

сти (hkl) основано на выведении образца в отражающее положение (hkl) при неподвижном счетчике, установленном под углом, соответствующем 2θ . Поскольку поворот вокруг любой оси может быть сведен к поворотам вокруг любых двух взаимно перпендикулярных осей, можно выводить кристалл в отражающее положение, вращая его вокруг оси, нормальной к плоскости среза I, и вокруг вертикальной оси гониометра II; при каждом фиксированном положении кристалла относительно одной оси он должен совершить полный оборот относительно другой. Обычно скорость вращения вокруг оси I велика, а скорость вращения вокруг оси II значительно меньше (повороты осуществляют вручную). При таком положении образца, когда нужная плоскость выйдет в отражающее положение, счетчик зафиксирует дифрагированный луч максимальной интенсивности. Нормаль к плоскости (hkl) при этом будет лежать в одной плоскости с лучами падающим и отраженным (в горизонтальной плоскости), а угол отклонения β будет равен разности теоретического угла θ и фактического угла θ в отражающем положении hkl , определяемого как половина угла между направлением падающего луча и плоскостью среза. Обычно измерения проводят при движении образца в двух направлениях — от меньших углов к большим и от больших к меньшим,

а в качестве угла отклонения берут среднее значение β . Точность определения ориентировки может быть доведена до $2-5'$.

Контрольные вопросы

1. Какие задачи позволяет решать метод Лауэ, какой спектр рентгеновского излучения при этом используется?

2. Почему дифракционным максимумам (пятнам, рефлексам) на лауэграмме не могут быть приписаны определенные индексы интерференции HKL ?

3. Каковы закономерности в расположении пятен (рефлексов), отраженных от плоскости одной зоны в зависимости от угла между осью зоны и направлением первичного рентгеновского луча?

4. Чем отличается гномостереографическая проекция плоскости от ее стереографической проекции?

5. Если кристалл, у которого ось зоны наклонена на угол ϕ относительно оси проекций, повернуть так, чтобы ось зоны заняла вертикальное положение, где окажутся ее стереографическая проекция и гномостереографические проекции плоскостей этой зоны?

6. Оси зон $[111]$ и $[211]$. Напишите индексы нескольких плоскостей, входящих в каждую из этих зон, и индексы плоскости, принадлежащей обеим зонам. Чем характеризуется расположение на лауэграмме рефлекса от этой плоскости?

РАБОТА 11. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЕРИОДОВ ИДЕНТИЧНОСТИ И ТИПА РЕШЕТКИ БРАВЭ ПО РЕНТГЕНОГРАММЕ ВРАЩЕНИЯ МОНОКРИСТАЛЛА

Цель работы: приобрести навыки выбора условий съемки и анализа рентгенограмм вращения монокристаллов, определения по ним периодов идентичности и типа решетки Бравэ.

Введение

В методе вращающегося монокристалла при использовании монохроматического (характеристического) излучения выполнение условия Вульфа—Брэгга происходит последовательно для разных семейств плоскостей именно в ходе вращения кристалла, т. е. при непрерывном изменении угла падения (скольжения) рентгеновского луча по отношению к этим плоскостям кристалла. Выбор отражающих плоскостей определяется их ориентацией по отношению к оси вращения кристалла и в соответствии с уравнением Вульфа—Брэгга — величиной межплоскостного расстояния. Обычно ось вращения выбирается вдоль одного из кристаллографических направлений с малыми индексами (главные направления). Вместо полного вращения иногда

используют качания кристалла (т. е. неполное вращение).

Для съемки рентгенограмм вращения или качания используется описанная выше камера РКВ (рис. 2.2), которая снабжена гониометрической головкой и кассетами двух типов: двумя плоскими и одной цилиндрической. Ось цилиндрической кассеты совпадает с вертикальной осью гониометрической головки, которая является осью вращения кристалла. Предварительно определяют ориентировку кристалла по лауэграмме или эпиграмме, снятой на плоскую пленку. Затем кристалл ориентируют с помощью гониометрической головки так, чтобы выбранное кристаллографическое направление совпадало с осью вращения, а плоскую кассету заменяют цилиндрической. Съемку ведут по схеме, представленной на рис. 11.1. В результате съемки получают рентгенограмму вращения, вид которой представлен на рис. 11.2. Рефлексы на рентгенограмме располагаются вдоль параллельных прямых, называемых *слоевыми линиями*. Линия, проходящая через след

