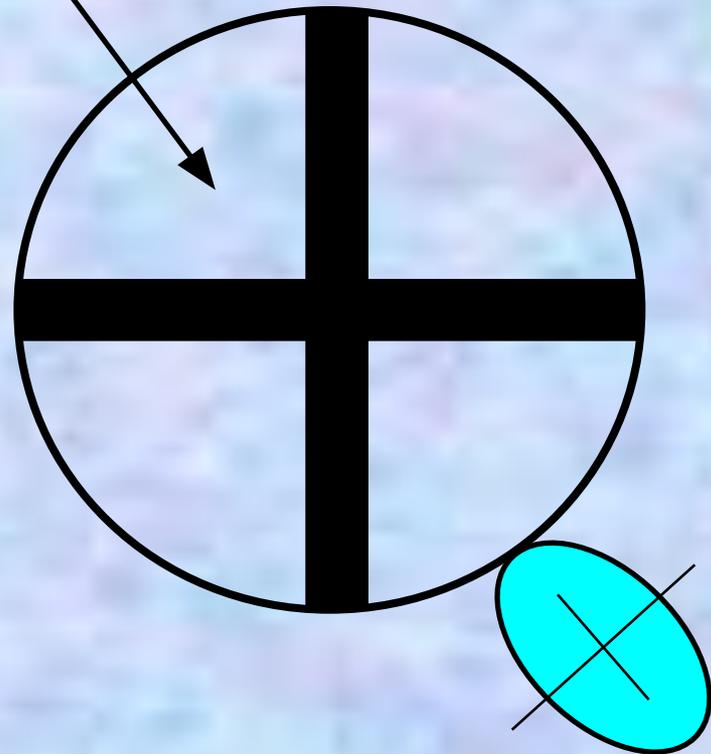


Определение оптического знака одноосного кристалла

повышение окраски

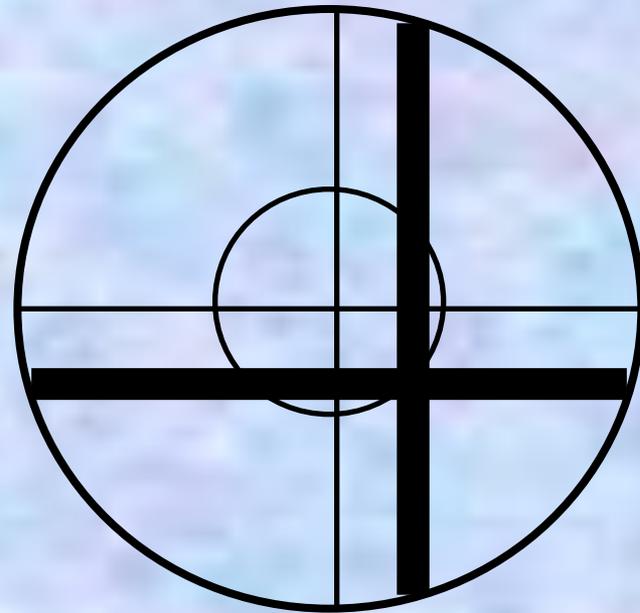
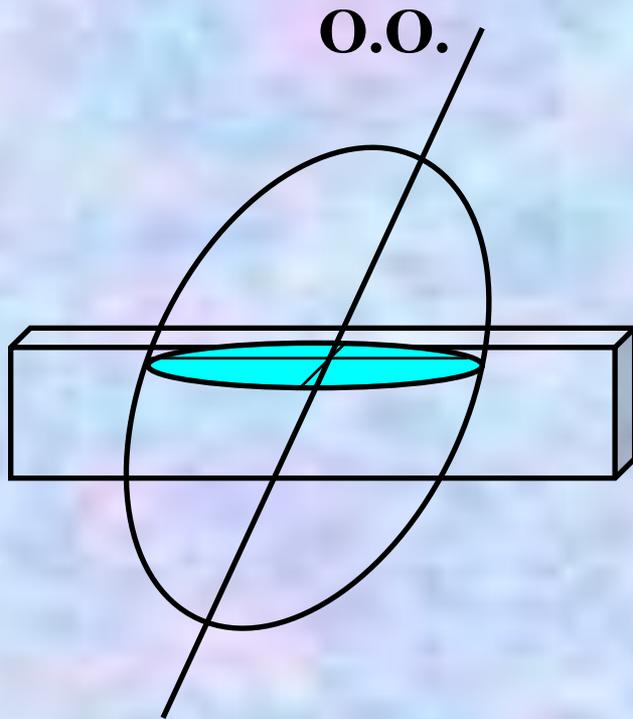


