ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ АВТОНОМНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ПРОФЕССИОНАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ

# «БЕЛГОРОДСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ» ( Н И У « БелГУ»)

### ИНСТИТУТ ИНЖЕНЕРНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ И ЕСТЕСТВЕННЫХ НАУК КАФЕДРА МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЯ И НАНОТЕХНОЛОГИЙ

Исследование возможности применения пироэлектрической керамики в источниках рентгеновского излучения

Дипломный проект студента

очной формы обучения направления подготовки «Материаловедения и технологии материалов»

4курса группы 07001212

Иващук Олега Орестовича

Научный руководитель проф. Кубанкин А.С.

Рецензент

БЕЛГОРОД2016

### Оглавление

Введение	3
1.Обзор литературы	5
1.1Пироэлектрическая керамика.	5
1.2. Физика пироэлектрических явлений	6
1.2.1. Уравнения электростатического поля в диэлектриках, связанные и свободные заряды, вектор поляризации.	6
1.2.2. Дипольный момент, поляризация диэлектриков.	8
1.3. Пироэлектрики, спонтанная поляризация, пироэлектрический эффект.	.11
1.4. Тормозное и характеристическое рентгеновское излучение	12
1.5. Производство пироэлектриками рентгеновских лучей и нейтронного излучения.	16
1.6. Постановка задачи исследования	
2. Материал и методики исследования	18
2.1. Материал исследования	18
2.2. Методика измерения спектра рентгеновского излучения с поверхности пироэлектрических керамик.	
2.3 Методика измерения тока и температуры с поверхности	
пироэлектрических керамик	21
3. Результаты исследования и их обсуждение.	22
3.1.Результаты измерения спектра рентгеновского излучения с поверхност пироэлектрических керамик ЦТС-19 и ЦТБС-3М	
3.2.Результаты измерения тока и температуры с поверхности пироэлектрических керамик ЦТС-19 и ЦТБС-3М	24
3.3. Результаты зависимости интенсивности рентгеновского излучения от давления остаточного газа пироэлектрической керамики ЦТБС-3М	26
Заключение	
Список литературы	
1 71	

#### Введение

Пироэлектрический эффект является термоэлектрическим явлением, заключающимся в том, что изменение температуры диэлектрических кристаллов способствует изменению величины электрической поляризации. Пироэлектрические явления известны уже давно. Наблюдение электризации при нагреве некоторых кристаллов, например (турмалина) описаны еще в древнегреческих источниках. В современном мире часто применяются такие пироэлектрические кристаллы как ниобат лития(LiNbO<sub>3</sub>),танталат лития (LiTaO<sub>3</sub>), танталат бария(BaTaO<sub>3</sub>) и другие.

Как известно, выращивание кристаллов является очень длительным и дорогостоящим процессом, поэтому для изготовления во многих случаях используют керамические образцы, изготовление которых гораздо проще технологически и материально.

Одним из представителей керамических материалов, обладающими пироэлектрическими свойствами является пироэлектрическая керамика наоснове твердых растворов титаната-цирконата свинца Pb(Ti1-xZrx)O3 (ЦТС).Известно, что данный вид керамики обладает также пьезоэлектрическими свойствами, в случае, когда материал деформируется, создается электрический заряд, так же, наоборот, воздействие электрического поля деформирует керамический образец. Именно в этой области керамика наиболее давления, имеет широкое применение: датчики датчики ультразвука, бытовая промышленность (пьезозажигалка).

В данной работе будет предложено применение другое пироэлектрической керамике (ЦТС), а именно создание миниатюрного источника рентгеновского излучения на основе пироэлектрической керамики.

Данный прибор обладает простотой конструирования, для создания такого источника рентгеновского излучения требуется невысокие материальные затраты, то есть прибор обладает минимальной дороговизной.

При использование данного прибора можно избежать опасного воздействия рентгеновского излучения. Он не требует при своей работе ни высокого напряжения, ни радиоактивных материалов, которые являются основными опасностями, которым подвергается человек при работе с источниками рентгеновского излучения.

Суть работы данного источника заключается именно в пироэлектрическом эффекте. Задняя поверхность керамического образца нагревается и охлаждается элементом Пельтье, напротив установлена заземленная мишень, генерируется рентгеновское излучение, которые фиксирует детектор.

Возможность применения керамических материалов в конструирование данного источника рентгеновского излучения снижает дороговизну конструкции, возможность определенные дает сделать выводы максимальной интенсивности рентгеновского излучения, которое можно получить, используя керамические образцы, также мы можем судить о энергии рентгеновского излучения, которое величине получается В небольшом диапазоне температур нагрева и охлаждения образца.

Источники рентгеновского излучения на основе пироэлектрической керамики могут найти свое применение во многих областях: медицинских, промышленных, бытовых. Также данные источники рентгеновского излучения можно применять в научных целях при исследование структуры и свойств разных кристаллических тел.

#### 1.Обзор литературы

#### 1.1Пироэлектрическая керамика.

Пироэлектрическую керамику можно представить как совокупность произвольно ориентированных сегнетоэлектрических кристалличекских зерен размерами 1-50 мкм. После поляризации ориентация вектора  $P_s$  в зернах приобретает строгое направление, совпадающие с направлением приложенного постоянного электрического поля (рис.1), исходя из этого

можно утверждать, что пироэлектрическая керамика по пироэлектрическим свойствам и эффективность близка к пироэлектрическим монокристаллам: танталата лития(LiTaO<sub>3</sub>), ниобата лития (LiNbO<sub>3</sub>).

Следует учитывать, что пироэлектрическую керамику можно получить только из сегнетоэлектрических соединений. Именно данных вид пироэлектриков дает возможность получить суммарную не равную нулю поляризацию при поляризации пироэлектрика.