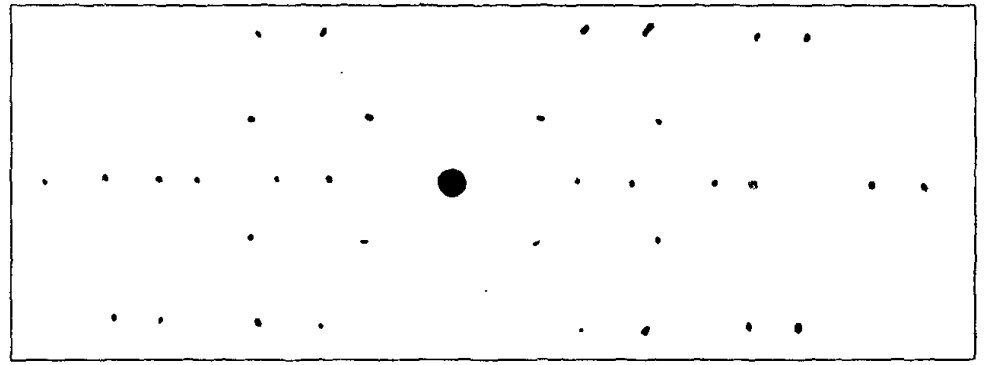
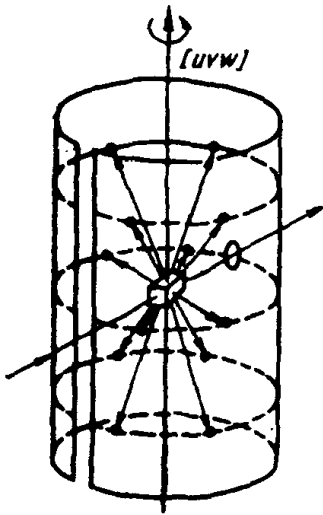


Рис. 11.1. Схема съемки вращающегося кристалла вокруг оси $[uvw]$ на цилиндрическую пленку

Рис. 11.2. Рентгенограмма вращения кристалла NaCl вокруг оси $[001]$. Излучение CoK_α

первичного луча, называется нулевой, следующая слоевая линия сверху — плюс первой, снизу — минус первой и т. д. Слоевые линии перпендикулярны оси вращения и симметричны относительно нулевой слоевой линии. Эти слоевые линии называются слоевыми линиями *первого (I) рода*. В случае ортогональной обратной решетки рефлексы располагаются на вертикальных линиях сложного профиля (см. ниже), пересекающих слоевые линии первого рода. Эти линии называются слоевыми линиями *второго (II) рода*. Происхождение слоевых линий I и II рода становится понятным при использовании представлений об обратной решетке (см. Приложение б) и сфере распространения или «отражения» (сфера радиусом $1/\lambda$). Эти же представления облегчают индентирование рентгенограмм. На рис. 11.3, а представлены две соседних узловых плоскости об-

ратной решетки, перпендикулярные оси вращения кристалла $[uvw]$. В общем случае можно представить ряд плоскостей обратной решетки, перпендикулярных оси вращения $[uvw]$ с периодом идентичности $I_{uvw} = u\bar{a} + v\bar{b} + w\bar{c}$ в обратном пространстве вектору кристалла I_{uvw} соответствуют плоскости, для которых межплоскостное расстояние $d^*_{uvw} = |1/I_{uvw}|$; при достаточно малых значениях d^* или достаточно больших значениях радиуса сферы Эвальда ($1/\lambda$) рентгенограмма будет содержать ряд симметричных слоевых линий. Точка 0 — начало координат обратной решетки. Через эту точку проведена сфера распространения радиусом $1/\lambda$, центр которой $0'$ означает положение кристалла; вектор $0' \rightarrow 0$ — вектор первичного рентгеновского луча, $\left(\frac{k^0}{\lambda}\right)$ на-

