

## Лабораторная работа № 542. Определение постоянной решетки кубической сингонии методом Дебая-Шерера (порошка).

Рассмотрим экспериментальное получение и расшифровку дифракционной картины рассеяния рентгеновского излучения на примере поликристаллов кубической сингонии.

### § 1. Элементы структурной кристаллографии. Условие Брэгга-Вульфа

Для описания кристаллов используется понятие *пространственной* или *кристаллической решетки*. Под пространственной решеткой понимается совокупность точек в трехмерном пространстве (*узлы решетки*), положения которых задаются *векторами решетки*:

$$\mathbf{t} = u\mathbf{a} + v\mathbf{b} + w\mathbf{c}, \quad (1),$$

где  $u, v, w$  – произвольные целые числа,  $\mathbf{a}, \mathbf{b}, \mathbf{c}$  – три некопланарных вектора (*базисные векторы*). Такая решетка обладает свойством *трансляционной симметрии*, то есть она переходит сама в себя при сдвигах на произвольный вектор решетки (1). Параллелепипед, построенный на базисных векторах  $\mathbf{a}, \mathbf{b}, \mathbf{c}$  называется *элементарной ячейкой*. Базисные векторы и элементарную ячейку для одной и той же кристаллической решетки можно выбрать различными способами.

Пространственная решетка обладает, кроме трансляционной симметрии, *точечной симметрией* (поворот в пространстве, отражение в плоскости, отражение в точке). Набором элементов симметрии, описывающих все эти преобразования симметрии, определяются *кристаллографические системы (сингонии)*. Исходя из законов симметрии все виды кристаллических решеток делятся на семь *сингоний* – триклинная, моноклинная, ромбическая, тригональная (ромбоэдрическая), тетрагональная, гексагональная и кубическая.

Поскольку выбор элементарных ячеек ничем не ограничен, договорились описывать каждую систему определенным набором элементарных ячеек (*решетка Бравэ*). Каждая сингония совместима с примитивной ( $P$ ) ячейкой – узлы решетки расположены в вершинах элементарного параллелепипеда. Кроме того, в некоторых сингониях (моноклинная, ромбическая, тетрагональная, кубическая) для описания решетки используют кроме  $P$ -ячеек *центрированные* элементарные ячейки, позволяющие наглядно представить точечную симметрию решетки (рис. 1). В центрированных ячейках узлы решетки расположены как в вершинах параллелепипеда, так и на пересечении диагоналей граней (*базоцентрированные A, B, C и гранецентрированная F ячейки*) или телесных диагоналей (*объемноцентрированная I ячейка*).

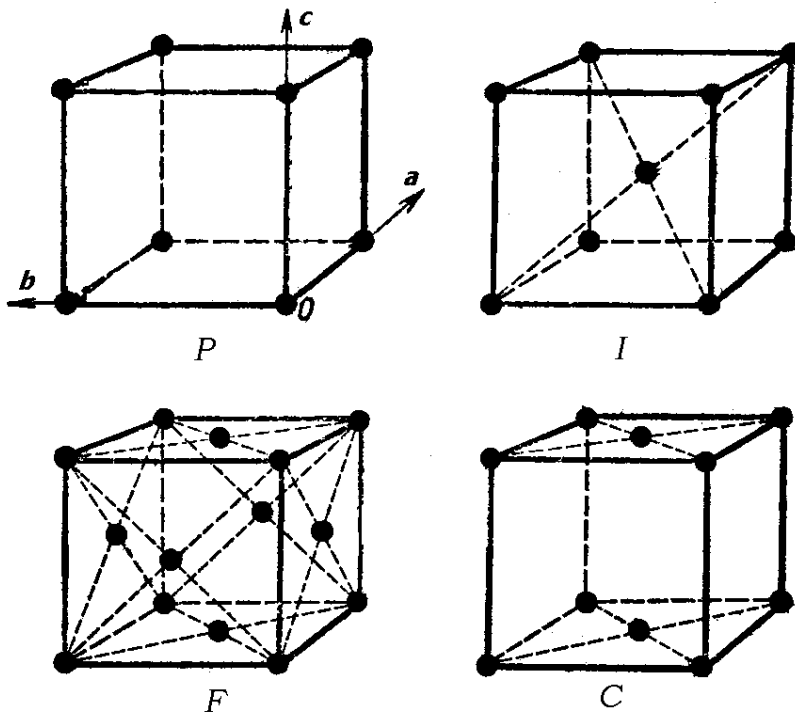


Рис.1. Виды элементарных ячеек: примитивная  $P$ , объемноцентрированная  $I$ , базоцентрированная  $C$ , гранецентрированная  $F$

