

НЕГОНИОМЕТРИЧЕСКАЯ РЕГИСТРАЦИЯ МАЛОУГЛОВОГО РАССЕЯНИЯ ПОЛЯРИЗОВАННОГО СВЕТА

Х. Г. АЙВАЗЯН, В. Г. БАРАНОВ, С. Я. ФРЕНКЕЛЬ

Сконструирован прибор, позволяющий исследовать почти все разновидности МРПС при кристаллизации и деформации сферолитосодержащих полимерных систем. С помощью этого прибора проведено исследование кристаллизации кордного поликаприда и деформации ПЭНД.

Наиболее сложные картины малоуглового рассеяния поляризованного света (МРПС) наблюдаются при исследовании полимерных аморфно-кристаллических систем, которые дают дифрактограммы с набором достаточно четких дискретных рефлексов [1]. Значительный интерес представляет получение всех характеристик МРПС при быстром изменении картин рассеяния непосредственно в процессе кристаллизации или ориентации исследуемых систем.

На рис. 1 показаны наиболее характерные изменения картин МРПС от сферолитосодержащих полимерных систем. Переход типа I соответствует увеличению радиуса сферолита, а переход типа 2 происходит при деформации сферолита (растяжении в направлении, указанном стрелкой). Для регистрации этих переходов пользуются двумя методами: 1) фотографическим методом и 2) фотоэлектрической записью распределения интенсивности.