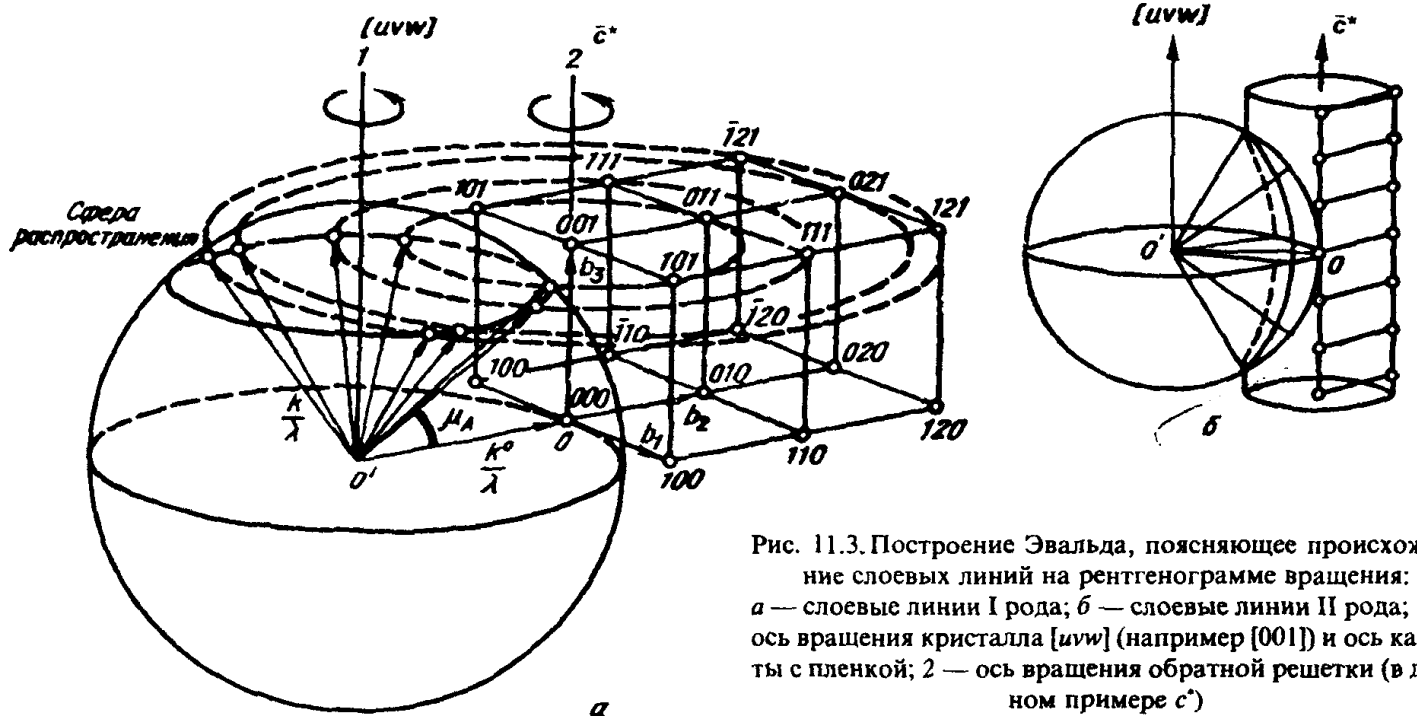


Рис. 11.3. Построение Эвальда, поясняющее происхождение слоевых линий на рентгенограмме вращения: а — слоевые линии I рода; б — слоевые линии II рода; 1 — ось вращения кристалла $[uvw]$ (например $[001]$) и ось кассеты с пленкой; 2 — ось вращения обратной решетки (в данном примере c^*)

правлен в точку 0. Отраженные лучи вектора $\frac{k}{\lambda}$, выходящие из точки 0', направлены в те узлы обратной решетки, которые попадают на сферу распространения при вращении обратной решетки вокруг направления оси z. В момент пересечения указанной сферы и «вспыхивает» отраженный луч.

Рефлексы на слоевых линиях I рода являются таким образом для решетки данного типа следами пересечения сферы распространения «разрешенными» узлами обратной решетки, лежащими на соответствующей плоскости обратной решетки, перпендикулярной оси вращения [uvw], спроектированными отраженными лучами на рентгеновскую пленку (рис. 11.3, а).