Любую кристаллическую решетку можно представить семейством узловых плоскостей, ориентация которых однозначно задается нормальным вектором (*вектор обратной решетки*):  $\mathbf{H} = h\mathbf{a}^* + k\mathbf{b}^* + l\mathbf{c}^*$ , где  $h, k, l$  – индексы плоскости, которые являются целыми числами;  $\mathbf{a}^*, \mathbf{b}^*, \mathbf{c}^*$  – базисные векторы обратной решетки.

Индексы плоскости можно определить и через прямую решетку. Пусть через узел, находящийся в начале координат, проходит плоскость. В силу основного свойства пространственной решетки (1) через другие узлы решетки также пройдут плоскости, параллельные исходной. Ограничимся объемом элементарной ячейки и рассмотрим плоскости, находящиеся на равном расстоянии друг от друга. Такое семейство плоскостей разделит каждый осевой отрезок элементарной ячейки на целое число равных частей. Три числа, указывающие, на сколько частей данное семейство плоскостей делит осевые отрезки, называют индексами плоскости ( $hkl$ ). Семейство параллельных плоскостей однозначно характеризуется *межплоскостным расстоянием*  $d$ .

Дифракцию рентгеновского излучения можно представить как отражение от соседних плоскостей. Тогда условие наблюдения дифракционных максимумов будет выглядеть следующим образом (рис. 2):

$$2d\sin\theta = n\lambda \quad (2).$$

Это условие называется условием Брэгга-Вульфа, и оно является основополагающим при расшифровке рентгенограмм.

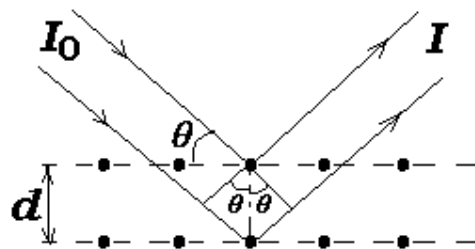


Рис.2. К выводу формулы Брэгга-Вульфа, отражение рентгеновских лучей от двух плоскостей

## § 2. Приготовление образцов

Для приготовления образца необходимое количество исследуемого вещества (примерно 300-1000 мг) тщательно растирается в ступке до получения мелкозернистого (размеры зерен порядка 40-150 мкм) однородного порошка. Плохо растертое вещество может дать дифрактограмму, на которой интенсивности линий будут существенно отличаться от интенсивностей для поликристаллического образца; также может произойти сдвиг максимума рефлекса, что затруднит определение параметров элементарной ячейки и увеличит экспериментальную ошибку.

Для съемки на дифрактометре порошковые образцы помещают в стандартные кюветы, которые крепятся на гониометре. Если частицы порошка равноосны и порошок не склонен к образованию текстуры (преимущественной ориентации поликристаллов вдоль какой-либо кристаллографической оси), поверхность образца можно выровнять плоским стеклом. Если частицы не равноосны, излишки порошка необходимо убирать при помощи лезвия. Поскольку текстура возникает в основном в поверхностном слое, для увеличения объема материала, участвующего в дифракции, целесообразно применять глубокие кюветы и сильнопоглощающий образец разбавить слабопоглощающей средой. В некоторых случаях возможно применение прессованных таблеток из порошка исследуемого вещества.

## § 3. Получение и первичная обработка дифрактограмм

Поместив кювету с образцом в держатель образца, включают рентгеновскую установку, предварительно выбрав необходимые режимы работы рентгеновской трубки и съемки дифрактограммы.

При непрерывном движении детектора и образца дифрактограмма регистрируется в компьютере и представляет собой графическое изображение зависимости скорости счета импульсов от углового положения детектора с наложенными. Дифрактограмму характеризуют положением и интенсивностью дифракционных максимумов (*рефлексов*). Положение пика измеряют углом отражения  $\theta(2\theta)$ , а интенсивность – его высотой или площадью.

