

РЕНТГЕНОФАЗОВЫЙ АНАЛИЗ ОБРАЗЦОВ С ДИОКСИДОМ ЦИРКОНИЯ

Объект исследований: диоксид циркония, частично стабилизированный в высокотемпературной форме оксидами кальция. На анализ получено 5 образцов в виде порошка белого цвета.

Задача исследования: контроль технологических процессов при производстве циркониевой керамики.

Условия пробоподготовки: пробы истирали в виброистирателе до крупности ≈ 40 мкм, засыпали в кюветы, уплотняли и разравнивали стеклянной пластиной.

Условия измерений: рентгено-оптическая схема Брегга-Брентано, острофокусная трубка БСВ-33, напряжение на трубке 20 кВ, ток 3 мА, анод $\text{CrK}\alpha$ (2.2909\AA), щель коллиматора 0,5 мм, изогнутый позиционно-чувствительный детектор, диапазон одновременной регистрации 43° . Съемка θ - θ -сканов осуществлялась с экспозицией 300 сек в трех положениях рентгеновской трубки и детектора: 04–04, 03–03, 02–02. Измерения проводили с вращением образца. Калибровку детектора осуществляли по внешнему стандарту Al_2O_3 .

Результаты измерений:

Обзорные дифрактограммы всех образцов представлены в приложении 1.

Результаты качественного фазового анализа приведены на рисунке 1 и в таблице 2. Все образцы представляют собой смесь двух соединений моноклинного диоксида циркония ZrO_2 и кубического оксида $\text{Ca}_{0.2}\text{Zr}_{0.8}\text{O}_{1.8}$.

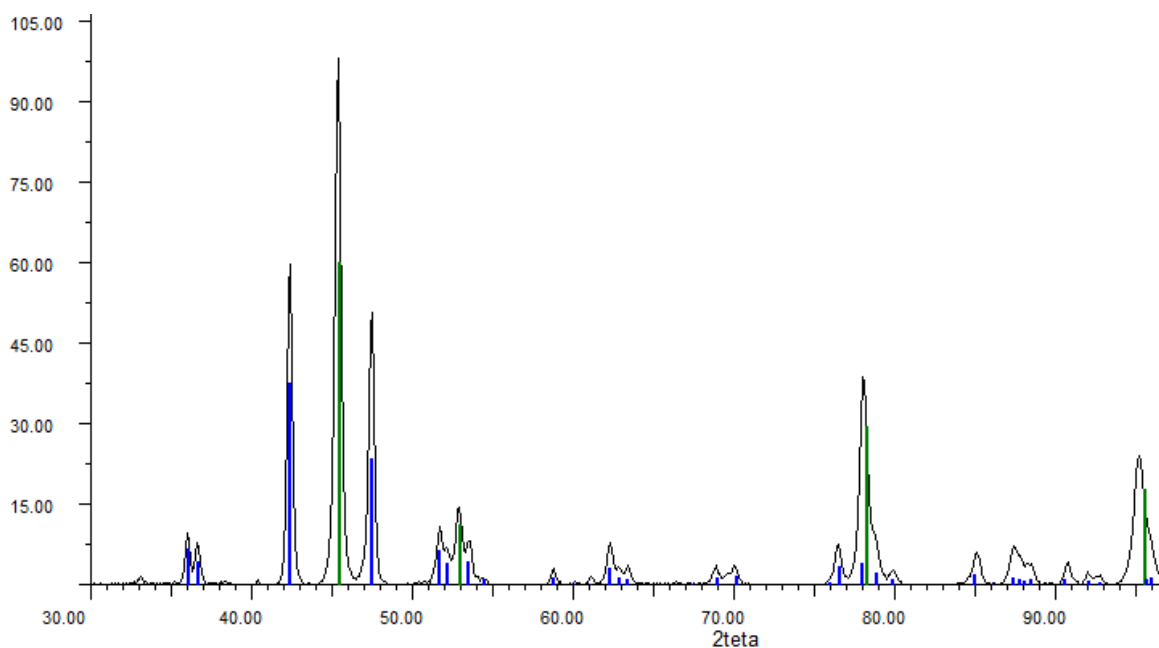


Рисунок 1. Дифрактограмма образца № 2 и штрих-диаграммы соединений из БДД: ZrO_2 (карточка PDF#78-047, зеленый цвет) и $\text{Ca}_{0.2}\text{Zr}_{0.8}\text{O}_{1.8}$ (PDF#75-359, синий цвет) в программе Diffract_Base2014