Узлы обратной решетки, равноудаленные от оси вращения (в данном примере c^*) обратной решетки, образуют ряды, параллельные оси вращения. При вращении эти ряды образуют кольца, лежащие на поверхности цилиндров. Пересечения колец со сферой распространения образуют линии сложного профиля. Проекция этих линий отраженными лучами на рентгеновскую пленку и дают слоевые линии II рода (рис. 11.3, б).

Индексы интерференции рефлексов (HKL), располагающихся на n-й слоевой линии I рода, связаны с индексами оси вращения [uvw] уравнением

$$Hu + Kv + Lw = n. \quad (11.1)$$

- Если ось вращения будет [001], то для нулевой слоевой линии $L = 0$;
 для первой слоевой линии $L = 1$,
 [110] — для нулевой слоевой линии $H + K = 0$;
 для первой слоевой линии $H + K = 1$;
 [111] — для нулевой слоевой линии $H + K + L = 0$;
 для первой слоевой линии $H + K + L = 1$ и т. д.

Для сложных решеток Бравэ при определении возможных индексов отражения необходимо учитывать правила погасания (см. работу 7).

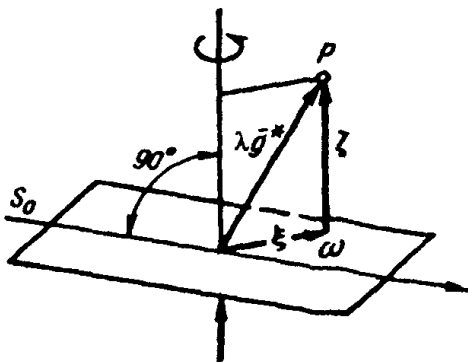


Рис. 11.4. Цилиндрические координаты радиус-вектора обратной решетки g_{HKL} .

В связи с тем, что рентгенограммы вращения снимаются на цилиндрическую пленку, вектор обратной решетки \bar{g}_{HKL} выражают через цилиндрические координаты (рис. 11.4):

$$\lambda \bar{g}_{HKL} = \xi + \zeta, \quad (11.2)$$

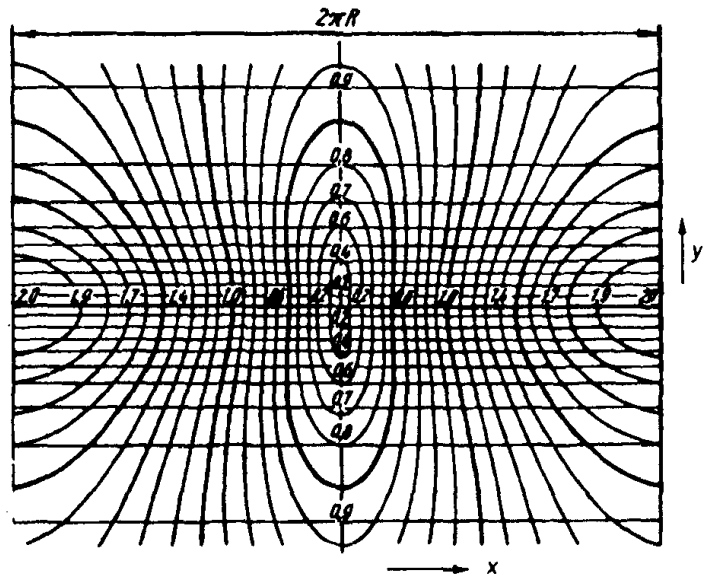


Рис. 11.5. Сетка для измерения цилиндрических координат ξ и ζ на рентгенограмме вращения (сетка Бернала)

где ξ — горизонтальная, а ζ — вертикальная проекции вектора \bar{g}_{HKL} .

Для определения этих координат используют сетку, предложенную Берналом. Эта сетка (рис. 11.5) представляет собой две системы линий, соответствующих постоянным значениям ξ и ζ и проведенным через каждую десятую долю масштаба обратной решетки при определенном радиусе цилиндрической пленки. Значение ζ изменяется от -1 до $+1$, т. е. в пределах изменения диаметра сферы распространения; значение ξ изменяется от -2 до $+2$, т. е. в пределах удвоенного диаметра сферы распространения. Для удобства пользования сетка наносится на прозрачную основу.