**3.1. Положение пика.** Существуют два основных способа определения положения дифракционного пика: по максимуму и центру тяжести.

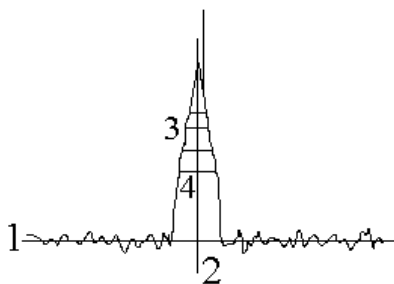


Рис.3. Пример дифракционной линии на дифрактограмме: 1 – линия фона; 2 – положение максимума линии; 3 – профиль дифракционной линии; 4 – отрезки, соединяющие точки профиля линии с одинаковой интенсивностью

Для определения положения максимума используют профиль линии (рис. 3,3). Предварительно под рефлексом проводят линию фона, от которой ведут измерение (рис. 3,1). В пределах одного пика линию фона можно считать прямой, а зачастую и горизонтальной. Затем определяют середины отрезков, соединяющих точки профиля линии с одинаковой интенсивностью, которая является разностью между интенсивностью в данной точке и интенсивностью фона (рис. 3,4). Построение начинают с отрезков, лежащих на половине высоты максимума и заканчивают на высоте  $0,9 \cdot I_{max}$ . Пересечение линии, проходящей через середины отрезков, с профилем линии принимают за максимум пика (рис. 3,2).

Положение центра тяжести линии является более надежной и точной характеристикой положения рефлекса. Его можно определить независимо от асимметрии и ширины линии. Однако вычисление его часто затрудняется перекрытием линий. В рядовых исследованиях удовлетворительные результаты дает аппроксимация пика треугольником, центр тяжести которого находится в точке пересечения его медиан.

**3.2. Интенсивность пика.** Хорошо окристаллизованный и однородный материал дает узкие и высокие дифракционные максимумы, плохо окристаллизованный неоднородный материал – широкие и низкие. Следовательно, высота пика неточно отражает его интенсивность, и измерения по высоте рефлекса производят лишь при идентификации фаз (качественный рентгенофазовый анализ). Более строгим и точным является измерение интенсивности пиков по их площади, то есть определение интегральной интенсивности.

При измерениях интенсивность самого «яркого» пика принимают за 100%, интенсивность остальных пиков оценивают в долях от него.

#### § 4. Разделение рефлексов, полученных от нефльтрованного излучения

Если при съемке дифрактограммы использовалось нефльтрованное рентгеновское излучение, включающее в себя  $K_{\alpha}$  и  $K_{\beta}$ -линии, то после определения углов  $\theta$  и  $\sin \theta$  необходимо разделить линии, полученные за счет  $K_{\alpha}$ -излучения от линий, полученных за счет  $K_{\beta}$ -излучения.

Исходя из условия Вульфа-Брэгга (2) для одной и той же плоскости можно записать:

$$\text{для } K_{\alpha}\text{-излучения} - \sin \theta_{\alpha} = \frac{\lambda_{\alpha}}{2d_{hkl}}, \quad (3)$$

$$\text{для } K_{\beta}\text{-излучения} - \sin \theta_{\beta} = \frac{\lambda_{\beta}}{2d_{hkl}}. \quad (4)$$

Из уравнений (3) и (4) следует, что

$$\frac{\sin \theta_{\alpha}}{\sin \theta_{\beta}} = \frac{\lambda_{\alpha}}{\lambda_{\beta}} \cong 1,09. \quad (5)$$

При этом интенсивности рефлексов от  $K_{\beta}$ -излучения должны быть слабее интенсивностей рефлексов от  $K_{\alpha}$ -излучения примерно в 5-7 раз при отражении от одной и той же атомной плоскости. Кроме того, они должны быть расположены под меньшими углами  $\theta$ , так как  $\lambda_{\beta} < \lambda_{\alpha}$ .