применение Широкое обусловлено керамических материалов минимальной облегченным технологическим стоимостью, процессом изготовления, в ходе которого можно получить образцы большей площади и меньшей толщины. Изменяя химический состав керамических материалов в процессе технологического изготовления можно менять и контролировать диапазон следующие параметры: точка Кюри, рабочий температур, диэлектрическая проницаемость, пьезоэлектрические и пироэлектрические коэффициенты. Широкое применение получила пироэлектрическая керамика на основе твердых растворов титаната-циркония свинца( $Pb(Ti1-xZrx)O_3$ ).

Чистый цирконат свинца является антисегнетоэлектриком (PbZrO3). Для формирования сегнетоэлектрических свойств частично замещают (Zr) цирконий на (Ti) титан (рис.2). Твердые растворы  $Pb(Zr0,9Ti0,1)O_3$  имеют более низкую диэлектрическую проницаемость, поэтому они нашли свое применение именно в пироэлектрическом эффекте.

#### 1.2. Физика пироэлектрических явлений.

## 1.2.1. Уравнения электростатического поля в диэлектриках, связанные и свободные заряды, вектор поляризации.

#### Диэлектрики и проводники.

Диэлектриками называют такие вещества, которые практически не проводят электрический ток. Это явление связанно с тем, что в диэлектриках отсутствуют свободные заряды, которые в свою очередь проводят ток в проводниках. Разделение материалов на проводники и диэлектрики является условным, так как наиболее известные вещества все же проводят ток, и в нашей природе не существует идеальных изоляторов, которые бы не проводили ток. Но все же существуют некоторые приближения, которые позволяют разделять все материалы на проводники и диэлектрики. Удельная проводимость диэлектриков варьируется в следующем диапазоне  $(10^{-9} \div 10^{-10})$  $Om^{-1}$ ·см  $^{-1}$ ), а удельное сопротивление проводников ( $10^5 Om^{-1}$ ·см $^{-1}$ ). Таким образом, можно сделать вывод, что проводимость в нормальных условиях диэлектриков на несколько порядков ниже, чем проводников. Носителями зарядов в диэлектриках преимущественно являются ионы, соответственно проводимость называется ионной, иногда редко такая электронная проводимость, в которой носителями заряда являются именно электроны. С точки зрения зонной теории твердых тел С точки зрения квантовомеханических представлений о зон-ной теории твердых тел, к диэлектрикам относят вещества, в ко-торых первая незаполненная зона(зона проводимости) отделена

от лежащей под ней целиком заполненной зоны(валентной зоны) широкой запрещенной зоной  $E_g > \sim 3 \ {\rm B}$  (рис.3); вещества с  $E_g < 3 \ {\rm B}$  относят к полупроводникам.

#### Связанные и свободные заряды.

Если поместить диэлектрики в электростатическое поле, то при рассмотрение этого поля выделяют два различных вида зарядов – свободные заряды и связанные заряды.

Заряды являются связанными, если они входят в состав атомов и молекул диэлектрик, также если они являются зарядами ионов в кристаллических диэлектриках с ионной решеткой. Исходя из своего названия связанные заряды способны перемещаться только на микроскопические расстояния. Диэлектрик состоит именно из связанных зарядов, которые в свою очередь не нарушать электро-нейтральность. Все остальные заряды, которые не существуют в данной системе, называют свободными.

#### Вектор поляризации.

Суммарный заряд электрически нейтрального диэлектрика равен нулю. Поэтому интеграл  $\int V \langle \rho_b \rangle dV$  равен нулю для тела любой формы. Отсюда следует, что плотность связанных зарядов  $\langle \rho_b \rangle$  может быть представлена в виде дивергенции некоторого вектора, равного вне диэлектрика нулю.

Этот вектор обозначается обычно как Р:

$$\langle \rho_b \rangle = -\text{divP}.$$

Действительно, интегрируя по объему, ограниченного поверхностью S, охватывающей тело и проходящей везде вне его, и используя теорему Остроградского-Гаусса, получим:

$$\int V \langle \rho_b \rangle dV = -\int V div P dV = -\int S P dS = 0.$$

Вектор Р называется вектором диэлектрической поляризации илипросто поляризацией тела, этот вектор отличен от нуля в поляризованных

диэлектриках. Диэлектрическая поляризация является основным понятие в физике пироэлектрических явлений.

Уравнения электростатического поля в диэлектрике.

При наличии диэлектриков на поле, создаваемое свободными зарядами, накладывается поле связанных объемных и поверхностных зарядов. С их учетом уравнения Максвелла-Лоренца электростатического поля после усреднения принимают вид:

divE= 
$$(\langle \rho_f \rangle + \langle \rho_b \rangle)/\epsilon_0$$
=  $(\rho$ - divP)/ $\epsilon_0$ ; rotE = 0.  
divE=  $4\pi(\rho$ - divP); rotE = 0.

В таком виде уравнения мало пригодны для нахождения E, так как определяют E не только через плотность свободных зарядов  $\langle \rho_f \rangle = \rho$ , но и через поляризацию диэлектрика, зависящую, в свою очередь, от E.

#### 1.2.2. Дипольный момент, поляризация диэлектриков.

Электрический дипольный момент системы точечных зарядов  $e_i$  с радиус-векторами  $r_i$  или непрерывно распределенных в пространстве зарядов с плотностью  $\rho(r)$  определяется, соответственно, как:

$$M = \Sigma_i e_i r_i$$
 или  $M = \int V_r \rho(r) dV$ .

Величина М электрически нейтральной системы не зависит от выбора начала координат. Дипольный момент системы удобно представлять в виде суммы дипольных моментов диполей— пар равных по величине и противоположных по знаку точечных зарядов. Дипольный момент диполя есть вектор, равный помодулю произведению модуля заряда на расстояние между зарядами. Дипольный момент диполя направлен от отрицательного заряда к положительному.