Если использовать декартовы координаты — горизонтальную ось x и вертикальную y для рентгенограммы, развернутой на плоскость, то их связь с цилиндрическими координатами имеет вид:

вертикальная $\zeta = 0$ для нулевой слоевой линии;
 горизонтальная — для нулевой слоевой линии

$$\xi = \sqrt{2(1 - \cos \frac{360}{2\pi R})} x.$$

Вертикальная — в общем положении

$$\zeta = \frac{y}{\sqrt{R^2 + y^2}};$$

горизонтальная — в общем положении

$$\xi = \sqrt{\frac{2 + \zeta^2 - 2\sqrt{1 - \zeta^2} \cos \frac{360}{2\pi R}}{1 + \zeta^2}} x,$$

где R — радиус цилиндра, по которому укладывается пленка; обычно $D_x = 2R_x = 57,3$ или 86 мм.

Система трансляций — решетка Бравэ определяется по отношению периодов идентичности вдоль направлений $[001]$, $[110]$, $[111]$.

Период идентичности — это трансляционный вектор, т. е. минимальное расстояние вдоль определенного кристаллографического направления, при смещении на которое бесконечная решетка совмещается сама с собой.

Период идентичности вдоль оси вращения $[uvw]$ определяется из координаты ζ слоевой линии:

$$I_{[uvw]} = n\lambda\zeta. \quad (11.3)$$

Периоды идентичности в направлении координатных осей $x = [100]$, $y = [010]$ и $z = [001]$ представляют собой периоды решетки.

Значения периодов идентичности для кубической сингонии приведены в табл. 11.1.

Таблица 11.1. Периоды идентичности для разных решеток Бравэ

Ячейка Бравэ	I_{001}	I_{110}	I_{111}
P (примитивная)	a	$a\sqrt{2}$	$a\sqrt{3}$
I (ОЦК)	a	$a\sqrt{2}$	$a\sqrt{3}/2$
F (ГЦК)	a	$a\sqrt{2}/2$	$a\sqrt{3}$

Как следует из этой таблицы, для однозначного определения системы трансляций достаточно знать значения периодов идентичности в направлениях $[110]$ и $[111]$. Их отношение будет однозначно определять тип ячейки Бравэ. Так, для ячейки F (ГЦК)

$$\text{отношение } I_{110}/I_{111} = a\sqrt{2}/(2a\sqrt{3}) = 1/(\sqrt{2} \cdot \sqrt{3}) = 1/\sqrt{6},$$

$$\text{а для ячейки } I \text{ (ОЦК) отношение } I_{110}/I_{111} = a\sqrt{2} \cdot 2 / (a\sqrt{3}) = 2\sqrt{2}/\sqrt{3}. \quad (11.4)$$

В общем случае размеры ячейки могут быть определены по трем рентгенограммам, снятым при вращении кристалла вокруг координатных осей кристалла. Размеры ячейки (периоды решетки) кубической сингонии определяются по одной рентгенограмме вращения, вокруг любой из трех ортогональных осей. После определения размеров ячейки

находят число структурных единиц (атомов, ионов, молекул), приходящихся на одну элементарную ячейку. Для этого используют зависимость

$$n = V\rho/(A \cdot 1,65 \cdot 10^{-24}), \quad (11.5)$$

где V — объем элементарной ячейки; ρ — плотность исследуемого вещества; A — атомная (молекулярная) масса исследуемого вещества; n — число структурных единиц на элементарную ячейку.

Далее для определения дифракционной группы и решетки Бравэ необходимо найти индексы интерференции рефлексов. Для облегчения решения этой задачи используются, как правило, рентгенограммы, снятые при вращении кристалла вокруг координатных осей ($[100]$, $[010]$, $[001]$). В этих случаях, как следует из уравнения слоевой линии (11.1), один из индексов интерференции равен номеру слоевой линии, на которой расположен данный рефлекс. Так, если ось вращения $[100]$, то $H = n$, если ось вращения $[001]$, то $L = n$ и т. д.