Таблица 2. Сопоставление экспериментальных данных для образца № 2 с данными БД

Образец			ZrO ₂ (PDF#78-047)			Ca _{0.2} Zr _{0.8} O _{1.8} (PDF#75-359)		
2θ, °	D, Å	I, %	2θ, °	D, Å	I, %	2θ, °	D, Å	I, %
36.14	3.693	11	36.12	3.695	18	-	-	-
42.44	3.165	63	42.47	3.163	100	-	-	-
45.46	2.965	100	-	-	-	45.53	2.960	100
47.59	2.839	53	47.56	2.841	63	-	-	-
51.83	2.621	11	51.77	2.624	17	-	-	-
52.93	2.570	15	52.25	2.601	11	53.08	2.563	19
53.58	2.541	9	53.56	2.542	12	-	-	-
58.86	2.331	4	58.87	2.331	4	-	-	-
62.40	2.211	9	62.31	2.214	8	-	-	-
63.49	2.177	4	62.97	2.193	3	-	-	-
69.00	2.022	4	69.06	2.021	4	-	-	-
70.10	1.995	4	70.22	1.992	4	-	-	-
76.57	1.849	8	76.02	1.860	1	-	-	-
78.15	1.817	40	78.10	1.818	11	78.38	1.813	49
79.94	1.783	3	79.99	1.782	3	-	-	-
85.14	1.693	6	85.01	1.695	5	-	-	-
87.50	1.656	8	87.40	1.658	4	-	-	-
88.37	1.643	5	87.82	1.652	3	-	-	-
90.89	1.608	5	90.66	1.611	3	-	-	-
92.14	1.591	3	92.17	1.590	2	-	-	-
95.32	1.550	25	95.78	1.544	3	95.63	1.546	30
98.29	1.514	4	98.66	1.510	2	-	-	-

Результаты полуколичественного фазового анализа методом соотношений стопроцентных дифракционных максимумов представлены в таблице 2. Там же приведены расчетные значения параметров элементарной ячейки для обнаруженных фаз.

Таблица 2. Полуколичественный состав образцов (по соотношению 100% линий) и параметры элементарных ячеек фаз

№	T, °C	Содержание, %		Ca _{0.2} Zr _{0.8} O _{1.8}	ZrO ₂			
		ZrO ₂	Ca _{0.2} Zr _{0.8} O _{1.8}	a, Å	a, Å	b, Å	c, Å	β, °
2	1100	37	63	5,143	5,144	5,208	5,313	99,264
3	1200	26	74	5,13	5,136	5,2	5,3	99,087
4	1300	24	76	5,133	5,143	5,211	5,315	99,112
5	1400	19	81	5,132	5,148	5,208	5,314	99,138
6	1500	9	91	5,131	5,132	5,209	5,29	98,768