Многие молекулы, в которых центры тяжести положительных и отрицательных зарядов не совпадают, являются примерами систем с отличным от нуля электрическим дипольным моментом. Такие молекулы

называют полярными молекулами. Величина их постоянного дипольного момента лежит обычно в пределах $(0,5\div5)$  Д (1 Д  $(\text{один Дебай}) = 10^{-18}$  ед.  $\text{СГС} \to 10^{-10}/3$  Кл·м).

Дипольный момент всех связанных зарядов диэлектрика равен Mb=∫VPdV.

Данное равенствообъясняет физический смысл вектора поляризации Р. Вектор поляризации Р является дипольныммоментом единицы объема диэлектрика.

#### Поляризация диэлектриков.

При воздействие внешнего постоянного электрического поля на диэлектрик средние положения равновесия зарядов, которые входят в состав диэлектрика, смещаются друг относительно друга. Соответственно положительные заряды перестраиваются в направление, совпадающим с И наоборот, отрицательные направлением поля, смещаются В противоположном направление поля. Результатом таких смещений на поверхности диэлектрического материала является присутствие в его объеме некомпенсированных зарядов (рис.4)

Данное явление, продемонстрированное на рисунке, получило название электростатическая индукция, или же, поляризация диэлектриков. Соответственно такое измененное состояние диэлектрика, при котором заряды являются смещенными друг относительно друга называется поляризованным.

В большинстве случаев напряженность внешнего поля, действующего на диэлектрик намного меньше напряженности внутренних электрических полей в молекулах. В связи с этим заряды, принимающие участие в поляризации диэлектрика, не могут покинуть пределы атомов и молекул, к которым они относятся, и при поляризации могут смещаются лишь на микроскопические расстояния. Некомпенсированные заряды, возникшие в результате поляризации диэлектриков, называют поляризационными или

индуцированными, их можно отнести к классу связанных зарядов. Поляризованный диэлектрик обладаетненулевым дипольным моментом, величина которого, отнесенная к единице объема, в соответствии с формулой  $M_b = \int V P dV$ , равна вектору поляризации P. Некомпенсированные заряды создают деполяризующее поле  $E_d$ , направленное противоположно исходному полю E, уменьшая его внутри диэлектрика.

Поляризация диэлектрика разделяется на две составляющие: индуцированную поляризацию  $P_{ind}$ , возникшая при воздействие внешнегоэлектрического поля, спонтанную поляризацию  $P_s$ , величина которой отлична от нуля и в отсутствии внешнего электрическогополя, механических напряжений И других воздействий на диэлектрик. наблюдается Индуцированная поляризация во всех диэлектриках. Спонтанная поляризацию наблюдается далеко не во всех диэлектриках, она присуща именно пироэлектрикам.

Поляризация является важной характеристикой электрического состояния диэлектрика при его макроскопическом описании, когда он рассматривается как сплошнаясреда. Единицей измерения поляризации является Кл/м<sup>2</sup> или Кл/см<sup>2</sup>.

Некоторые диэлектрики могут поляризоваться и под действием на них других внешних воздействий. Например, диэлектрики, поляризация которых происходит под действием механического воздействия получили называние пьезоэлектрики. А те диэлектрики, что поляризуются при изменение температуры, охлаждения или нагрева диэлектрика называются пироэлектрики.

#### 1.3. Пироэлектрики, спонтанная поляризация, пироэлектрический эффект.

Пироэлектрики характеризуются ОТЛИЧНЫМ otнуля вектором спонтанной электрической поляризации P<sub>s</sub>. Под данной величиной понимают поляризацию, существующую в диэлектриках при отсутствие внешнего электрического поля, механического напряжения, каких-либо других внешних воздействий. В направление, совпадающим с направление вектора спонтанной электрической поляризации Р<sub>з</sub>пироэлектрический материал обладает электрическими полюсами: на одной из граней накапливается положительный заряд, на другой – отрицательный, то есть данный диэлектрик обладает разноименными полюсами. Такие диэлектрики, в частности это кристаллические тела, или же керамические получили название как полярные.

Искажения структуры, которое вызывает возникновение спонтанной поляризации, объясняется смещением определенных ионов из симметричных позиций под действием изменения температуры, направление Ps в них совпадает с направлением этих смещений. В таких пироэлектрикоах спонтанная поляризация возникает благодаря смещениям катионов Ti, Nb, Ta и других из центров окружающих их кислородных октаэдров. (рис.5)

#### Компенсация пироэлектрических зарядов.

Пироэлектрические заряды, которые образуются на поверхности, в следствие явления электрической спонтанной поляризации образуют вокруг и внутри пироэлектрика электрическое поле. Но в обычных условиях такое поле не может долго существовать, так поверхностные пироэлектрические заряды будут со временем компенсироваться свободными зарядами, которые притягиваются из внешней среды. Поэтому, для того что бы в полной мере наблюдать пироэлектрические свойства кристалл, или пироэлектрический диэлектрик подвергают воздействию изменения температуры. Так как при изменении температуры на поверхностная плотность зарядов будет

изменяться, что вызовет нарушение компенсации поверхностных зарядов. Нужно учитывать, что данное явление можно наблюдать при достаточно высокой скорости изменения температуры, при этом наблюдается не сама электрическая спонтанная поляризация, а ее изменение.

#### Пироэлектрический эффект.

Пироэлектрическим эффект - это возникновение в результате изменения температуры образца некомпенсированных связанных электрических зарядов на его поверхности, вызванные температурными изменениями спонтанной поляризации.