Индексирование осуществляется графическим методом. Для этого строится одна (нулевая) узловая плоскость обратной решетки, перпендикулярная оси вращения кристалла. Для ее построения используется ортогональная система координат. Это значит, что не только ось вращения $[uvw]$ должна составлять прямой угол с абсциссой $[H_1 K_1 L_1]^*$ и ординатой $[H_1 K_1 L_1]^*$ узловой плоскости обратной решетки, но и между ними желательно, чтобы угол был равен 90° , т. е. должны выполняться следующие соотношения:

$$\begin{aligned} [H_1 u + K_1 v + L_1 w] &= 0; \\ [H_2 u + K_2 v + L_2 w] &= 0; \\ [H_1 H_2 + K_1 K_2 + L_1 L_2] &= 0; \end{aligned} \quad (11.6)$$

Отсюда следует, что для оси вращения $[001]$ абсциссой будет $[100]$, ординатой $[010]$; для оси вращения $[110]$ соответственно — $[101]$ и $[001]$; для оси вращения $[111]$ — соответственно $[110]$ и $[112]$ (рис. 11.6—11.8). В некоторых случаях при выборе координатных осей узловой плоскости обратной решетки целесообразно отказаться от условия ортогональности между ними. Так, при оси вращения $[111]$ за направления координатных осей можно взять направления $[110]$ и $[101]$ (рис. 11.8). В этом случае угол между координатными осями определяется по формуле

$$\cos \alpha = \frac{H_1 H_2 + K_1 K_2 + L_1 L_2}{\sqrt{H_1^2 + K_1^2 + L_1^2} \sqrt{H_2^2 + K_2^2 + L_2^2}}. \quad (11.7)$$

Для координатных осей $[110]$ и $[101]$ угол $\alpha = 60^\circ$ (рис. 11.9).

Вдоль абсциссы и ординаты откладываются значения вектора обратной решетки $|g_{hkl}|$ для данного

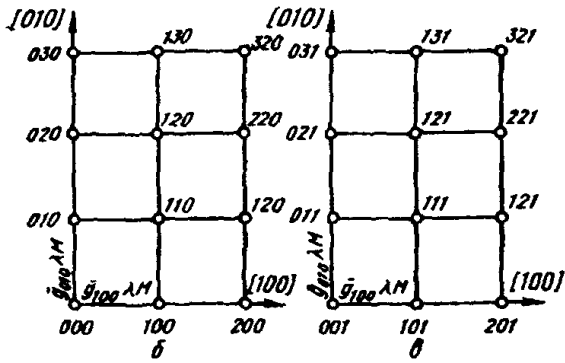
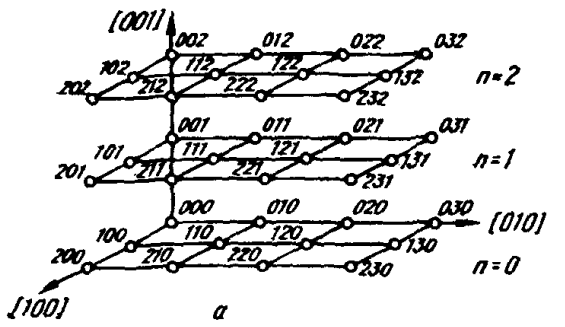