оптически положительный



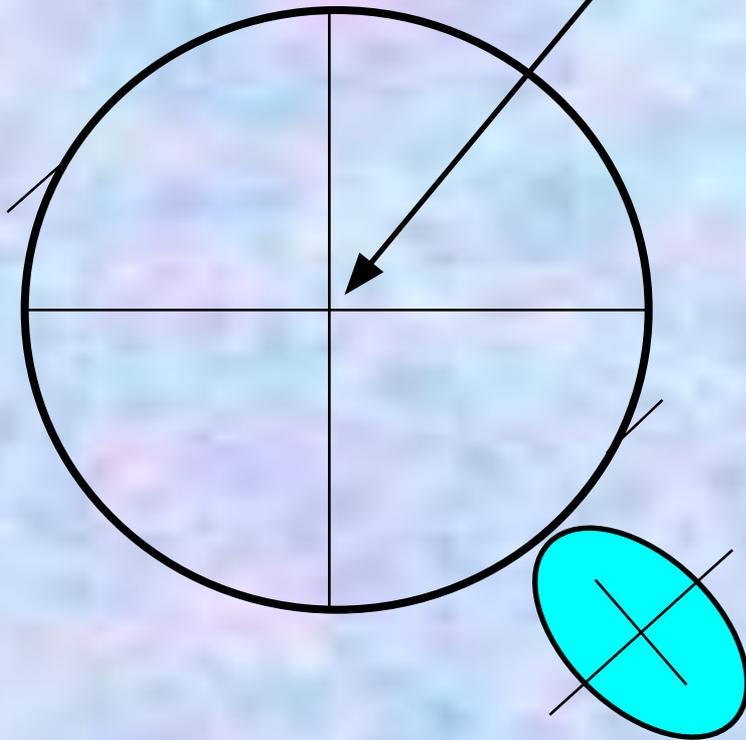
оптически отрицательный

Измерение угла отклонения среза от оптической оси

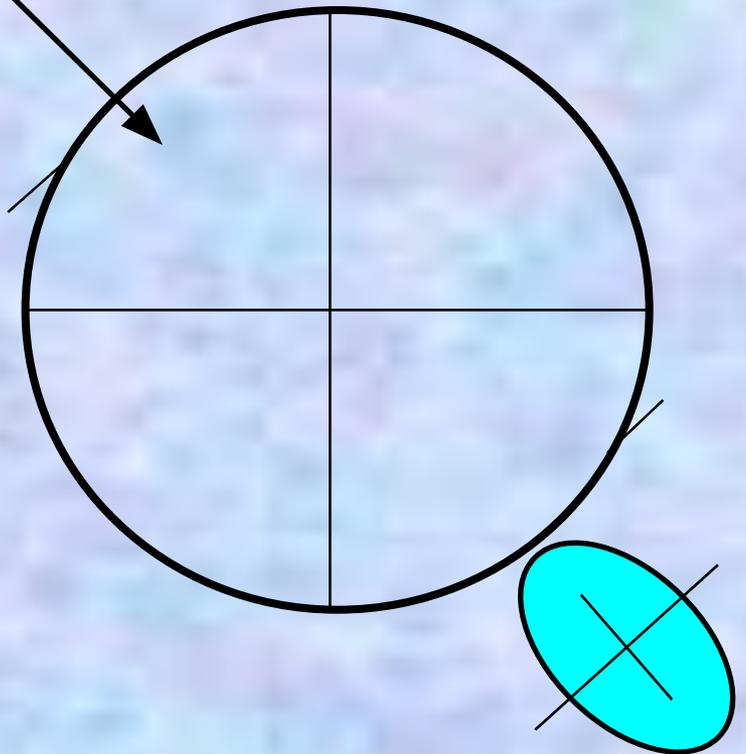


Определение оптического знака двуосного кристалла

повышение окраски



оптически положительный



оптически отрицательный

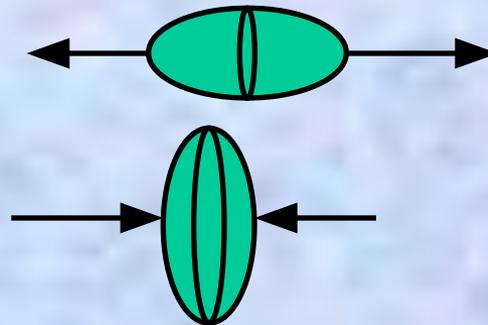
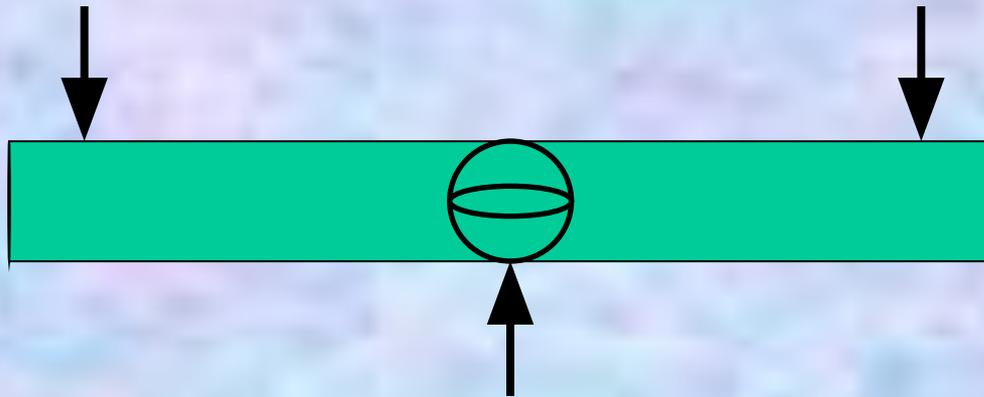
Измерение напряжений