Изменение вектора электрической спонтанной поляризации  $P_{s,n}$  возникновение электрических зарядов на гранях кристалла вызываются небольшими изменениями с температурой полярных структурных искажений, определяющих наличие в кристалле спонтанной поляризации. Такие измененияпроисходят за время, близкое по порядку величины к периоду колебаний атомов.

Как среди природных минералов, так и среди искусственно синтезированных кристаллов пироэлектрики встречаются сравнительно редко.

#### 1.4. Тормозное и характеристическое рентгеновское излучение.

Рентгеновское излучение электромагнитное ионизирующее излучение, занимающее спектральную областьмежду гаммаультрафиолетовым излучением в пределах длин волн  $10^{-3}$  – 100 нм. Энергетический диапазон рентгеновского излучения находится в пределах: 100эB-0,1МэВ. Рентгеновские лучи,длина которых $\lambda < 0,2$ волны HMусловноназываются жёсткими рентгеновскими лучами, а с длиной волны  $\lambda > 0.2$  нм — мягкими рентгеновскими лучами.

Рентгеновские лучи были открыты В.К. Рентгеном в 1895 году, и получили название X-лучи. Данный термин применятся во многих странах мира.

Рентгеновские лучи можно разделить на две основные группы, по механизму зарождения: тормозное и характеристическое рентгеновское излучение. Соответственно спектр тормозного рентгеновского излучения является непрерывным, а спектр характеристического рентгеновского излучения линейчатым.

Характеристическое рентгеновское излучение.

Характеристическое рентгеновское излучение — электромагнитное излучение, испускаемое при переходах электронов с внешних электронных оболочек атома на внутренние электронные оболочки.

Характеристический спектр - линейчатый рентгеновский спектр, возникающий при переходах электронов верхних оболочек атома на более близко расположенные к ядру К-, L-, М-, N – оболочки.

Линейчатое ИЛИ характеристическое излучение образуется ионизации атома, когда он происходит испускание электрона одной из оболочек. Данное наблюдаться внутренних явление может при взаимодействии атома с быстрой частицей, например, электроном. Атом в ионизированном состояние, находящийся в квантовом состоянии на более высоком уровне энергии через  $10^{-15}$ - $10^{-16}$  с переходит в состояние с меньшей энергией. Избыток, образовавшийся энергии атом испускает в виде фотона определенной частоты. Атомы каждого элемента имеют определенную частоту на линях спектра. Зависимость частоты уплиний спектра от атомного номера Z определяется законом Мозли:  $\sqrt{v} = AZ + B$ , где A и B — величины, постоянные для каждой линии спектра. (Рис.6)

Закон Мозли установлен экспериментально в 1913 году. Данный закон является основным элементом рентгеноспектрального анализа.

Непрерывный рентгеновский спектр наблюдается в результате быстрых торможения заряженных частиц c атомами мишени. Максимальную интенсивность достигается при бомбардировке мишени электронами. Интенсивность тормозных рентгеновских лучей распределена по всем частотам до высокочастотнойграницы $v_0$ , на которой энергия фотонов  $hv_0$ , где h — постоянная Планка, равна энергии eVбомбардирующих электронов, где заряд электрона, Vразность eпотенциаловускоряющего поля, пройденная ими. Данной частоте коротковолновая граница спектра  $\lambda_0 = \frac{hc}{eV}$ , соответствует  $\Gamma$ де cскоростьсвета.

#### Тормозное рентгеновское излучение.

Тормозным рентгеновским излучением называют коротковолновое электромагнитное(фотонное) излучение с непрерывным энергетическим спектром.

Диапазон частот данного излучения находится в пределах  $3*10^{16}$ - $3*10^{19}$  $\Gamma$ ц. Соответственно диапазон длин волн находится в пределах  $10^{-8}$ - $10^{-12}$ . Тормозное рентгеновское излучение образуется вследствие уменьшение энергии быстрых заряженных частиц. Данное явление кинетическое наблюдается, например, при торможении ускоренных электронов кулоновском поле. Тормозное рентгеновское излучение возникает вследствие торможенияболее легких частиц в кулоновском поле: электронов позитронов. Спектр тормозного рентгеновского излучения является непрерывным, то есть максимальная энергия равна начальной энергии частицы.

Стандартный рентгеновский спектр состоит из: непрерывного спектра и характеристическихлиний, острыми пиками. Линии  $K_{\alpha}$  и  $K_{\beta}$ 

возникаютвеледствие взаимодействий ускоренных электронов сэлектронами внутренней K-оболочки. (Рис.7).

Традиционный метод генерациирентгеновских лучей - бомбардировка металлического электрода, находящегося в вакуумной камере,пучком ускоренных электронов. Рентгеновскоеизлучение обладает большой проникающейспособностью, действует на фотографическую эмульсию, вызывает люминесценцию, активно действуетна клетки живого организма, ионизирует газы. Тормозное рентгеновское излучение, испускаемое очень тонкими мишенями, полностьюполяризовано вблизиуо, с уменьшением частоты степень поляризации падает. Характеристическое излучение, как правило, не поляризовано.

Рентгеновское излучение применяется в медицине. Такие направления как: рентгенотерапия, рентгенография. Также рентгеновское излучение нашло широкое применение в дефектоскопии: спектральном и структурном анализе.

При больших энергиях заряженных частиц, которые тормозятся кулоновским полем, тормозное рентгеновское излучениепереходит энергетический диапазон у – излучения. Как и видимый свет, рентгеновское почернение фотопленки. Данноесвойство излучение вызывает рентгеновского излучения широко известно в следующих областях: медицине, промышленности и научных исследованиях. Рентгеновское излучение, проходясквозь исследуемый объект и падая затем на фотопленку, изображает на нейего внутреннюю структуру. Поскольку проникающая способность рентгеновского излучения различнадля разных материалов, то материалы, обладающие низкой проникающей способностью, дают более светлые участки нафотоснимке, чем те, через которые излучение проникает хорошо. Таким образом, костные ткани менее прозрачныдля рентгеновского излучения, чем те ткани, из которых состоит кожа и внутренние органы, поэтому нарентгенограмме кости обозначатся как более светлые участки. Соответственно легко обнаружить места перелома и ушиба.