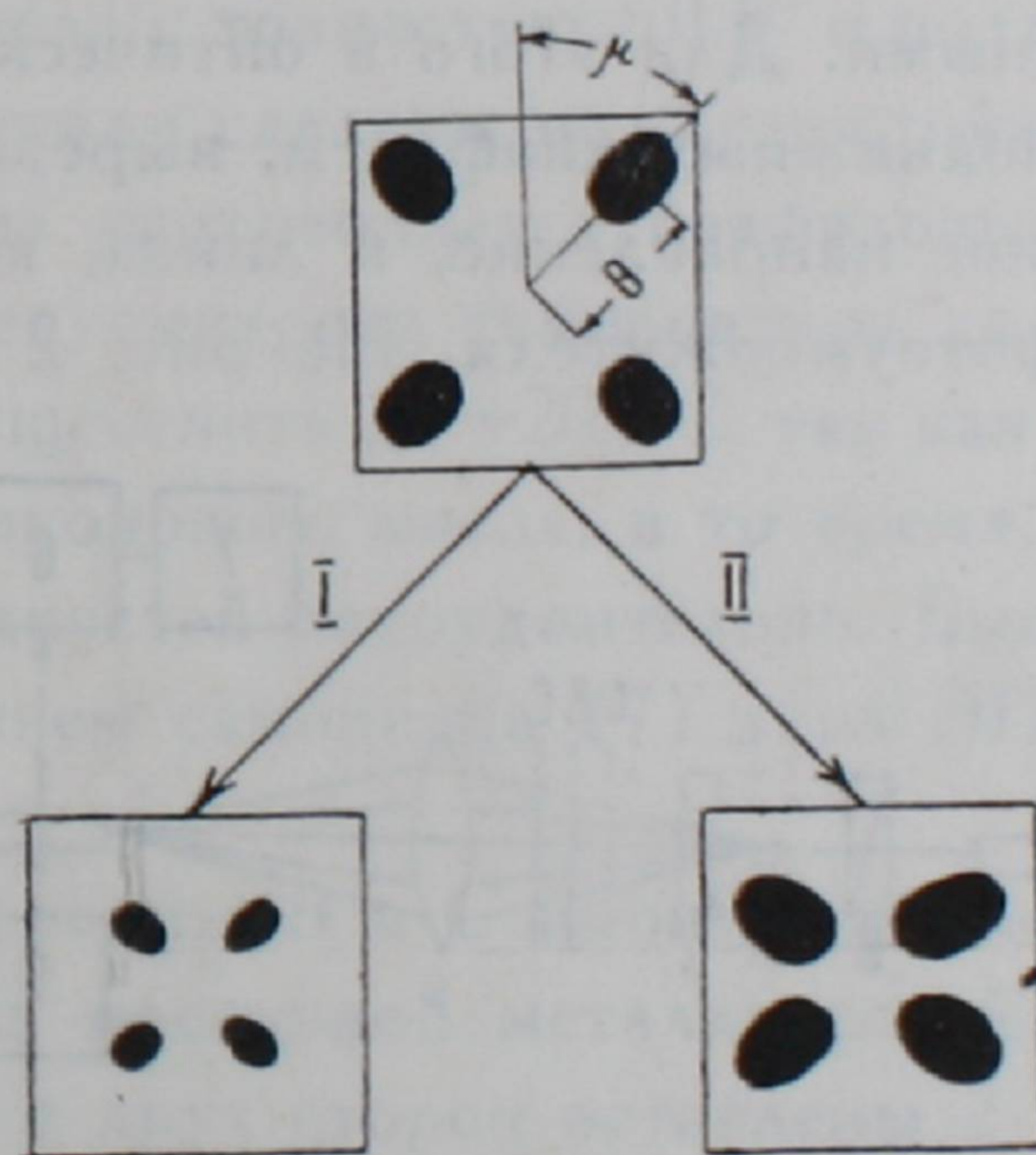


Рис. 1. Типичная картина МРПС от полимерной системы, содержащей сферолиты, и ее изменения: I — при увеличении радиуса сферолита; II — при деформации сферолита (растяжении в направлении, указанном стрелкой).

При использовании фотографических методов картина рассеяния фиксируется на плоскопараллельной фотопленке или фотопластинке и на основе анализа распределения почернения судят о распределении интенсивности рассеяния по углам. Съемка дифрактограмм этим способом может производиться достаточно быстро (с применением кинокамер), однако процесс

определения оптических плотностей (почернения) довольно трудоемок и далеко не однозначен, что не позволяет достаточно точно определять абсолютные значения интенсивностей рассеяния и их изменение. Поэтому, как правило, этот метод используется только для определения положения максимумов интенсивности рассеяния. Описания конкретных установок для фотографической регистрации рассеяния света можно найти в работах [1—4].

Наиболее распространенным способом фотоэлектрической регистрации является сканирование индикатрисы рассеяния поворотом фотоэлемента или умножителя со щелевой или круглой диафрагмой относительно центра, в котором расположен исследуемый образец. Поворот регистрирующего устройства осуществляется крайне медленно для обеспечения постоянной скорости, а показания снимаются либо с гальванометра, либо записываются на самописец [5—7]. Кроме того, использование щелевой диафрагмы в случае сложных распределений интенсивности рассеяния по углам приводит обычно к значительным ошибкам [8]. Такой способ позволяет определять точные значения величины и распределения интенсивности по углам лишь для статических картин рассеяния. К его очевидным принципиальным недостаткам относится невозможность регистрации быстро изменяющихся картин рассеяния со сложным распределением интенсивности по углам.

Мы использовали относительно простой способ регистрации полного распределения интенсивности рассеянного под малыми углами света для быстро изменяющейся дифракционной картины, позволяющий исследуемому объекту (поскольку он может быть и жидким) и регистрирующему блоку оставаться неподвижными. Для этого в оптическую схему вводится набор вращающихся и неподвижных диафрагм, вырезающих из дифракционной картины определенное направление, и линза, которая фокусирует это направление на катод фотоумножителя. На рис. 2 представлено схематическое изображение способа регистрации с набором диафрагм и блок-схема прибора.