О величине напряжений можно судить по величине двойного лучепреломления и степени деформации индикатрисы

Для измерения напряжений используют полярископ – прибор, позволяющий по интерференционной окраске определить разность хода волн, вызванную напряжениями

Такой метод называется поляризационно-оптическим

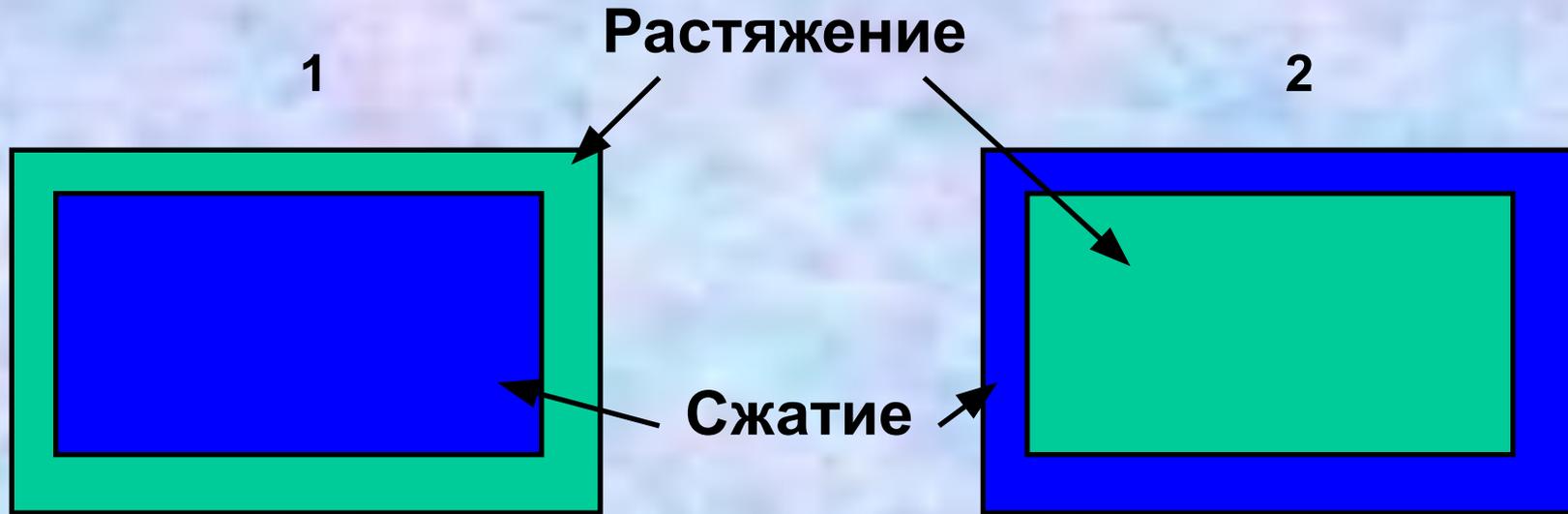
Деформация индикатрисы стекла



$C > 0$

$$C = (2,2 - 3,2) * 10^{-7} \text{ см}^2/\text{кг}$$

Возникновение напряжений



Типы напряжений:

- **Закалочные** – связаны с термическими условиями синтеза кристалла или стекла
- **Структурные** – связаны со структурными деформациями материала