Рентгеновская съемка используется также встоматологии для обнаружения кариеса и абсцессов в корнях зубов, а также в промышленности дляобнаружения трещин в литье, пластмассах и резинах. Рентгеновское излучение используется в химии для анализа соединений и в физике для исследованияструктуры кристаллов. Пучок рентгеновского излучения, проходя через химическое соединение, вызывает характерное вторичное излучение, которое позволяет оценить химический состав.

При падении на кристаллическое вещество пучок рентгеновских лучейрассеивается атомами кристалла, давая четкую правильную картину пятен и полос на фотопластинке, позволяющую установить внутреннюю структуру кристалла.

### 1.5. Производство пироэлектриками рентгеновских лучей и нейтронного излучения.

Высокое напряжение, возникающие между гранями пироэлектрических кристаллов при изменение их температуры, дает возможность создать на их основе миниатюрные генераторы рентгеновского и нейтронного излучения.

Схематическое изображение и внешний вид, производимой фирмой AMPTEKINC (USA) пироэлектрических генераторов рентгеновского излучения представлены на рис. 6.

Пироэлектрический кристалл LiTaO<sub>3</sub>ориентирован таким образом, что его верхняя поверхность при нагреве заряжается положительно и притягивает из окружающего газа электроны. При соударение этих электронов с поверхностью кристалла генерируется характеристическое (Та), а также тормозное рентгеновское излучение. При охлаждении кристалла поверхность заряжается отрицательно, в результате чего электроны с поверхности кристалла ускоряются по направлению к медному аноду с нулевым потенциалом. На этой стадии генерируется характеристическое

излучение (Cu) и тормозное рентгеновское излучение. (рис.7) Время цикла нагрев-охлаждение составляет 2-5 минут.

Размеры генератора составляют 25мм в диаметре и 10мм по высоте. Амплитуда пироэлектрического напряжения в генераторе, его мощность и поток рентгеновского излучения достигают соответственно 35 кВ, 300 мВт и  $10^8$  фотонов в секунду.

Недавно, на основе пироэлектрического эффекта был разработан новый источник нейтронного излучения. Он отличается простотой конструкции и своей компактностью. Данный прибор позволяет ионизировать дейтерий электрическими полями, который создает пироэлектрический кристалл LiTaO<sub>3</sub> при его нагреве от 240 до 265°C. Генерируемые пироэлектрические заряды создают на электроде кристалла потенциал~100 кВ. Закрепление на облучаемую поверхность кристалла иголок из вольфрама (W) повышает поле до~250 000 кВ/см. Величина этого поля достаточна для ионизации всех поступающих молекул дейтерия. Ионы дейтерия, находящиеся в камере под давлением0,7 Па, ускоряются полемпо направлению к дейтерированной мишени. При соударении разогнанных ионов с мишенью на ней происходит ядерная реакция:

$$D + D \rightarrow 3He (820 кэВ) + n (2,45 (МэВ)$$

Данная реакция позволяет получить нейтроны с энергией 2,45 МэВ. Интенсивность наблюдаемого пика потока нейтронов достигала 800 нейтронов засекунду.

#### 1.6. Постановка задачи исследования.

Целью данной работы является исследование возможности применения пироэлектрической керамики, как основного элемента в источниках рентгеновского излучения.

Объект исследования - значения тока с поверхности разных видов пироэлектрических керамик, вычисления таких внутренних характеристик,

как пироэлектрический коэффициент, также отношение пироэлектрического коэффициента к диэлектрической проницаемости, зависимость рентгеновского излучения от давления в газовой камере.

#### Задачи:

- 1. Измерение тока с поверхности пироэлектрических керамик ЦТС-19, ЦТБС-3М при нагреве и охлаждение.
- 2. Измерение спектра рентгеновского излучения от пироэлектрических керамик.
- 3. Построение зависимости интенсивности рентгеновского излучения от давления остаточного газа в камере.
- 4. Анализ полученных результатов.

#### 2. Материал и методики исследования

#### 2.1. Материал исследования.

Для исследования спектра рентгеновского излучения и измерения тока с поверхности пироэлектрических керамик, при нагреве и охлаждение в определенном диапазоне температур были взяты следующие материалы:

1) Пироэлектрическая керамика ЦТС-19 на основе твердых растворов титаната-цирконата свинца Pb(Ti1-xZrx)O3. Диаметр исходного материала - 10 мм. Высота составляет - 15 мм. Относительная диэлектрическая проницаемость  $\varepsilon_r$ = 1750. Температура Кюри  $T_c$ = 300 °C. Пьезоэлектрический модуль вдоль оси z - 3,07\*10<sup>-10</sup> Кл\*Н. Пироэлектрический коэффициент неизвестен. Данные взяты с журнала «Инженерный вестник Дона (ЮФУ)» (Рис.8)

2) Пироэлектрическая керамика ЦТБС-3М. Была произведена назаводе радиодеталей «Монолит», Витебск. Параметры исследуемого образца: диаметр — 7 мм, высота — 15 мм. Относительная диэлектрическая проницаемостьє<sub>г</sub> = 600-1300. Пьезоэлектрический модуль — 1.7\*10<sup>-10</sup> Кл\*Н. Температура Кюри и пироэлектрический коэффициент неизвестны. Данные взяты с сайта производителя. (Рис.9)

## 2.2. Методика измерения спектра рентгеновского излучения с поверхности пироэлектрических керамик.

Для проведения измерения спектра рентгеновского излучения с поверхности керамик: ЦТС-19, ЦТБС-3М, была собрана следующая установка. (Рис.10.)