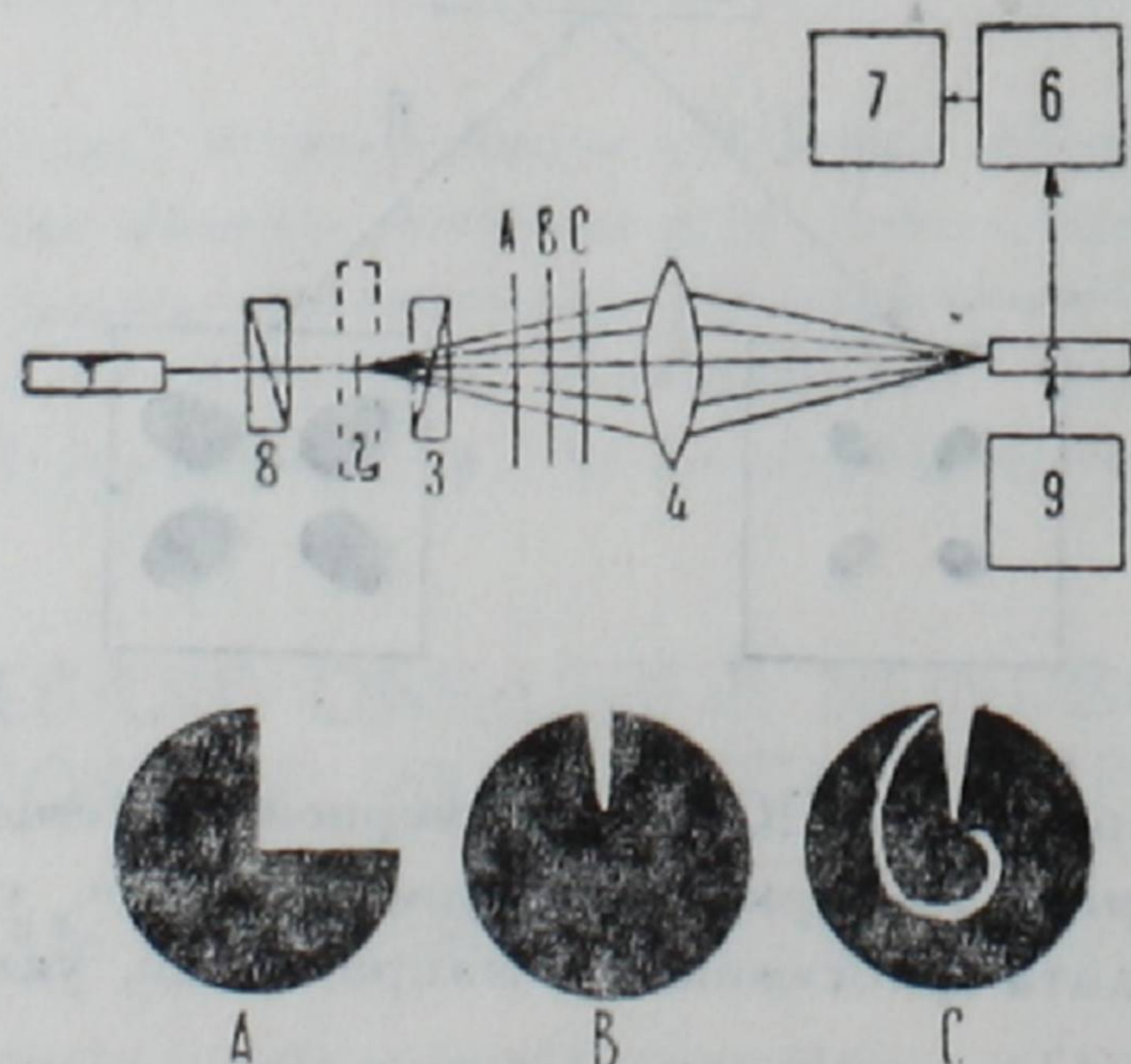


Рис. 2. Принципиальная схема установки для фотоэлектрической регистрации МРПС с помощью вращающихся диафрагм.

В качестве источника света (1) может быть использована любая

система, дающая хорошо коллимированный и, если необходимо, плоско поляризованный пучок света (напр., газовый лазер). Нами взят переделанный осветитель типа ОИ-19 с коллимирующей системой: точечной диафрагмой, присовой диафрагмой и поляроидом [8]. Далее помещается образец (2) в кювете или термостате. Рассеянный луч проходит (если это необходимо) через анализатор (поляроид 3) и затем попадает на систему диафрагм А, В, С и линзу (4), которая и фокусирует все лучи на катод фотоумножителя (5). Соответствующий сигнал после усилителя (6) идет на записывающее или показывающее устройство (7): осциллограф, ЭПП-09 или стрелочный прибор. Для питания ФЭУ взят электронный стабилизатор (9).