Определение напряжений поляризационно-оптическим методом

$$R = d \cdot c \cdot (\sigma_1 - \sigma_2)$$

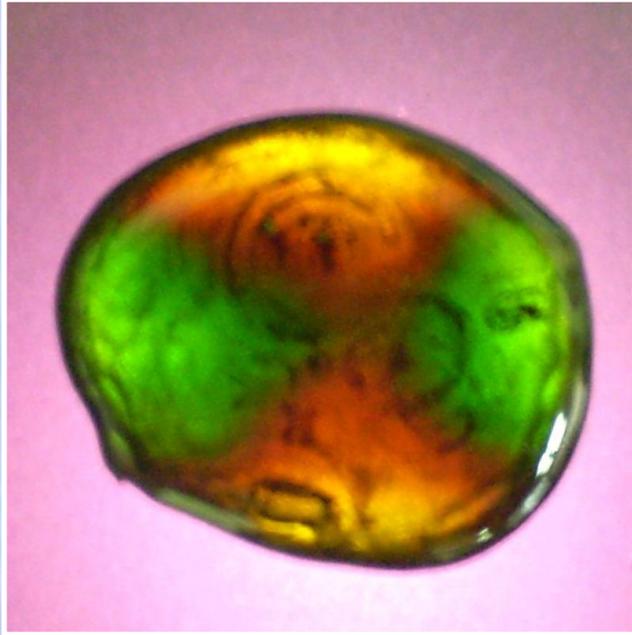
R – разность хода лучей

d – толщина образца

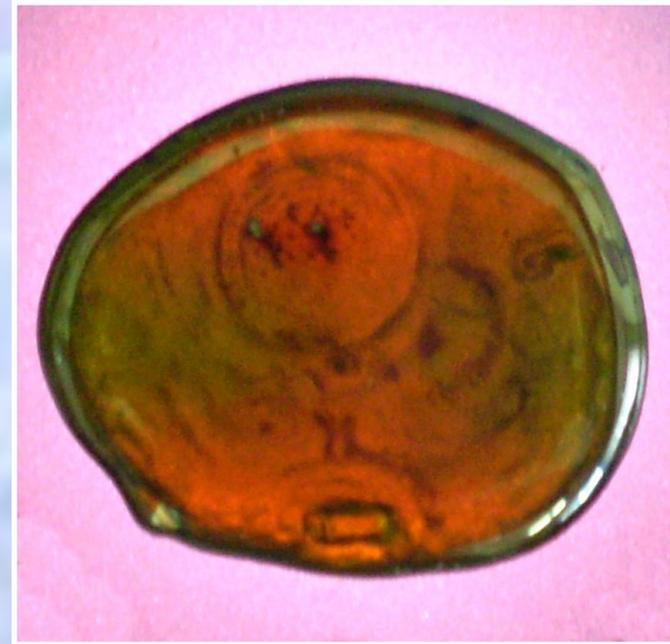
c – фотоупругая постоянная, $\text{см}^2/\text{кг}$

σ_1 и σ_2 – главные напряжения, $\text{кг}/\text{см}^2$

Напряжения в стекле



сразу после отливки



после отжига при T_g (2 ч)

Измерение микротвердости

Твёрдость материала характеризует его способность сопротивляться вдавливанию в него другого тела или царапанию

Микротвердость – твердость отдельных микроучастков материала, твердость составляющих его фаз, твердость различных граней кристалла и т.п.

Методы определения твердости (микротвердости)
основаны на вдавливании в материал **индентора**

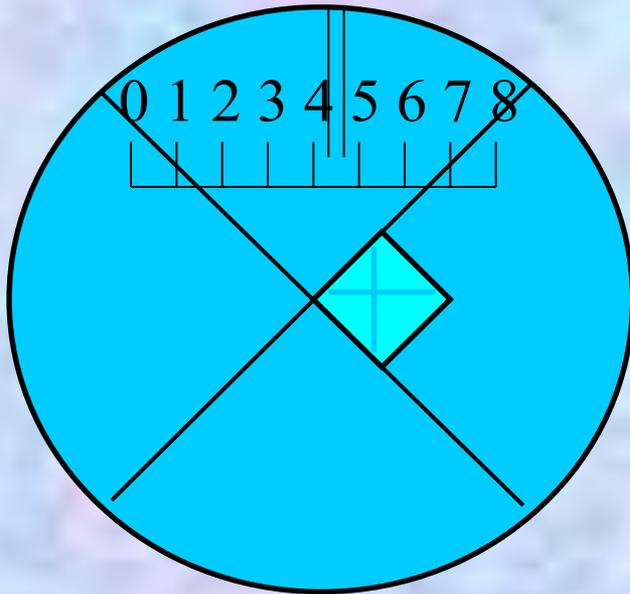
Метод Бринелля

Метод Шора

Метод Виккерса-Роквелла и т.д.