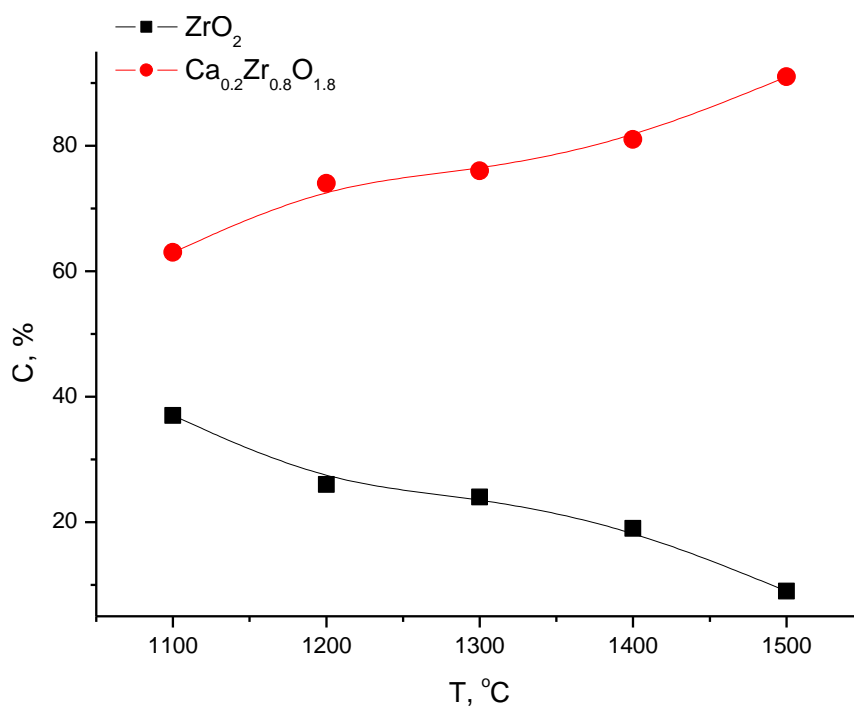


Рис.1. Изменение соотношения концентрации фаз с увеличением температуры нагрева.

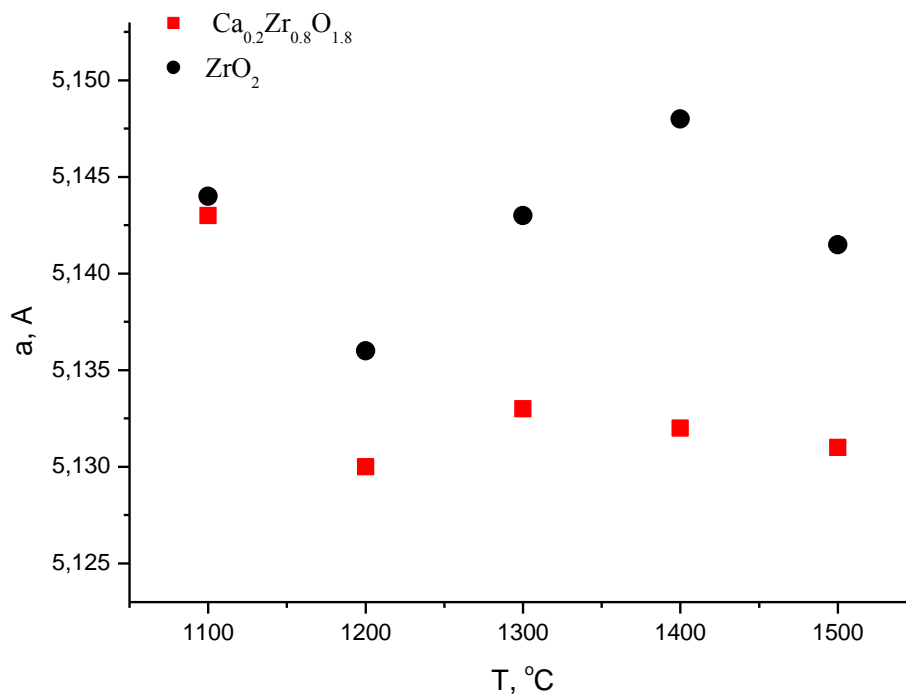


Рис.2. Изменение параметра a с увеличением температуры нагрева.