Образцы изготовлялись переплавлением гранул поликаприда между покровными стеклами (16×16 мм²) с зазором 40 мкм. При кристаллизации образец помещался в съемную термостатируемую ячейку, которая с двух сторон имела отверстия для прохождения света (термостатирование воздушное). Для плавления образца была сделана специальная печка в виде стеклянного цилиндра диаметром 4 см и длиной 30 см, внутрь которого был вмонтирован нагревательный элемент в керамической трубке. Температура печки регулировалась при помощи ЭПВ-2 и термопары, вмонтированной в нагревательный центр печи (точность регулировки составляла $\pm 5^\circ$). Точное воздушное термостатирование ячейки производится иначе. Для этой цели взят геплеровский термостат типа У 10, который заправлен силиконовым маслом. Точность термостатирования такого термостата около $\pm 0,5^\circ$. В этот термостат помещена длинная медная спиралевидная труба, проходя через которую воздух нагревается до температуры силиконового масла с точностью $\pm 0,5^\circ$ и подается при помощи крана к ячейке. Стеклянные детали сделаны из термостойкого стекла типа пирекс. В качестве смазки крана употребляется графитовый порошок, так как для плавления образцов предусмотрена температура до $+300^\circ\text{C}$. Точное термостатирование можно осуществить до $\sim 200^\circ\text{C}$, так как оно лимитировано температурой кипения силиконового масла, в то время, как использование более высококипящих жидкостей затруднительно. Быстрое действие прибора ограничено использованием самописца (7) типа ЭПП-09 со временем пробега каретки 1 сек.

Вращающиеся диафрагмы В и С вмонтированы в единый общий блок следующим образом. Из массивной металлической болванки выточен цилиндр, внутри которого с двух сторон вставлены 2 подшипника с внутренним диаметром отверстий 86 мм. В эти отверстия вдеты металлические цилиндры, с одной стороны которых имеются зубчатые колеса. Внутри вставлены легкие алюминиевые полые цилиндры, к торцевым стенкам которых приклеиваются диафрагмы В и С из черной бумаги. Металлические цилиндры вращаются с разными скоростями, сообщаемыми зубчатым колесам двумя моторами с разными редукциями. Блок установлен на специальном столике, который жестко крепится на оптической скамье ОСК-2. Конденсорные линзы (4) и ФЭУ (5) смонтированы вместе. Скрепленные между собой внутри конического экрана и цилиндра, сделанных из почернен-

ного листового железа, они механически крепятся к блоку вращающихся диафрагм.

Для фотоэлектрической регистрации нами опробованы два варианта блок-схемы, приведенной на рис. 2. В первом варианте использованы: ФЭУ-35 (5), усилитель типа VI-2 (6), самописец типа ЭПП-09 и высоковольтный электронный стабилизатор напряжения типа ВС-22 (9). Во втором, более надежном, варианте использован заводской блок от фотометрической насадки типа ФМЭ-1, в котором для уменьшения постоянной времени усилителя был отключен конденсатор, шунтирующий правую сетку лампы 6Н1П. Это позволило в качестве регистрирующего прибора использовать ЭПП-09 с временем пробега каретки 1 сек, которым ограничивается быстродействие прибора в данном варианте.

Как следует из рис. 2, диафрагма *A* вырезает один квадрант дифракционной картины, которая, как правило, симметрична. При исследовании деформации пленок вырезалась половина окружности. Диафрагма *B*, как и *A*, представляет собой тонкий непрозрачный диск с вырезанным сектором. В диафрагме *C* помимо такого же выреза, как и в диафрагме *B*, имеется дополнительный вырез в форме спирали Архимеда, что создает при повороте на определенный угол φ линейное перемещение $r = a\varphi$ вдоль радиуса, где $a = \text{const}$.