Экспериментальную установку можно разделить на два основных блока: вакуумный и спектроскопический блоки.

В вакуумный блок входит: вакуумная камера компании AvacsLLC с необходимой вакуумной арматурой, комбинация из форвакуумного (Ebara PDV 500) и турбомолекулярного насоса (TurbovacTMP 50), вакуумметра Televac CC-10.

Спектроскопический блок опытно-экспериментальной установки состоит из детектора рентгеновского излучения (использовались Fast Silicon Drift Detector и CdTe XR-100T), и анализатора сигналов РХ4 или РХ5. Также в опытно-экспериментальную установку входит источники питания Актаком АТН-2031 — для нагрева резитора, и USB-термометр ВМ1707, для измерения температуры пироэлектрической керамики.

Спектр рентгеновского излучения с поверхности пироэлектрической керамики мы измеряли с помощью следующей схемы. (Рис.11)

Спектр рентгеновского излучения от пироэлектрической керамики был получен только с помощью нагрева положительной поверхности керамики. Именно при нагреве положительной поверхности мы можем получить на спектре характеристические линии тех элементов, которые входят в состав пироэлектрической керамики. Нагрев осуществлялся с помощью резистора, на резитор подавался ток, от источника питания Актаком АТН-2031, то есть вследствие прохождения тока через резистор, на нем выделялось определенное количество тепла, которое позволяло нагреть пироэлектрическую керамику В определенном диапазоне температур. Керамика крепилась к резистору с помощью эпоксидного клея через алюминиевый радиатор. Задняя поверхность керамики была заземлена. Было измерено десять циклов нагрева по 180 секунд каждый.

Соответственно регистрация рентгеновского излучения OT пироэлектрических керамик ЦТС-19 и ЦТБС-3М происходила с помощью детектора CdTe XR-100T. Во время эксперимента, в вакуумной камере давление около 1 мТорр. Которое поддерживалось было получено работы фор-вакуумного насоса дальнейшем посредством И В турбомолекулярного насоса. Давление остаточного газа в вакуумной камере Значения контролировалось вакуумметром. давления И спектр 180 рентгеновского излучения в течение каждого цикла по секунд выводились на экран. Что позволяло произвести некоторые оценки о зависимости интенсивности рентгеновского излучения от поверхности пироэлектрической керамики и давления остаточного газа в вакуумной камере.

### 2.3 Методика измерения тока и температуры с поверхности пироэлектрических керамик

Для измерения тока с поверхности пироэлектрической керамики был использован пикоамперметр Keithley 6485. (Рис.12.)

Для измерения температуры был использован USB-термометр BM1707. (Рис.13.)

Измерения тока И измерение температуры поверхности c пироэлектрических керамик происходило одновременно. Данный эксперимент проводился по следующей схеме. (Рис.14) Ток с поверхности пироэлектрической керамики был измерен при положительной и также отрицательной полярности. Положительная полярность поверхности пироэлектрической керамики возникала именно при нагреве, а отрицательная при охлаждении. Нагрев и охлаждение контролировались элементом Пельтье и значением тока, подаваемого на данный элемент. Соответственно при нагреве образовывался ток положительного направления, а пироэлектрической был охлаждения поверхности керамики ток отрицательного направления. Данные значения фиксировались с помощью медной фольги, плотно прилегающей к поверхности и хорошо проводящий ток, таким образом можно было сделать вывод о полном токе с поверхности керамики. Ток поступал на пикоамперметр, который выдавал значения ток на экране.

Также во время эксперимента по измерению тока с поверхности пироэлектрической керамики была измерена температура, изменение которой составляло примерно 20 градусов по Цельсию. Измерение температуры проводилось с помощью датчика, который измерял температуру поверхности и передавал значения через USB-термометр ВМ1707 на экран компьютера. Таким образом, во время эксперимента удавалось контролировать два ток и изменение температуры.

#### 3. Результаты исследования и их обсуждение.

### 3.1. Результаты измерения спектра рентгеновского излучения с поверхности пироэлектрических керамик ЦТС-19 и ЦТБС-3М

Одной из задач, поставленных в дипломном проекте, была измерение спектра с поверхности пироэлектрических керамик с использованием вакуумной установки, детектора, нагревательного устройства, в нашем случае это был резистор, через который пропускали ток. Пироэлектрическая керамика была расположена так, что нижняя часть ее нагревалась и имела отрицательную полярность, а верхняя свободная имела положительную полярность. Таким образом, при нагреве возникало электрическое поле, которое ускоряло положительные заряды с поверхности керамики, и притягивала отрицательные, например, электроны, которые ускорялись по направлению положительно заряженной поверхности керамики и мы могли наблюдать характеристические линии составляющих элементов материала.

Детектор, который был использован для измерения спектра рентгеновского излучения – AmptekSDD. Спектр, который представлен на рисунке 15 — сумма десяти циклов нагрева керамики, которая имела положительную полярность.

Ниже на рисунке 15 представлен спектр рентгеновского излучения с поверхности керамики ЦТС-19.

Удалось достоверно идентифицировать линии вольфрама, циркония, титана и свинца. Общее количество событий за 10 циклов — 7950. Каждый цикл длился 180 секунд. Среднее изменение температуры за время нагрева — 20 °C.

Также был измерен спектр рентгеновского излучения с поверхности пироэлектрической керамики ЦТБС-3М, положительной полярности. (Рис.16). Нагрев керамики осуществлялся с помощью резистора, керамика крепилась к резистору с помощью эпоксидного клея через алюминиевый радиатор. Во всех измерениях, задняя поверхность керамики была заземлена. Расстояние между рабочей поверхностью керамики и окном детектора около 90 мм. Для исследования выхода излучения при отрицательной и положительной полярности поверхности использовались разные образцы. Использовался детектор SDD.