Практически разделение рефлексов проводят следующим образом. В ряду  $\sin \theta$  находят значения  $\sin \theta$ , соответствующие наиболее интенсивным отражениям. Согласно уравнению (5) находят, каковы должны быть значения  $\sin \theta_{\beta}$  для соответствующих рефлексов. Полученный ряд  $\sin \theta_{\beta}$  сопоставляют с экспериментальными значениями  $\sin \theta$ . Если найдется линия, для которой  $\sin \theta$  окажется равным, с учетом экспериментальной ошибки, значению  $\sin \theta_{\beta}$ , вычисленному по формуле (5), и если интенсивность этой линии окажется заметно меньшей (примерно в 4-5 раз), чем интенсивность соответствующей линии  $K_{\alpha}$ -излучения, то это говорит о том, что эти два рефлекса получены благодаря отражению  $K_{\alpha}$  и  $K_{\beta}$ -лучей от одной и той же плоскости. Тогда дифракционный максимум, лежащий при меньшем угле  $\theta$ , считается « $\beta$ -рефлексом» и исключается из дальнейших расчетов. Если такого рефлекса не найдется, то значит, он не выявился на рентгенограмме вследствие слабой интенсивности.

При измерении положения дифракционных максимумов, полученных от  $K_{\alpha}$ -излучения, возникают трудности за счет существования  $\alpha_1$ - $\alpha_2$ -дублета. Поэтому при вычислении межплоскостных расстояний  $d_{hkl}$  по формуле Брэгга-Вульфа (2) в зависимости от пределов изменения углов  $\theta$  используют различные значения длин волн (табл. 1) –  $\lambda_{\alpha 1}$ ,  $\lambda_{\alpha 2}$  и взвешенное значение  $\lambda_{\alpha}$ :

$$\lambda_{\alpha} = \frac{(2\lambda_{\alpha 1} + \lambda_{\alpha 2})}{3} \quad (6).$$

В малоугловой области ( $\theta < 20^\circ$ ) рефлексы от  $\lambda_{\alpha 1}$  и  $\lambda_{\alpha 2}$  сливаются настолько, что наблюдается один, практически симметричный, пик от  $\lambda_{\alpha}$ . Под большими углами отражения ( $\theta \approx 20 \div 30^\circ$ ) с левой стороны пика появляется “подпорка” – компонента от  $\lambda_{\alpha 2}$ . Но разрешение еще недостаточно для раздельного измерения пиков от  $\lambda_{\alpha 1}$  и  $\lambda_{\alpha 2}$ , поэтому и в этой области используют значение  $\lambda_{\alpha}$ . При дальнейшем увеличении угла отражения ( $\theta \approx 30 \div 40^\circ$ ) появляется возможность измерения пиков от  $\lambda_{\alpha 1}$  и  $\lambda_{\alpha 2}$ , а затем ( $\theta > 40^\circ$ ) – от  $\lambda_{\alpha 1}$  и  $\lambda_{\alpha 2}$ . В последнем случае более точные результаты дает более интенсивный пик от  $\lambda_{\alpha 1}$ , а измерения  $\lambda_{\alpha}$  теряют смысл (середины между пиками от  $\lambda_{\alpha 1}$  и  $\lambda_{\alpha 2}$  отвечает значению  $\lambda = (\lambda_{\alpha 1} + \lambda_{\alpha 2})/2$ , а не принятому в таблицах межплоскостных расстояний значению  $\lambda_{\alpha} = (2\lambda_{\alpha 1} + \lambda_{\alpha 2})/3$ ).

## § 4. Индексирование порошковых дифрактограмм кристаллов кубической сингонии

**4.1. Расчет межплоскостных расстояний и определение вещества.** После определения углов дифракции, интенсивности пиков и выделения рефлексов, полученных от  $K_{\alpha}$ -излучения, по уравнению Брэгга-Вульфа (2) рассчитываются межплоскостные расстояния  $d$ . Из полученного списка межплоскостных расстояний выделяют три значения  $d$  с наибольшей интенсивностью и сравнивают с табличными данными. Найдя в таблицах вещество, у которого наиболее интенсивные линии совпадают с экспериментальными значениями, сверяют весь список межплоскостных расстояний. Если различия между табличными и экспериментальными значениями не превышают ошибки эксперимента, то задачу можно считать выполненной, а исследуемое вещество определенным.