Для проверки работы установки были проведены наблюдения изменений МРПС при регистрации перехода типа 1 (рис. 1). Диафрагма *B* устанавливалась неподвижно в положении $M = 45^\circ$, а диафрагма *C* вращалась со скоростью 0,143 об/сек. На рис. 3 приведены изменения МРПС при

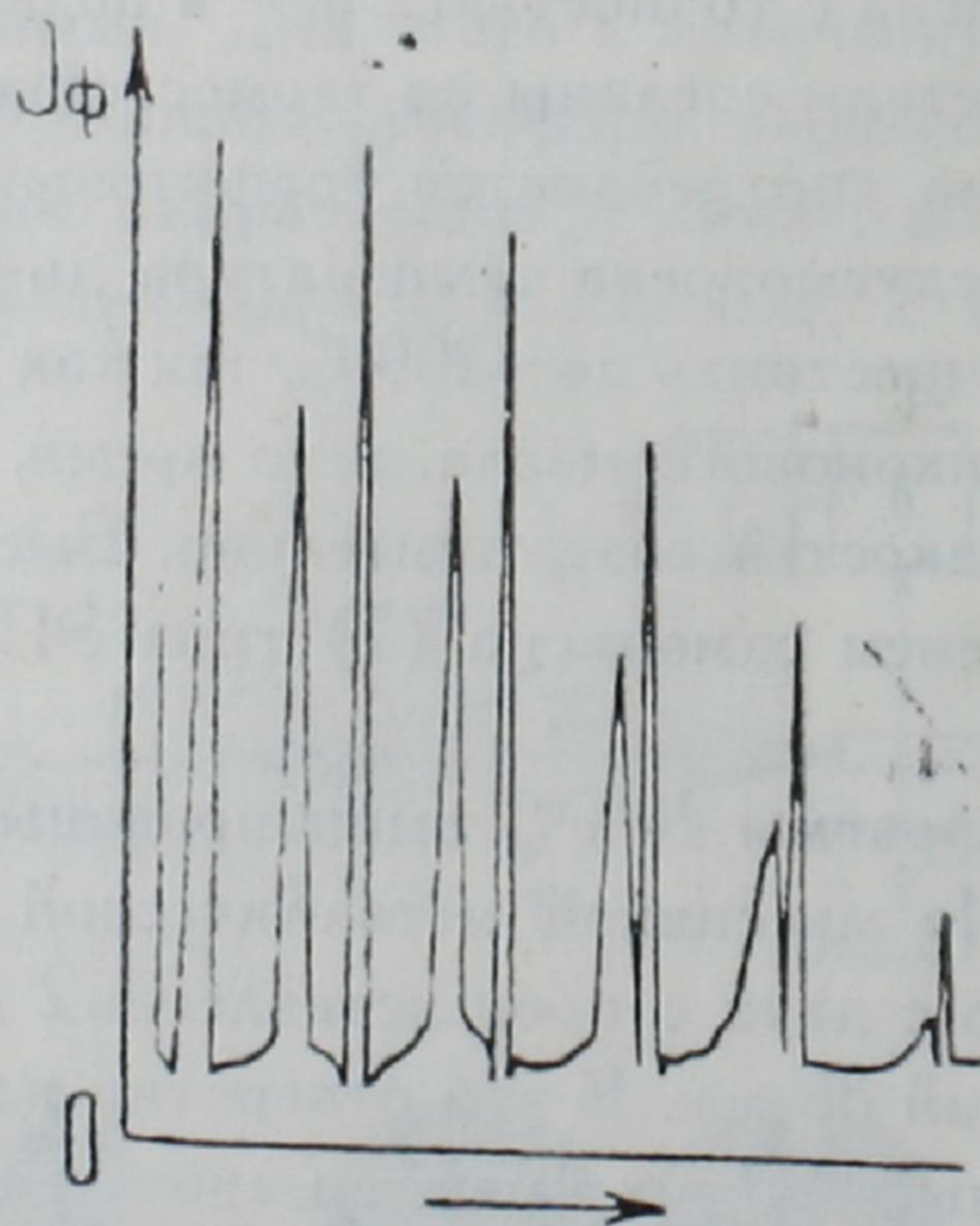


Рис. 3. Фотоэлектрическая запись при кристаллизации кордного поликаприама.