Измерение микротвердости

Метод Виккерса-Роквелла



$$H_v = \frac{1854 \cdot P}{L^2}$$

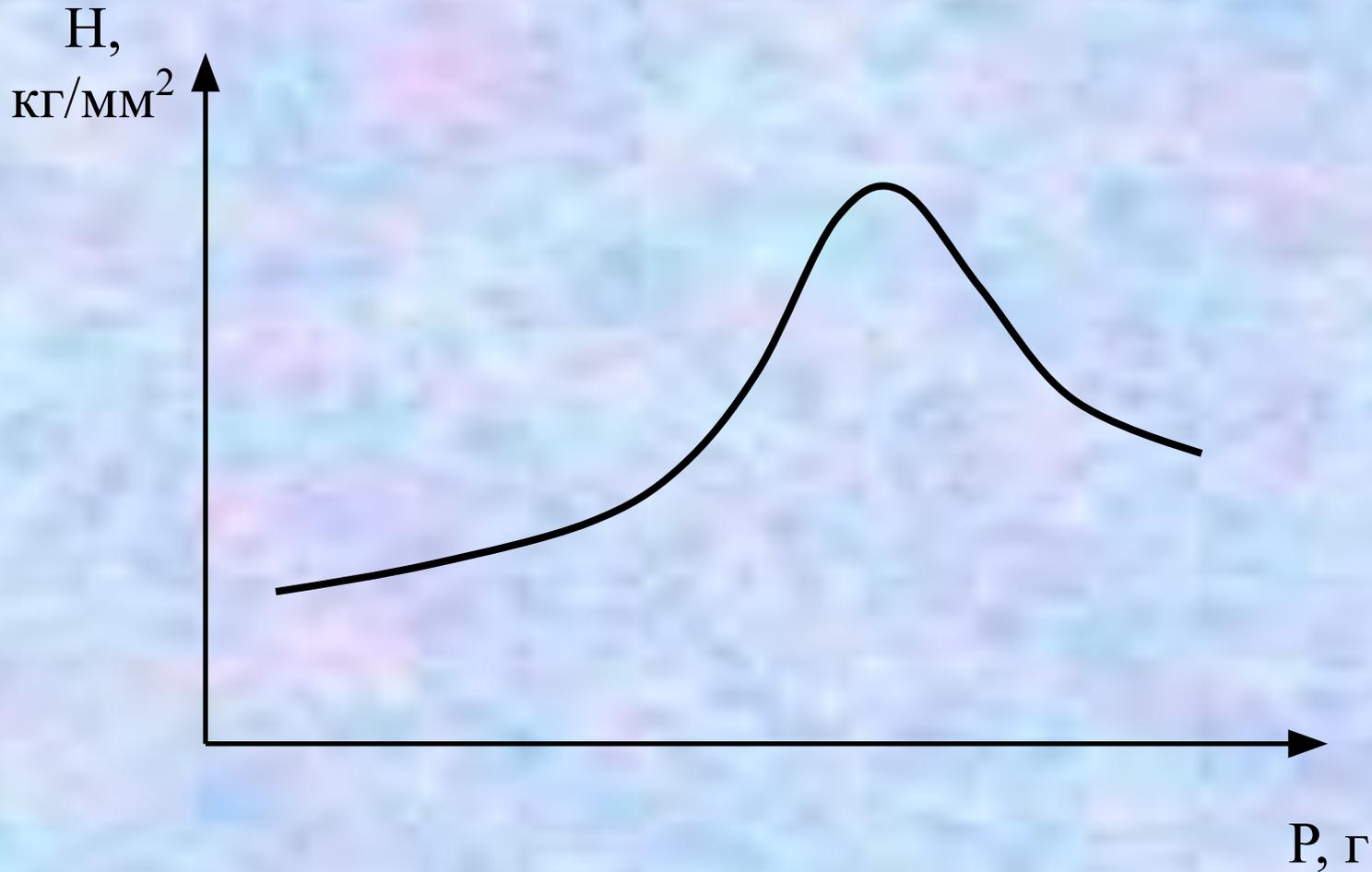
H_v – микротвердость, кг/мм²

P – нагрузка, г

L – длина диагонали пирамиды, мкм

$$1 \text{ МПа} = 9,8 \text{ кг/мм}^2$$

Зависимость микротвердости от нагрузки



Соотношение шкал твердости

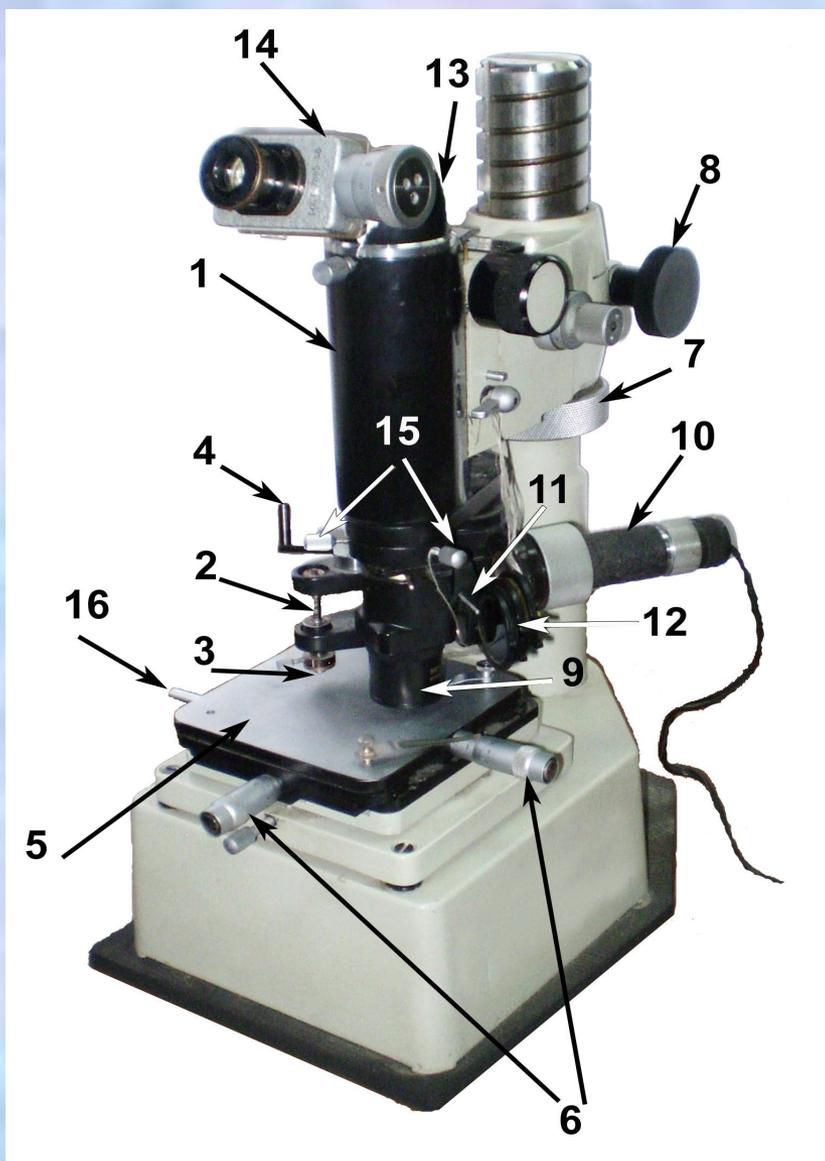
Твердость материала не является его фундаментальным физическим свойством и зависит, в том числе, от метода измерения