**4.2. Оценка ошибки в определении межплоскостных расстояний.** Точность определения  $d$  зависит от точности нахождения угла дифракции  $\theta$  ( $\Delta\theta$ ), и при прочих равных условиях тем меньше, чем больше угол  $\theta$ . Поэтому ошибка определения межплоскостных расстояний будет иметь различные значения в зависимости от величины угла дифракции. При стандартных измерениях можно принять, что во всем диапазоне углов  $\Delta\theta \cong \pm 0,05^\circ$  и при выполнении этой работы достаточно выполнения следующих условий:

- а) для  $d > 1,5 \text{ \AA}$ ,  $\Delta d \cong \pm 0,02 \text{ \AA}$ ;
- б) для  $d < 1,5 \text{ \AA}$ ,  $\Delta d \cong \pm 0,01 \text{ \AA}$ .

**4.3. Нахождение индексов плоскости (индексирование) дифрактограмм.** Во многих случаях недостаточно знать только межплоскостные расстояния и необходимо, кроме этого, установить тип решетки и ее параметры. В общем случае установление типа и параметров решетки – дело довольно сложное и обойтись одним методом Дебая-Шеррера бывает зачастую невозможно. Однако в отдельных случаях, когда решетки принадлежат к кубической, тетрагональной или гексагональной сингониям, этот вопрос удается решить методом порошка (правда, для гексагональной и тетрагональной систем не всегда однозначно). Рассмотрим один из способов индексирования кристаллов кубической сингонии.

Связь между межплоскостным расстоянием  $d_{hkl}$  и параметрами ячейки называется *квадратичной формой*. Для кубической решетки связь между параметром решетки –  $a$ , межплоскостными расстояниями и индексами плоскостей ( $hkl$ ) описывается следующей квадратичной формой:

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} \quad (7).$$

Отсюда следует, что для определения параметров кубической решетки необходимо знать индексы плоскостей, участвовавших в рассеянии рентгеновских лучей, то есть *проецировать* дифрактограмму.

Исходя из условия Брэгга-Вульфа (2) и формулы (7) для каждого рефлекса можно записать:

$$\begin{aligned} \sin^2 \theta_1 &= \left( \frac{\lambda^2}{4a^2} \right) (h_1^2 + k_1^2 + l_1^2) \\ \sin^2 \theta_2 &= \left( \frac{\lambda^2}{4a^2} \right) (h_2^2 + k_2^2 + l_2^2) \\ \sin^2 \theta_3 &= \left( \frac{\lambda^2}{4a^2} \right) (h_3^2 + k_3^2 + l_3^2) \cdot \\ &\dots\dots\dots \\ \sin^2 \theta_m &= \left( \frac{\lambda^2}{4a^2} \right) (h_m^2 + k_m^2 + l_m^2) \end{aligned} \quad (8)$$

Или, исключая  $(\lambda^2/4a^2)$ , имеем  $\sin^2 \theta_1 : \sin^2 \theta_2 : \sin^2 \theta_3 : \dots : \sin^2 \theta_m = (h_1^2 + k_1^2 + l_1^2) : (h_2^2 + k_2^2 + l_2^2) : (h_3^2 + k_3^2 + l_3^2) : \dots : (h_m^2 + k_m^2 + l_m^2)$ . Но индексы  $h, k, l$  – целые числа, а раз так, то и в левой части этого равенства должно получиться отношение целых чисел. Следовательно, необходимо вычислить  $\sin^2 \theta$  для всех линий и получить ряд:

$$\frac{\sin^2 \theta_1}{\sin^2 \theta_1} : \frac{\sin^2 \theta_2}{\sin^2 \theta_1} : \frac{\sin^2 \theta_3}{\sin^2 \theta_1} : \frac{\sin^2 \theta_m}{\sin^2 \theta_1} \dots = 1 : p : q : \dots : w. \quad (9)$$

В кубической сингонии возможны три типа решеток Браве (рис. 1):  $P$  – примитивная,  $I$  – объемноцентрированная (ОЦК),  $F$  – гранецентрированная (ГЦК). Поэтому, в зависимости от типа решетки возможны три варианта отношения (9).