кристаллизации пленки толщиной 40 мкм кордного поликаприама при температуре 140°C , в результате которой наблюдается смещение максимума распределения интенсивности (импульс малой амплитуды) от временной метки (острый, большой импульс). Последняя получается при совпа-

дении щелей на диафрагмах B и C . Скорость протяжки бумажной ленты ЭПП-09 в обоих случаях равнялась 4800 мм/час.

Во втором варианте (ср. рис. 1) диафрагма A представляла полукруг. Диафрагма B вращалась со скоростью 0,00833 об/сек, а диафрагма C (без секторального выреза и со сплошной спиралью Архимеда) — со скоростью 0,286 об/сек. Измерения проводились в статическом режиме. На рис. 4а

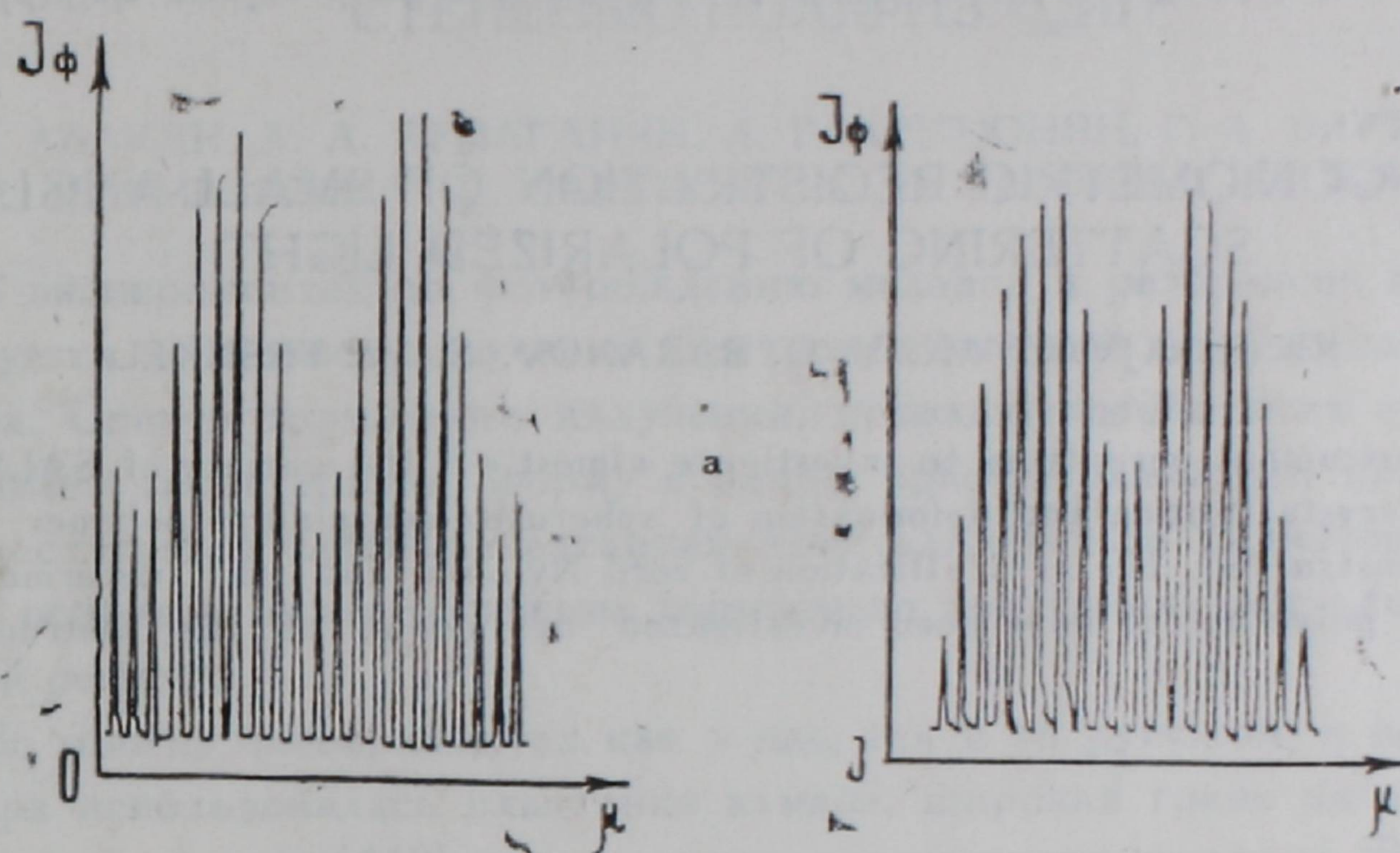


Рис. 4. Распределение интенсивностей МРПС недеформированной пленки ПЭНД (а) и при 20% деформации (б).

приведено распределение интенсивностей недеформированной пленки ПЭНД, а на рис. 4б — фотоэлектрическая запись МРПС при 20% деформации ($\lambda_s = 1,2$).

Институт высокомолекулярных соединений,
Ленинград

Поступила 15.X.1973

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. С. Я. Френкель, Т. И. Волков, В. Г. Баранов, Л. Г. Шалтыко. Высокомолек. соед., 7, 854 (1965).
2. M. B. Rhodes, D. A. Keedy, R. S. Stein. J. Polymer Sci., 62, 573 (1962).
3. Т. И. Волков, В. Г. Баранов. Сб. Новое в методах исследования полимеров, М., Изд. Мир, 1968, стр. 7.