твердость по Моосу

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
тальк	гипс	кальцит	флюорит	апатит	ортоклаз	кварц	топаз	корунд	алмаз
3	60	120	200	520	800	1150	1450	2100	10000

микротвердость, кг/мм²

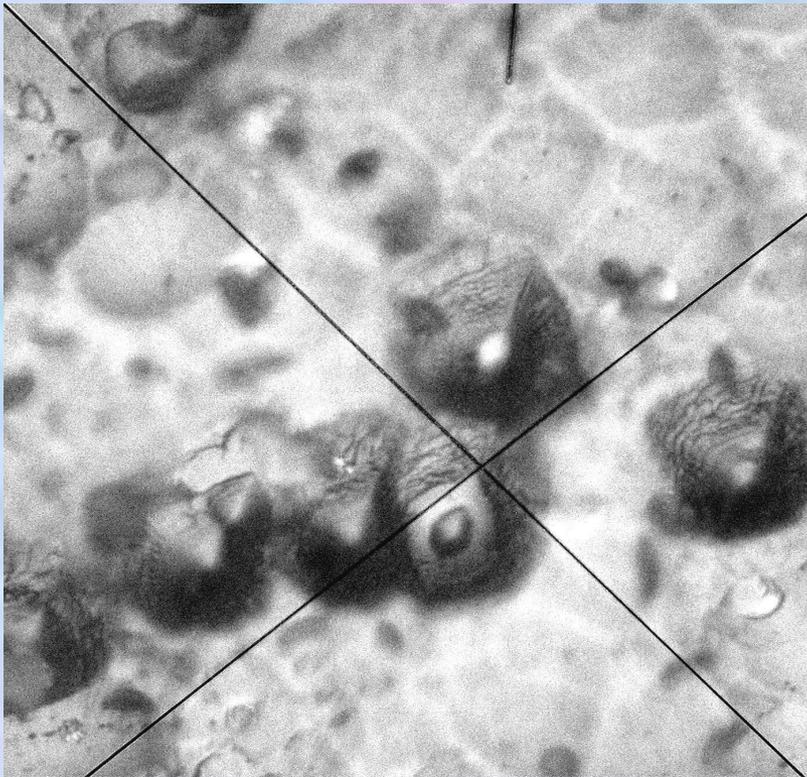
Микротвердомер ПМТ-3



- 1 – тубус, 2 – шток,
3 – алмазная пирамида
(индентор),
4 – рукоятка подъема штока,
5 – столик, 6 – микровинты,
7 – гайка, 8 – винт,
9 – эпиобъектив,
10 – осветитель, 11 – рукоятка
смены светлого/темного поля,
12 – светофильтры,
13 – наклонная насадка,
14 – винтовой окуляр-
микрометр,
15 – центрировочные винты,
16 – рукоятка поворота столика

Измерение плотности дислокаций

Метод химического травления



×1000

$$\nu = \frac{n}{N \cdot \varepsilon^2}$$

ν – плотность дислокаций, см^{-2}

n - количество «ямок травления»

N – количество клеток в окулярной сетке

ε^2 – площадь одной клетки

Кристаллооптический анализ поликристаллических образцов

1. Определение кристаллографической категории кристаллов
2. Определение фазового состава образца и размера частиц
3. Измерение показателя (показателей) преломления (иммерсионный метод)