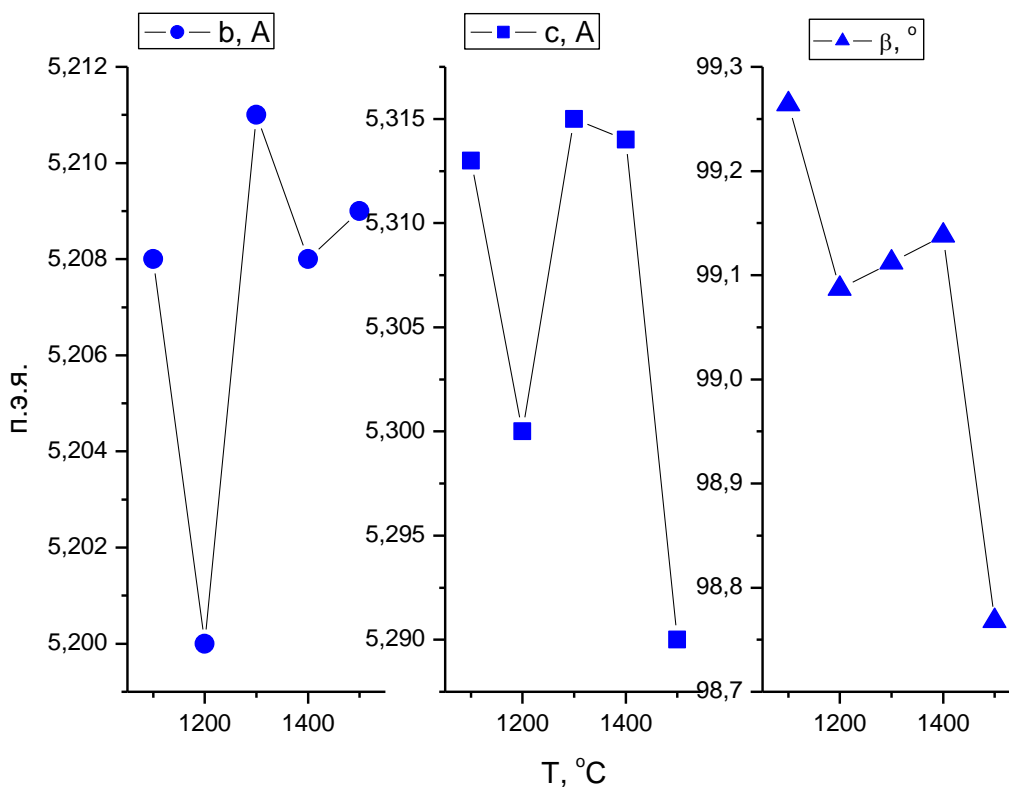


Рис.3. Изменение параметров элементарной ячейки ZrO_2 с увеличением температуры нагрева.

Комментарии: Как видно из рис.1, изменение соотношении концентраций кубического и моноклинного диоксида циркония достаточно плавное. Изменение параметров элементарной ячейки более чувствительно к изменению температуры синтеза, как видно из рис.2-3 – при температуре 1200 °С – происходит резкий скачок параметров элементарной ячейки.