4. Х. Г. Айвазян, А. Г. Бояджян, В. Г. Баранов, С. Я. Френкель. Изв. АН АрмССР, Физика, 6, 492 (1971).
5. Т. И. Волков, В. Г. Баранов, С. Я. Френкель. Тезисы докладов межвузовской научной конференции, Самарканд, 1964, стр. 12.
6. В. Г. Баранов, Т. И. Волков, А. А. Шепелевский. Высокомолек. соед., 9, 1976 (1967).
7. A. E. M. Keijzers, J. J. van Aartsen, W. Prins. J. Appl. Phys., 36, 2874 (1965).
8. Г. Е. Новикова, О. Н. Трапезникова. Оптика и спектроскопия, 3, 631 (1967).

ԲԵՎԵՌԱՅՎԱԾ ԼՈՒՅՍԻ ՓՈՔՐ ԱՆԿՅՈՒՆՆԵՐԻ ՏԱԿ ՑՐՄԱՆ ՈՉ ԳՈՆԻՈՄԵՏՐԻԿ ԳՐԱՆՑՈՒՄԸ

Խ. Գ. ԱՅՎԱԶՅԱՆ, Վ. Գ. ԲԱՌԱՆՈՎ, Ս. ՅԱ. ՖՐԵՆԿԵԼ

Կառուցված է մի փորձասարք, որը հնարավորություն է տալիս ուսումնասիրել բևեռացված լույսի գրեթե բոլոր տեսակի փոքր անկյան տակ ցրման սրոցեսները սֆերուլիտներ պարունակող պոլիմերային սիստեմների դեֆորմացիայի և բյուրեղացման ժամանակ: Այդ սարքի միջոցով ուսումնասիրված է կորդային պոլիկապրամիդի բյուրեղացումը և ցածր ճնշման պոլիէթիլենի դեֆորմացիան:

NON-GONIOMETRIC REGISTRATION OF SMALL-ANGLE SCATTERING OF POLARIZED LIGHT

Kh. G. AJVAZIAN, V. G. BARANOV, S. Ya. FRENKEL

An instrument permitting to investigate almost all the variety of SALS observed at the crystallization and deformation of spherulite-containing polymer systems has been constructed. The crystallization of cord Nylon-6 and the deformation of high density polyethylene have been investigated by means of the instrument in question.