Иммерсионным методом можно также исследовать порошки монокристаллов

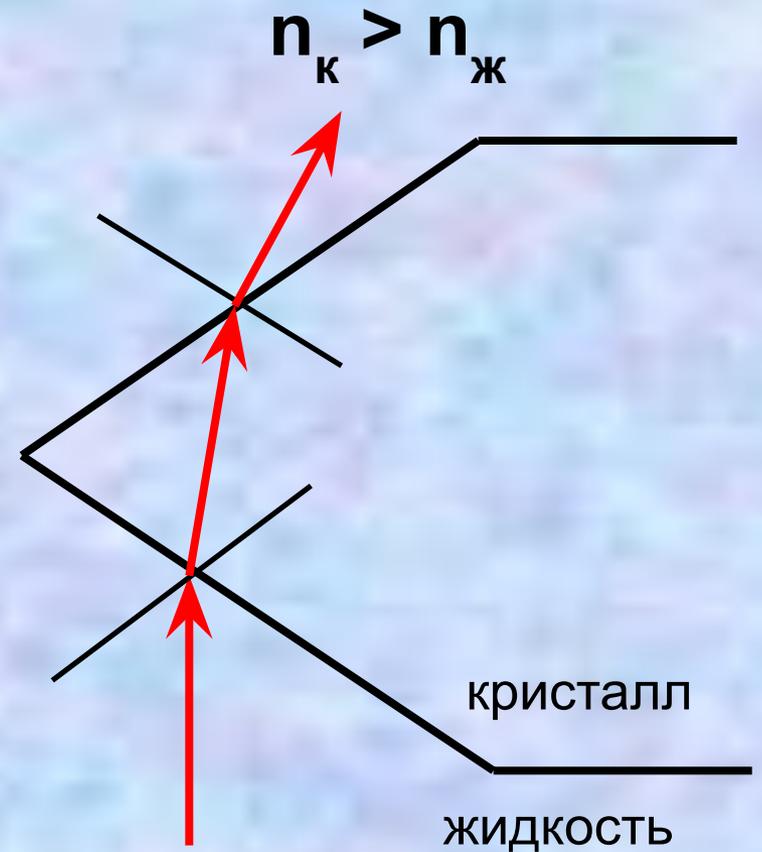
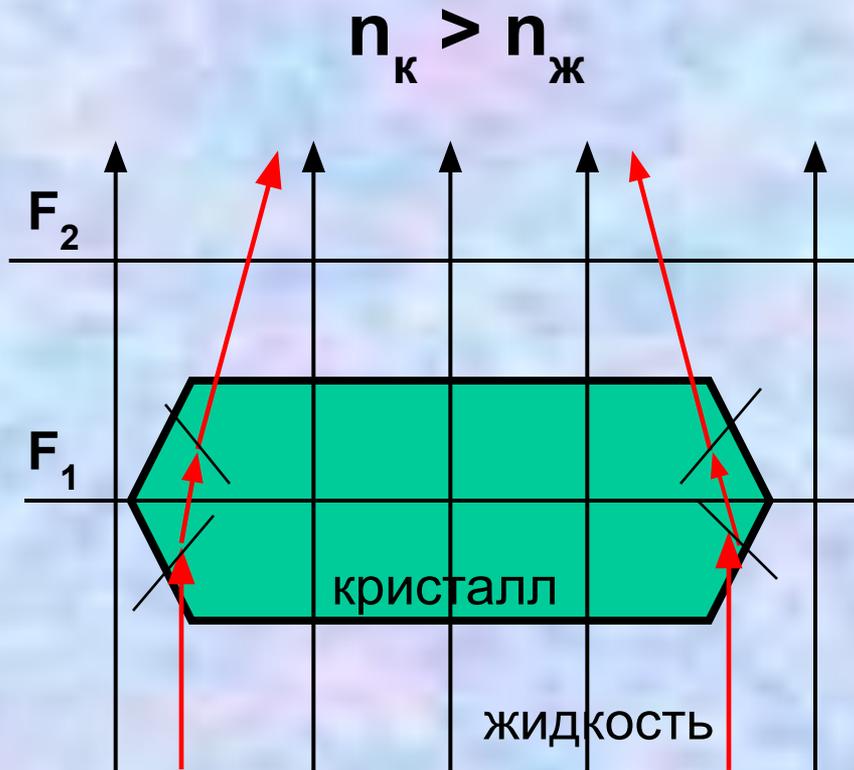
Иммерсионный метод