ДИФРАКТОГРАММЫ ОБРАЗЦОВ, СОДЕРЖАЩИХ ДИОКСИД КРЕМНИЯ

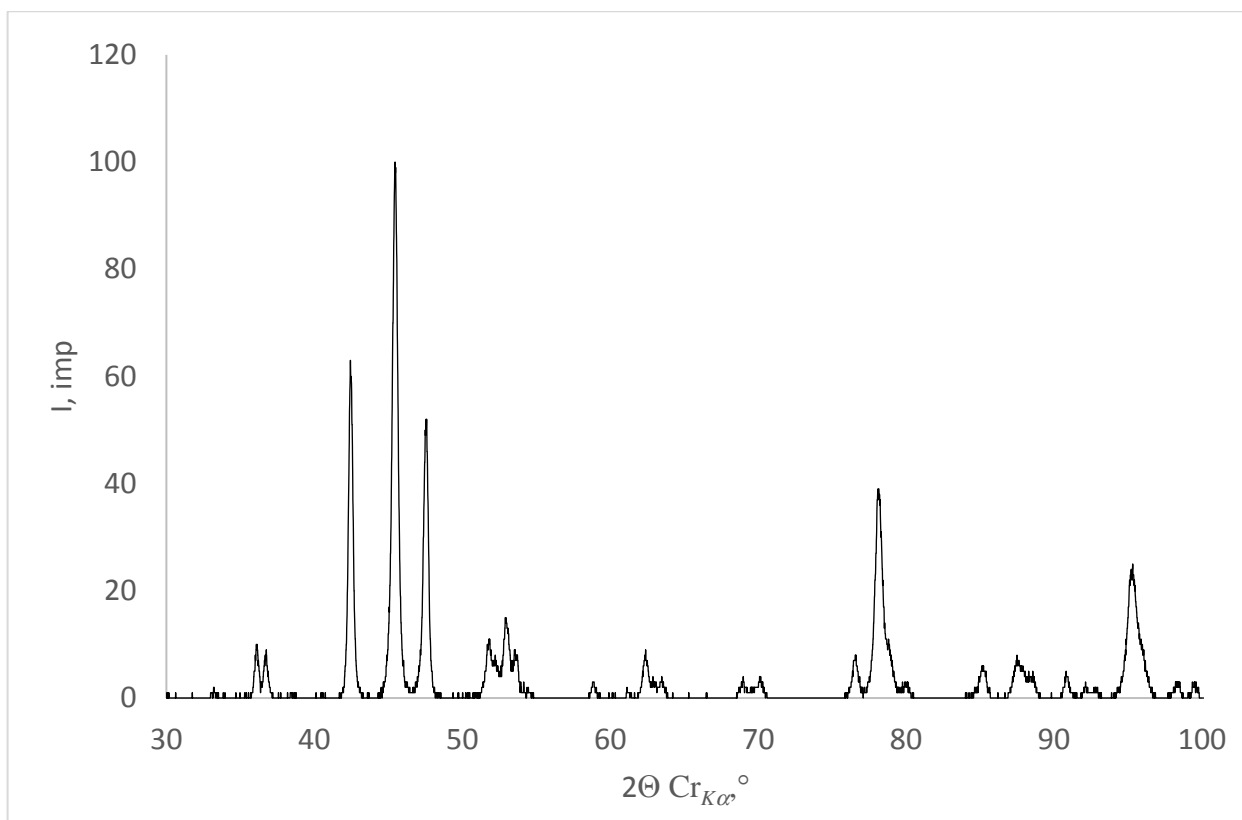


Рисунок Б1 – Дифрактограмма