Первое соотношение возможно при отражении от всех атомных плоскостей  $P$ -решетки:

$$1 : p : q : \dots : w = 1 : 2 : 3 : 4 : 5 : 6 : 8 : \dots, \quad (10)$$

кроме чисел 7, 15 и некоторых других.

Второй ряд отношений возможен при отражении от атомных плоскостей  $I$ -решетки:

$$1 : p : q : \dots : w = 1 : 2 : 3 : 4 : 5 : 6 : 7 : 8 : \dots, \quad (11)$$

исключая числа 14, 30 и т.д. Внимательно просмотрев такой ряд отношений, нетрудно заметить, что для чисел 7, 15 и некоторых других невозможно найти сумму квадратов трех целых чисел. Поэтому умножают числа ряда на 2, то есть получают новый ряд  $2 : 4 : 6 : 8 : 10 : \dots$ . Умножение на 2 равносильно предположению, что первый рефлекс на дифрактограмме получен в результате рассеяния рентгеновских лучей от атомной плоскости с индексами (011). Здесь уже любое число может быть представлено как сумма квадратов трех целых чисел.

Третий ряд отношений возможен при отражении от атомных плоскостей  $F$ -решетки:

$$1 : n : m : \dots = 1 : 1,33 : 2,66 : 3,66 : 4 : \dots \quad (12)$$

В этом ряду лишь некоторые числа являются целыми, поэтому подыскиваем им такой множитель, чтобы все числа в отношении (12) превратились бы в целые. Таким множителем является 3. Само собой разумеется, что точно целых чисел не получится, но с учетом округления этот ряд после умножения на 3 можно рассматривать как отношение  $3 : 4 : 8 : 11 : 12 : \dots$ . Это равносиль-

но предположению, что первый рефлекс на дифрактограмме получен от атомной плоскости с индексами (111).

Теперь любое число в отношениях (10-12) можно представить как сумму квадратов трех целых чисел, которые и будут искомыми индексами плоскостей. Например,

$$\begin{aligned} 1 &= 0^2 + 0^2 + 1^2 & \rightarrow & (001); & 2 &= 0^2 + 1^2 + 1^2 & \rightarrow & (011); \\ 3 &= 1^2 + 1^2 + 1^2 & \rightarrow & (111); & 4 &= 0^2 + 0^2 + 2^2 & \rightarrow & (002). \end{aligned}$$

**4.4. Определение параметра решетки.** Параметр (период, постоянная) решетки вычисляется по каждому рефлексу согласно формуле (7), затем берется среднее арифметическое  $a_0$ , которое и считается найденным периодом решетки. Точность определения параметра решетки ( $\Delta a$ ) можно оценить по формуле:

$$\Delta a = \sqrt{\sum_{i=1}^n \frac{(a_i - a_0)^2}{n(n-1)}}, \quad (3)$$

где  $n$  – число рефлексов,  $i$  – номер линии.

**4.5. Определение типа решетки Бравэ.** В этом пункте приведем без вывода правила для определения типа решетки Бравэ кристаллов кубической сингонии:

1. Если сумма индексов каждой отдельно взятой плоскости число четное, то есть  $h + k + l = 2n$ , то решетка объемноцентрированная ( $I$ -решетка).
2. Если индексы каждой отдельно взятой плоскости представляют собой числа с одинаковой четностью (ноль – четное число), то решетка гранецентрированная ( $F$ -решетка).
3. Неподчинение двум первым правилам означает, что решетка примитивная.

В рентгеноструктурном анализе эти правила, сформулированные для всех типов кристаллических решеток всех типов, называют *правилами погасания*.

## § 5. Практическая часть

Получить от преподавателя или инженера вещество неизвестного состава. Тщательно растереть исследуемый порошок в ступке; приготовить образец; снять дифрактограмму и расшифровать ее; разделить рефлексы, полученные от  $K\alpha$ - и  $K\beta$ - излучений; определить вещество, используя таблицы межплоскостных расстояний (см. «Рентгеноструктурный анализ поликристаллов. Часть III.»); найти индексы плоскостей, тип решетки Браве и рассчитать параметр элементарной ячейки кристалла.