В суммарном спектре заметны характеристические линии составляющих элементов пироэлектрической керамики: стронция(Sr), свинца(Pb), титана(Ti).

Измерение проводилось в течение 400 секунд в течение нагрева. Диапазон изменения температуры во время эксперимента варьируется в пределах от 30 до 110 °C. Выход рентгеновского излучения обычно начинался после 120 секунд нагрева, при достижении температуры 60-65 °C.

Максимум выхода рентгеновского излучения с поверхности пироэлектрической керамики приходился на 280-320 секундах, при достижении температуры порядка 95-100°С.

Ниже представлен спектр рентгеновского излучения с поверхности пироэлектрической керамики ЦТБС-3М, отрицательной полярности.

При нагреве поверхности пироэлектрической керамики отрицательной полярности, под действием поля, которое создает пироэлектрическая спонтанной керамика, вследствие поляризации, OT поверхности отрицательной полярности ускорялись электроны и двигались в изотропном направлении, поэтому линия кремния(Si), которую мы наблюдаем на данном спектре(Рис.17) есть ни что иное как характеристическая линия материала детектора. Также можно заметить, что интенсивность рентгеновского излучения от поверхности, имеющей отрицательную полярность на порядок больше, интенсивность рентгеновского излучения поверхности, положительной полярности, что связанно с электронной бомбардировкой всего объема камеры, В случае положительной полярности a преимущественно площади поверхности пироэлектрической керамики.

## 3.2. Результаты измерения тока и температуры с поверхности пироэлектрических керамик ЦТС-19 и ЦТБС-3М.

Для пироэлектрического коэффициента оценки И отношения диэлектрической проницаемости к пироэлектрическому коэффициенту были проведены измерения тока с поверхности пироэлектрической керамики при ее охлаждение и нагреве, что способствовало смене полярности поверхности. BO время эксперимента ПО измерению тока с поверхности одновременно была измерена температура.

Нагрев и охлаждение длились в течение 180 секунд. Ниже представлены зависимость тока от времени и температуры от времени с поверхности керамики ЦТС-19 при ее охлаждение и нагреве.

Ниже представлены данные о полном заряде, изменении температуры и вычисленном пироэлектрическом коэффициенте, которые можно вычислить по следующей формуле:

$$\Delta T \sim \frac{\varepsilon_0 \varepsilon_{cry} V}{\gamma L_{cry}}$$

Среднее значение пироэлектрического коэффициента  $^{\gamma}$ =9.379\*10<sup>-8</sup> ± 1.  $20*10^{-8}$ Kл/K/cм<sup>2</sup>.

Относительная диэлектрическая проницаемость — 1750. Получаемое отношение пироэлектрического коэффициента к относительной диэлектрической проницаемости приблизительно  $5*10^{-11}$ . Для ниобата лития эта величина составляет приблизительно  $1.45*10^{-10}$ , для танталата лития  $5.3*10^{-10}$ , то есть для пироэлектрической керамики она на порядок ниже.

Также был измерен ток с поверхности пироэлектрической керамики ЦТБС-3М. Ток с поверхности керамики измерялся во время охлаждения и нагрева пироэлектрической поверхности. Измерения проводились в разных температурных режимах: разные значения тока, подаваемого на элемент Пельтье, разные временные интервалы измерения. (Рис.20).

Можно заметить, что при охлаждении полярность тока на элементе Пельтье, может менять свой знак (например, правый график, в третьем ряду). Была измерена зависимость выхода тока от времени в одном температурном режиме при охлаждении. Всего было проведено три независимых друг от друга измерения, нагрев-охлаждение каждый.

Ниже на рисунке 20 представлены результаты измерения тока для охлаждения. На рисунке 21 представлены результаты измерения тока для нагрева.

Из данных результатов значения тока и изменения температуры, представленных выше (рис.20-21) были подсчитаны пироэлектрические коэффициенты данной керамики ЦТБС-3М для каждого цикла нагрева и охлаждения.

По данным, представленных в таблице два, можно было оценить среднее значение пироэлектрического коэффициента $^{\gamma}$ = 7.55 \* 10<sup>-8</sup> ± 0.96 \* 10<sup>-8</sup> Кл/К/см<sup>2</sup>. Так же известно значение относительной диэлектрической проницаемости  $\epsilon$  = 600-1300.

Таким образом, отношение пироэлектрического коэффициента к относительной диэлектрической проницаемости варьируется от  $5.8 * 10^{-11}$  до  $1.258*10^{-10}$ . Эта величина сравнима с такой же величиной для ниобата лития.

3.3. Результаты зависимости интенсивности рентгеновского излучения от давления остаточного газа пироэлектрической керамики ЦТБС-3М.

Основной из задач исследовательской работы было выявление оптимального давления остаточного газа в вакуумной камере, при котором можно наблюдать максимальную интенсивность рентгеновского излучения от пироэлектрической керамики.

Давление в вакуумной камере поддерживалось и регулировалось с помощью игольчатого клапана, через который в вакуумную камеру из внешнего объема подавался воздух. Контролирование давления осуществлялся высокоточным мембранным вакуумметром CeravacCC-10. Для исследования выхода излучения при отрицательной и положительной полярности поверхности использовались разные образцы. Использовался детектор SDD.

Ниже приведена зависимость выхода РИ от давления для отрицательной и положительной полярности керамики. (Рис.22-23).

Измерение проводилось в течение 400 секунд в течение нагрева. Среднее изменение температуры керамики (у ее основания) от 30 °C до 110 °C. Выход рентгеновского излучения начинался после 120 секунд нагрева, при достижении температуры 60-65 °C. Максимум выхода излучения приходился на 280-320 сек, при достижении температуры около 95-100 °C.