образца № 2

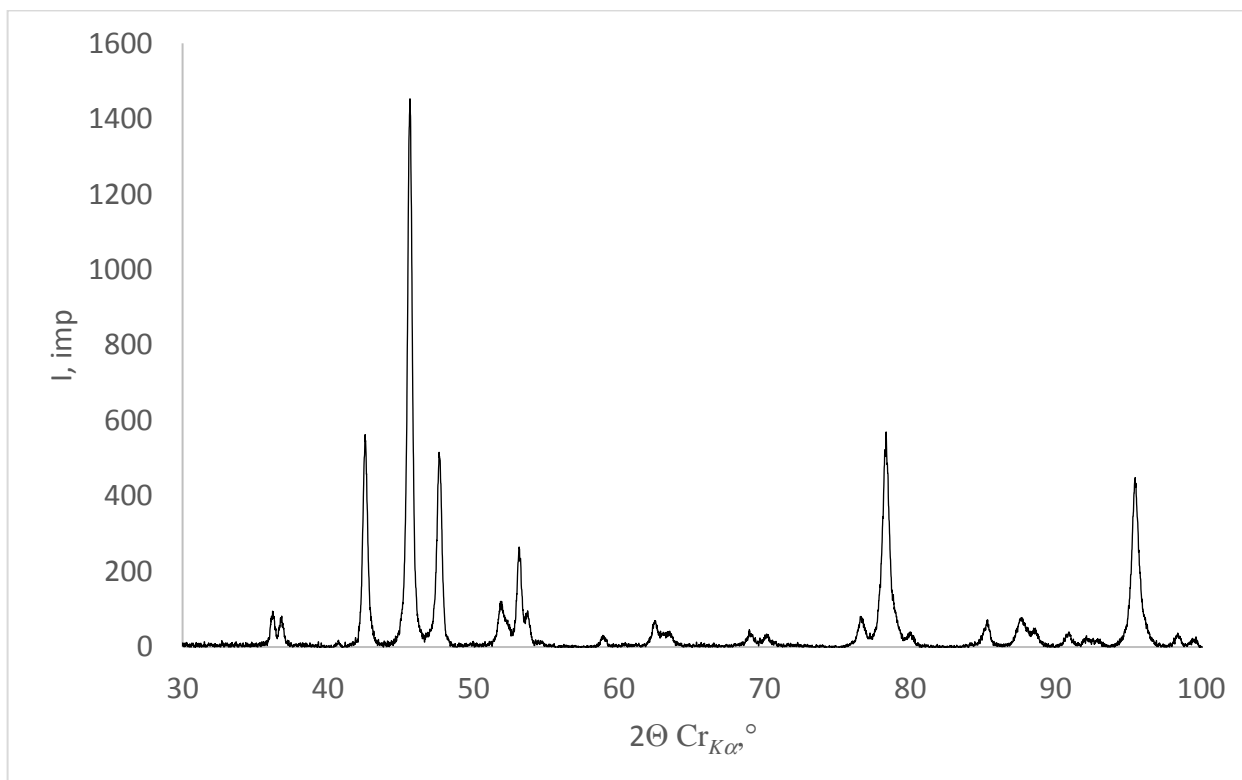


Рисунок Б2 – Дифрактограмма образца № 3