Рис. 11.6

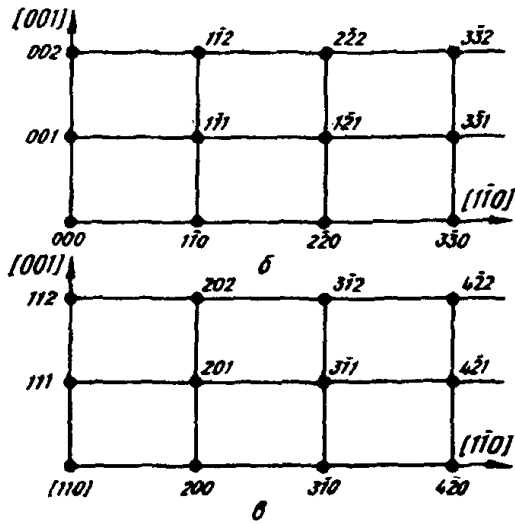
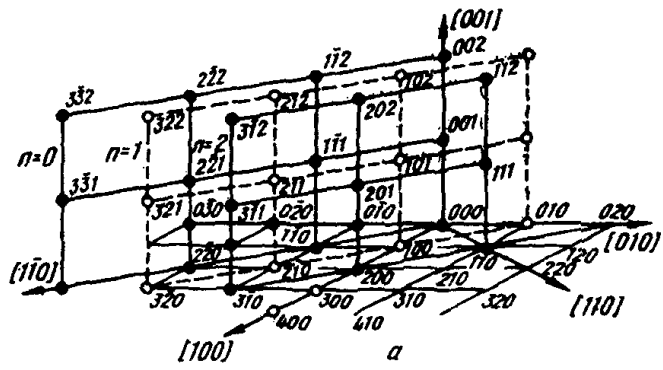


Рис. 11.7

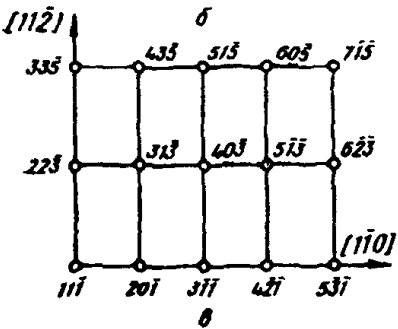
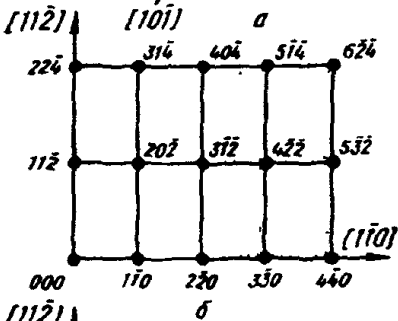
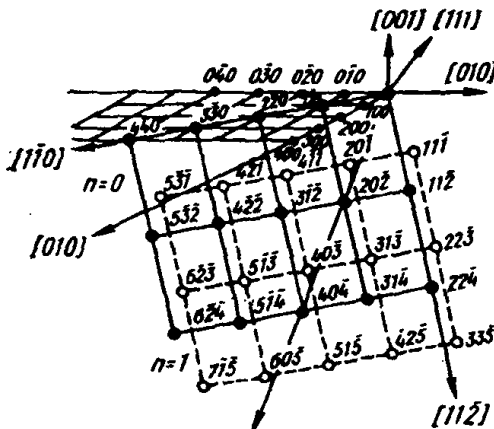