Для облегчения расчетов рекомендуется заносить исходные данные, результаты расчетов в таблицу единой формы, и заполнять ее последовательно по столбцам (табл. 2).

Таблица 1

№ п/п	Отн. инт. $I, (\%)$	$\theta, ^\circ$	$\sin \theta$	$\alpha(\beta)$	$d_{hkl}, \text{Å}$	Табл. знач. $d_{hkl}, \text{Å}$	Табл. знач. $I, (\%)$	$\sin^2 \theta$	$\frac{\sin^2 \theta_i}{\sin^2 \theta_1}$	$h, k, l$	$a, \text{Å}$
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12

### 5.1. Замечания по технике безопасности

Этот рентгеновский аппарат выполнен по всем правилам дизайнера рентгеновской аппаратуры, это полностью защищенное устройство для учебного использования, этот аппарат одобрен для использования в школах Германии.

Встроенные защитные и экранированные приспособления уменьшают мощность дозы вне рентгеновского аппарата до  $1 \mu\text{Sv/ч}$ , которая имеет порядок величины естественного фона.

- Перед вводом в эксплуатацию рентгеновского аппарата, проверьте, нет ли повреждений его конструкции;
- Не допускайте посторонних лиц к рентгеновскому аппарату;
- Перед включением высокого напряжения, проверьте, работает ли вентилятор, охлаждающий рентгеновскую трубку; не допускайте перегрева трубки;
- Более подробную информацию смотрите в инструкции рентгеновского аппарата.

## 5.2. Экспериментальная установка

Рентгеновский аппарат марки LD Didactic, рентгеновская трубка с медным анодом, гониометр, торцевой счетчик ионизирующего излучения с кабелем, кюветка для образца, шпатель, пестик длиной 100 мм, фарфоровая ступка, ноутбук.



Рисунок 1. Экспериментальная камера.

## 5.3. Подготовительные работы

- Установите гониометр в экспериментальную камеру. Установите гониометр в крайнее левое положение и используйте всю длину крепления датчика (см. рисунок 1);




- Установите никелевый фильтр на коллиматор для монохроматизации рентгеновского излучения. Фильтр должен быть установлен на левой стороне коллиматора, лицом к трубке, а не на правой стороне, что приведет к возникновению в экспериментальной камере широкого рассеянного излучения;
- Для приготовления образца используйте ступку и пестик. Соль тщательно растирается в ступке до мелкозернистого однородного вещества;
- Не готовьте много порошка за один раз, так как это займет много времени;

*Примечание: Плохо растертое вещество может дать дифрактограмму, на которой интенсивности линий будут совершенно отличаться от интенсивностей для поликристаллического образца; также может произойти сдвиг максимума рефлекса, что затруднит определение параметров элементарной ячейки и увеличит экспериментальную ошибку.*

- Кюветка состоит из прочной алюминиевой рамки и пластинки. Положите рамку на пластинку, заполните порошком полученное углубление. Установите кюветку на экспериментальный столик и зафиксируйте.

#### 5.4. Проведение эксперимента

- Подключите рентгеновский аппарат к ноутбуку через USB кабель;
- Включите рентгеновский аппарат, кнопка включения с левой стороны аппарата;
- Включите ноутбук, зайдите под пользователем Студент и запустите программу

X-ray Apparatus  с рабочего стола;