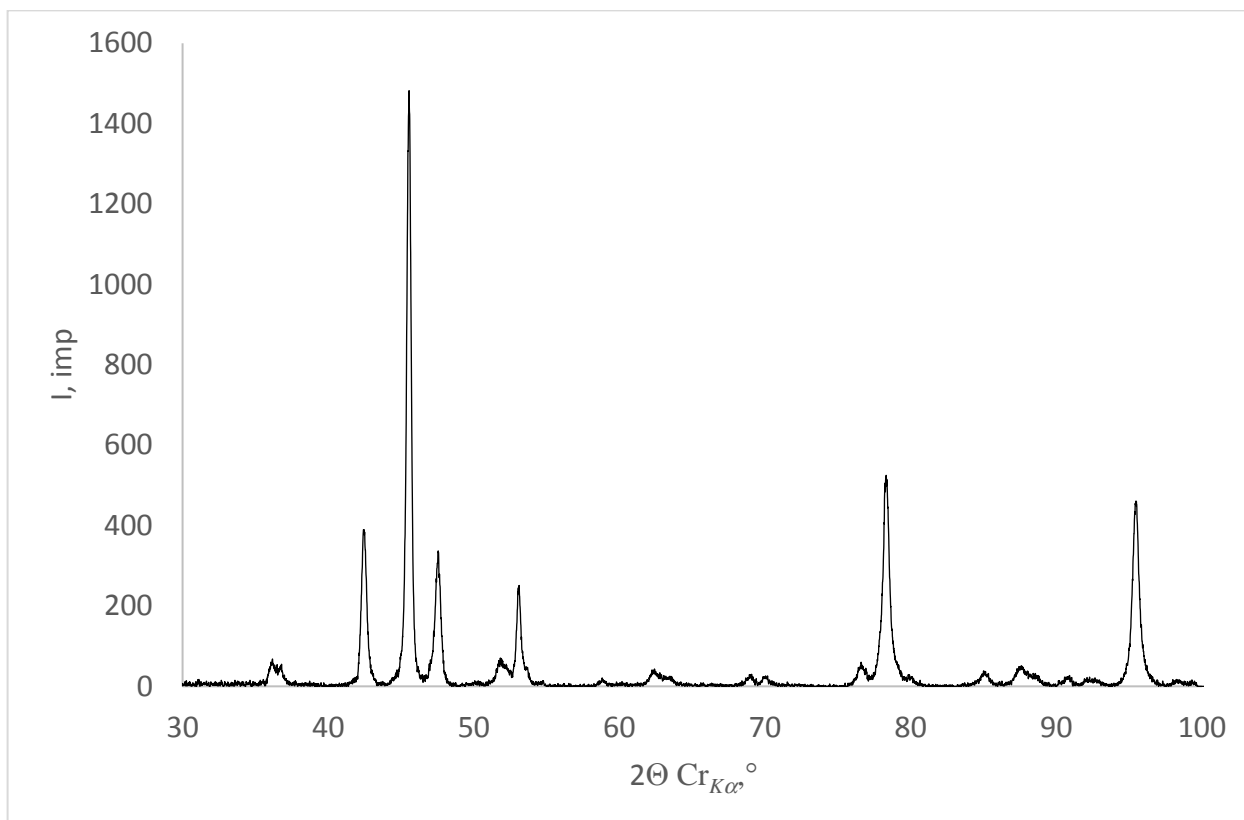


Рисунок Б3 – Дифрактограмма образца № 4

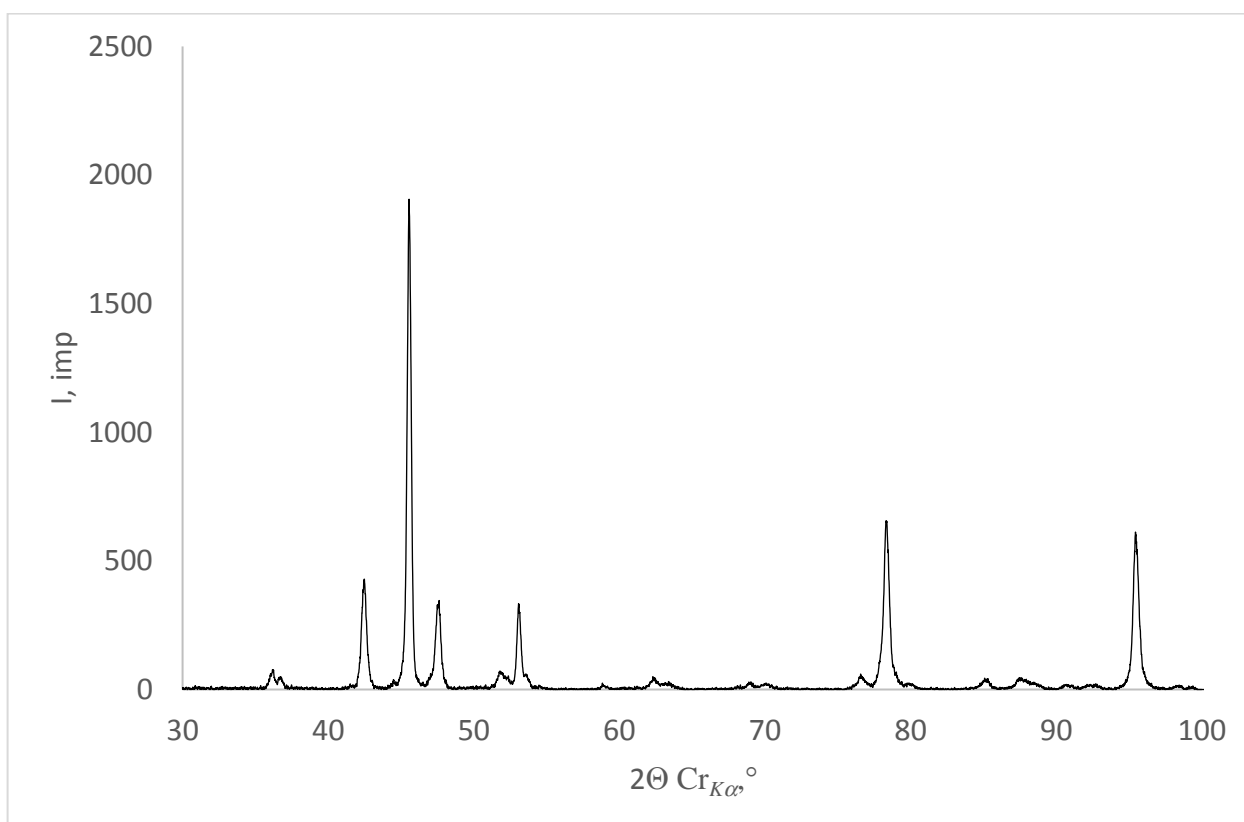