immersion (англ.) – погружение

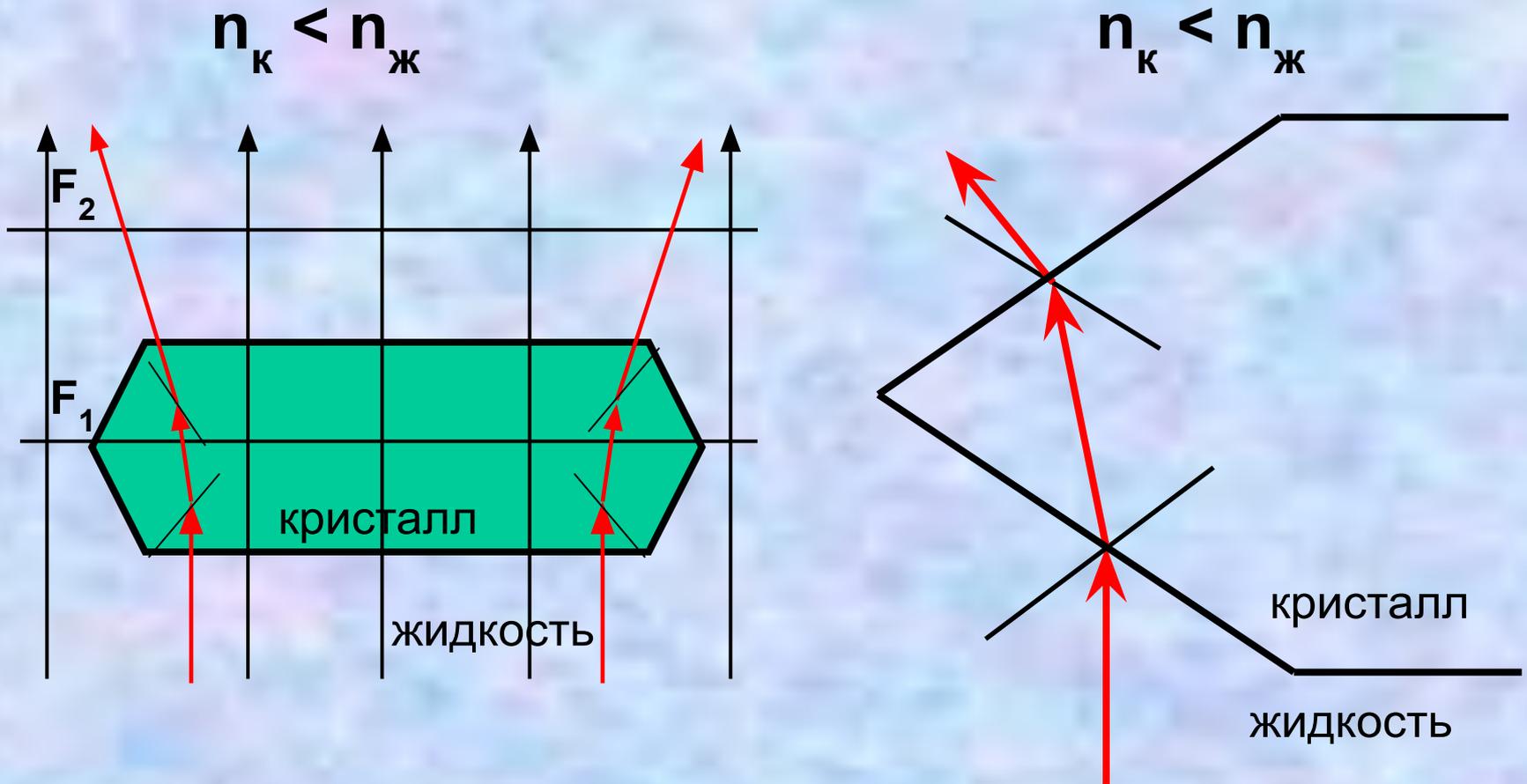


При опускании столика микроскопа полоска смещается в сторону среды с бОльшим показателем преломления

Смещение полоски Бекке



Смещение полоски Бекке



Иммерсионные жидкости

Стандартный набор жидкостей ИЖ-1:

98 жидкостей (растворы на основе легких фракций нефти, керосина, йодистого метилена CH_2I_2)

$n=1,408 - 1,780$

Высокопреломляющие жидкости:

Растворы S и As_2S_3 в AsBr_3 , S и SbI_3 в CH_2I_2

$n=1,78 - 2,11$

Твердые иммерсионные среды:

Сплавы S и Se, Se и As_2Se_3 , TlBr и TlI

$n=2,00 - 3,17$

Измерение показателя преломления

Если показатели преломления кристалла ($n_{кр}$) и жидкости ($n_{ж}$) близки или равны, то:

в монохроматическом свете полоска Бекке отсутствует, контуры кристалла пропадают, если кристалл бесцветный, то он становится невидимым

в белом свете полоска Бекке делится на 2 полосы (голубую и красную) и тогда при опускании столика микроскопа

- если полосы движутся в противоположные стороны с одинаковой подвижностью, то $n_{кр} = n_{ж}$
- если голубая полоска неподвижна, а красная движется на кристалл, то $n_{кр} > n_{ж}$
- если красная полоска неподвижна, а голубая движется на жидкость, то $n_{кр} < n_{ж}$

Измерение показателя преломления

Если показатели преломления $n_{\text{кр}}$ и $n_{\text{ж}}$ сильно различаются, то под микроскопом края кристалла кажутся черными, и полоска будет двигаться всегда в сторону жидкости, независимо от соотношения показателей преломления.

В этом случае при опускании столика микроскопа:

- если свет собирается с краев кристалла к центру, то

$$n_{\text{кр}} > n_{\text{ж}}$$

- если свет перемещается с кристалла на жидкость, то

$$n_{\text{кр}} < n_{\text{ж}}$$

Измерение показателя преломления анизотропных кристаллов

В одноосных кристаллах:

$n_o = \text{const}$ во всех разрезах кристалла (при любом рабочем сечении индикатрисы)

$n_e = \text{max}$ или min в разрезах, параллельных оптической оси.
В косых разрезах значение n_e' лежит между значениями n_e и n_o

В двуосных кристаллах:

Для измерения всех трех n_g , n_m , n_p проводят исследование минимум двух ориентированных разрезов кристалла: перпендикулярно оптической оси и перпендикулярно острой или тупой биссектрисе

Оборудование для кристаллооптических исследований

1. Поляризационный микроскоп МИН-8
2. Микротвердомер ПМТ-3
3. Полярископ ПКС-500
4. Двойной микроскоп МИС-11
5. Интерференционный микроскоп МИИ-4