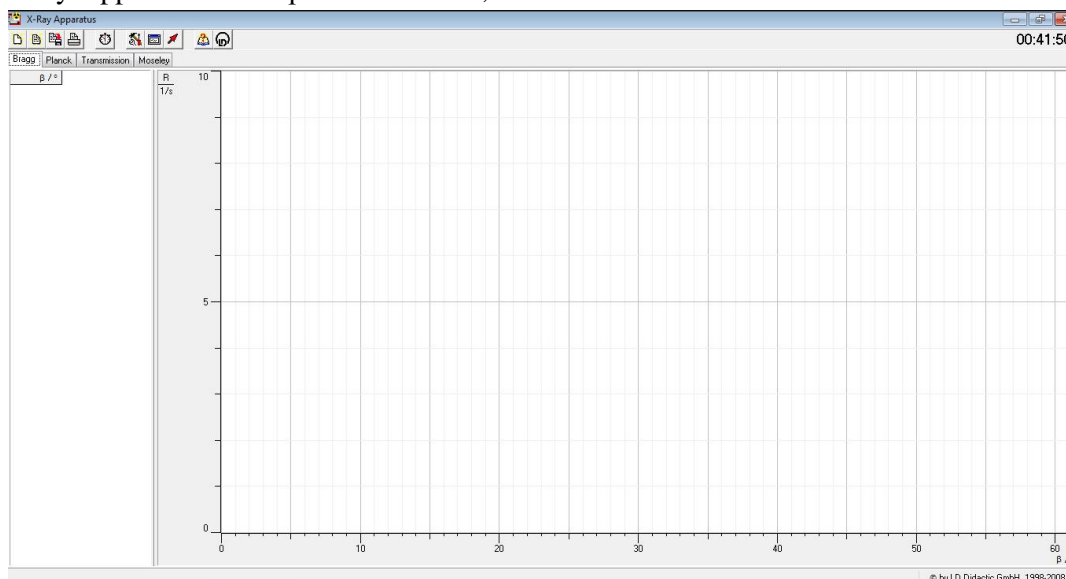



Рисунок 2. Интерфейс X-Ray Apparatus

- В программе X-ray Apparatus кнопкой  вызовите меню настроек;
- Укажите в меню настроек следующие параметры (см. рисунок 2)  
Goniometer → Coupled  
Parameter →  $U = 35 \text{ kV}$ ,  $I = 1 \text{ mA}$ ,  $\beta_{\min} = 10^0$ ,  $\beta_{\max} = 40^0$ ,  $\Delta\beta = 0.1^0$ ,  $\Delta t = 5 \text{ s}$   
Не закрывайте меню настроек

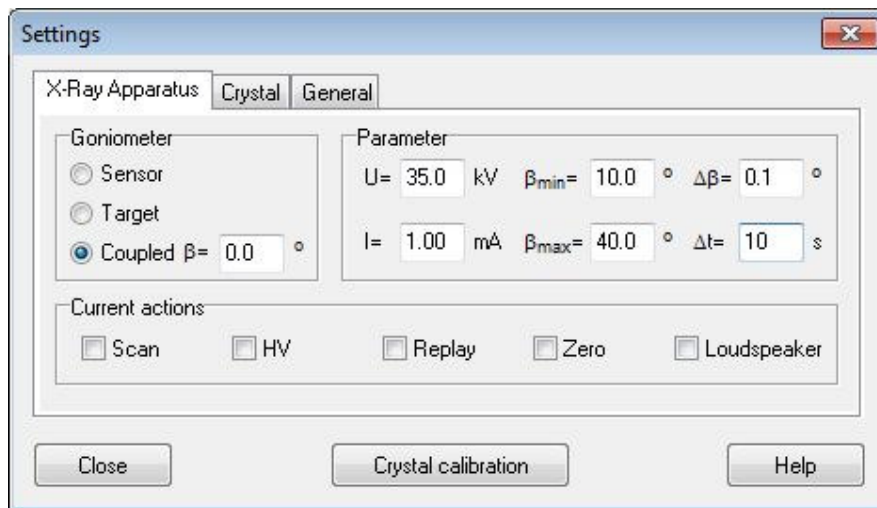



Рисунок 2. Меню настроек

- Запустите запись спектра, нажав кнопку автоматического сканирования Scan в меню настроек;
- Сохраните  полученный спектр

### Контрольные вопросы

1. Пространственная решетка, кристаллографические сингонии, элементарная ячейка и ее виды.
2. Кристаллографические индексы плоскостей, межплоскостное расстояние.
3. Условие дифракции рентгеновских лучей.
4. Методы приготовления образцов для дифрактометрических исследований.
5. Способы определения угла дифракции.
6. Способы определения интенсивности дифракционных максимумов.
7. Разделение рефлексов, полученных от  $K_{\alpha}$  и  $K_{\beta}$ -излучения.
8. Связь между параметрами ячейки и межплоскостным расстоянием – квадратичные формы.
9. Методика индирования дифрактограмм поликристаллов кубической сингонии.
10. Правила определения типа решетки Бравэ кристаллов кубической сингонии.