Рисунок Б4 – Дифрактограмма образца № 5

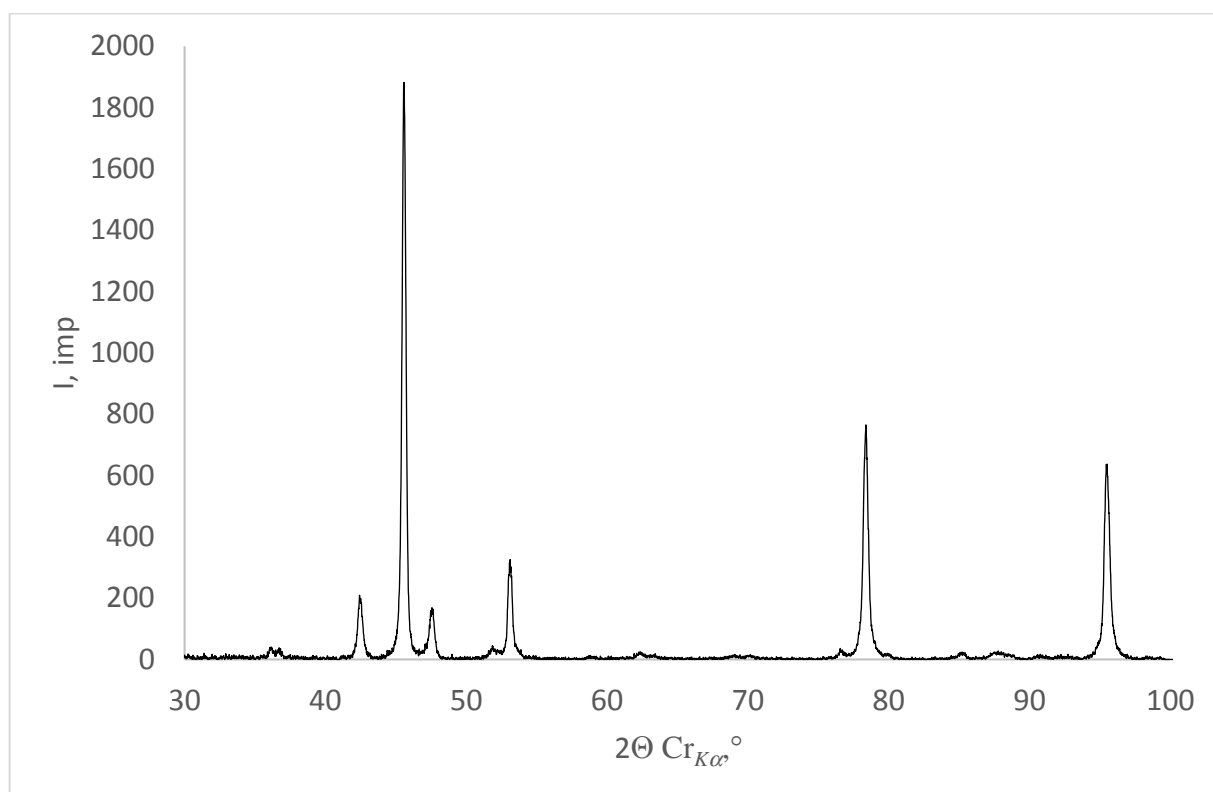


Рисунок Б5 – Дифрактограмма образца № 6