Максимум интенсивности для отрицательной полярности поверхности пироэлектрической керамики был зафиксирован в области 1.5 мТорр, средняя интенсивность была невысокой, около 2000-3000 событии за 400 сек.

Для положительной полярности поверхности пироэлектрической керамики было выявлено два относительных максимума:при давление 0.8 мТорр и 1.3 мТорр. Интенсивность на порядок ниже, чем интенсивность рентгеновского излучения при отрицательной полярности.

В точках максимума интенсивность равна 400-500 событиям за измерение.

#### Заключение

- 1) Были исследованы следующие типы керамики: ЦТС-19, ЦТБС-3М. С каждого из данных типов керамики был измерен выход рентгеновского излучения. Для ЦТБС-3М была исследована зависимости интенсивности рентгеновского излучения от давления остаточного газа в камере.
- 2) Если сравнивать выход рентгеновского излучения от данной поликристаллической керамики с монокристаллами ниобата лития, то заметно, что выход РИ немного меньше.
- 3) После измерение тока с поверхности пироэлектрической керамики были вычислены пироэлектрические коэффициенты для каждого типа керамики. Для керамики ЦТС-19 пироэлектрический коэффициент равен  $9.379*10^{-8} \pm 1.20*10^{-8}$ Кл/К/см<sup>2</sup>, а для ЦТБС-3М  $7.55 * 10^{-8} \pm$  $0.96 * 10^{-8} \text{ Кл/К/см}^2$ . Для сравнения, можно сделать вывод, что пироэлектрический коэффициент для пироэлектрической керамики выше на порядок, чем для кристаллов ниобата лития. Также и диэлектрическая проницаемость данных пироэлектрических керамик диэлектрическая два порядка выше, чем проницаемость на соответствующих кристаллов. Таким образом отношение пироэлектрического коэффициента к диэлектрической проницаемости данных керамик ниже чем для кристаллов, именно этим можно объяснить низкий выход рентгеновского излучения с поверхности пироэлектрических керамик по сравнения с кристаллами ниобата лития.
- 4) Также были получены максимумы выхода рентгеновского излучения для керамики ЦТБС в зависимости от давления.

#### Список литературы

- 1. A. G. Chynoweth// Phys. Rev. 117, 1235 (1960).
- 2. B. Rosenblum, P. Bräunlich and J. P. Carrico //Appl. Phys. Lett. 25, 17 (1974)
- 3. J.D. Brownridge, Pyroelectric X-ray generator// Nature 358 (1992) 287 288.
- 4. V.I. Nagaychenko, V.V. Sotnikov, B.I. Ivanov, A.M. Yegorov, A.V. Shchagin, X-ray radiation of pyroelectric generator// J. Surf. Inv. X-ray, Synch. Neutron Tech. (Russia) 3 (2007) 81-89.
- 5. J. Geuther, Y. Danon, F. Saglime, B. Sones, Electron Acceleration for X-ray Production Using Paired Pyroelectric Crystals,//Proceedings from the Sixth International Meeting on Nuclear Applications of Accelerator Technology (2003) 591-595.
- 6. J.D. Brownridge, S.M. Shafroth, Electron and positive ion beams and x-rays produced by heated and cooled pyroelectric crystals such as LiNbO3 and LiTaO3 in dilute gases: phenomenology and applications, in William T. Arkin, New Research on Lasers and Electrooptics, Nova Science Publishers, New York 2007, pp 37-75.
  - 7. Буш А.А. ПИРОЭЛЕКТРИЧЕСКИЙ ЭФФЕКТ И ЕГО ПРИМЕНЕНИЯ \\ Государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Московский государственный институт

радиотехники, электроники и автоматики (технический университет)» - М., 2005. – 36-38 с.

- 8. Сонин А.С. Беседы о кристаллофизике. М.: Атомиздат, 1976.
- 9. Желудев И.С. Физика кристаллических диэлектриков. М.: Наука, 1968.
  - 10. Шаскольская М.П. Кристаллография. М.: Высш. шк., 1976.
- 11. Барфут Дж., Тейлор Дж. Полярные диэлектрики и их применения / Пер. с англ. под ред. Л.А. Шувалова. М.: Мир, 1981.
  - 12. Новик В.К., Гаврилова Н.Д., Фельдман Н.Б. Пироэлектрические преобразователи. М.: Сов. радио, 1979.
  - 13. В.В. Гладкий, И. С. Жёлудев. О методике и результатах исследования пироэлектрических свойств некоторых моноклинных кристаллов. «Кристаллография», 1965.
  - 14. Г. И. Сканави. Физика диэлектриков. Издательство «Физматгиз», Москва. 1958.
  - 15. Современная кристаллография. Том 4. Физические свойства кристаллов. Издательство «Наука», Москва, 1981.
  - 16. М. П. Шаскольская. Кристаллография. Издательство «Высшая школа», 1976.
  - 17. Ю.Г. Павленко. Начала физики. Издательство «Экзамен», Москва, 2005.
  - 18. Белов. Механика. НЭВЦ ФИПТ, Физический факультет МГУ, 1998.

- 19. Белов. Электромагнетизм. Издательство МГУ, 1994.
- 20. Струков Б.А. Сегнетоэлектричество в кристаллах и жидких кристаллах: природа явления, фазовые переходы, нетрадиционные состояния вещества // Соросовский Образовательный Журнал. 1996. № 4. С. 81–89.
- 21. Струков Б.А. Фазовые переходы в сегнетоэлектрических кристаллах с дефектами// Соросовский Образовательный Журнал. № 12. С. 95–101.
- 22. Рез И.С., Поплавко Ю.М. Диэлектрики: Основные свойства и применения в электронике. М.: Радио и связь, 1989.