Рис. 11.8

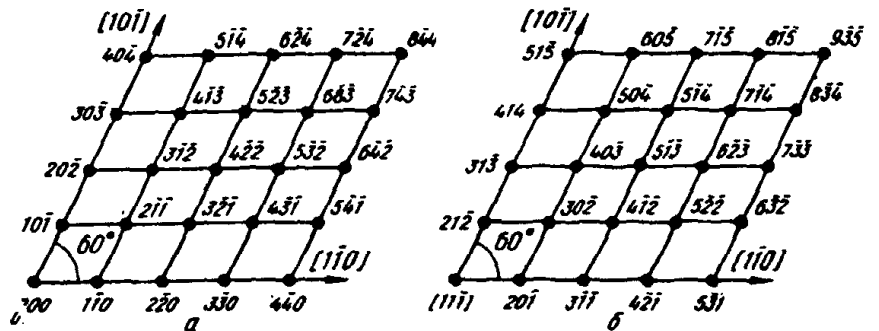


Рис. 11.9

Рис. 11.6. Выбор узловых плоскостей обратной решетки для индирования рентгенограммы вращения (ось вращения $[001]$):
 а — выбор координатных осей узловой плоскости; б — нулевая узловая сетка, $n = 0$; в — первая узловая сетка, $n = 1$
 Рис. 11.7. Выбор узловых плоскостей обратной решетки для индирования рентгенограмм вращения (ось вращения $[110]$):
 а — выбор координатных осей узловой плоскости; б — нулевая узловая плоскость, $n = 0$, в — вторая узловая плоскость, $n = 2$
 Рис. 11.8. Выбор узловых плоскостей обратной решетки для индирования рентгенограмм вращения (ось вращения $[111]$):
 а — выбор координатных осей узловой плоскости; б — нулевая узловая плоскость, $n = 0$; в — первая узловая плоскость, $n = 1$
 Рис. 11.9. Вид узловых плоскостей для оси вращения $[111]$ и для угла $\alpha = 60^\circ$ между координатными осями:
 а — нулевая узловая плоскость, $n = 0$, б — первая узловая плоскость, $n = 1$.

направления $[HKL]^*$, умноженного на длину волны рентгеновского излучения и масштабный множитель M (например, 50 или 100).

Для определения значения $|\bar{g}_{hkl}|$ надо знать периоды решетки кристалла. В этом случае для кубической решетки имеем

$$|\bar{g}_{hkl}| = \sqrt{H^2 + K^2 + L^2} / a. \quad (11.8)$$

Для других сингоний соотношения между \bar{a} , \bar{b} , \bar{c} , и α , β , γ и \bar{a}^* , \bar{b}^* , \bar{c}^* , α^* , β^* , γ^* приведены в Приложении 2.

Индексы узлов в поле между осями определяются как почленная сумма индексов узлов на координатных осях $[H_1K_1L_1]^*$ и $[H_2K_2L_2]^*$. Если возникает необходимость в индцировании рефлексов, расположенных на первой, второй и т. д. слоевых плоскостях, то для этого используется нулевая узловая плоскость обратной решетки, к индексам узлов которой прибавляются индексы начального узла n -й узловой плоскости обратной решетки (с учетом знака индексов). Так, индексами начального узла n -й слоевой плоскости будут следующие:

а) для оси вращения $[001]$: $n = 1 \rightarrow (001)$, $n = 2 \rightarrow (002)$;

б) для оси вращения $[110]$: $n = 1 \rightarrow (010)$, $n = 2 \rightarrow (110)$, $n = 3 \rightarrow (120)$;

в) для оси вращения $[111]$: $n = 1 \rightarrow (111)$, $n = 2 \rightarrow (020)$, $n = 3 \rightarrow (111)$.

Примеры построения узловых плоскостей обратной решетки для различных осей вращения представлены на рис. 11.6—11.9.

Такое определение индексов интерференции справедливо только для примитивной ячейки. В случае сложных ячеек при определении индексов интерференции следует учитывать правило погасания.

Как следует из рис. 11.7, для оси вращения $[110]$ все узлы первой узловой плоскости имеют индексы разной четности. Поэтому они не могут отражать рентгеновские лучи, если кристалл имеет ГЦК решетку. Поэтому на рентгенограмме вращения от такого кристалла рефлексy, лежащие на ближайшей к нулевой слоевой линии, следует рассматривать как отражения от узлов второй узловой плоскости обратной решетки ($n = 2$).

После того, как построены узловыe сетки обратной решетки, индексы рефлексов, расположенные на одной слоевой линии, определяются следующим образом.

Из начала узловой сетки, как из центра, циркулем проводится дуга радиусом $\xi \cdot M$. Индексы узла, через который прошла дуга, приписываются соот-

ветствующему рефлексу слоевой линии. Так индцируются все рефлексy нулевой слоевой линии. Затем переходят к индцированию рефлексов следующей слоевой линии. Правильность индцирования проверяется по уравнению слоевой линии и правилу погасания.

Зная индексы интерференции, как отмечалось выше, можно определить дифракционную группу.

Выбор пространственной группы из дифракционной группы можно сделать, если проанализировать интенсивность интерференционных максимумов и построить распределение электронной плотности.

Анализируя индексы интерференции, следует иметь в виду, что интегральные погасания могут содержать сериальные и зональные погасания*¹.

Практически при анализе индексов интерференции и установления типа решетки Бравэ сначала устанавливаются наличие или отсутствие интегральных погасаний, а затем проверяют, нет ли дополнительных сериальных и зональных погасаний.

Практическая часть

В качестве примера рассматривается определение периода идентичности, типа решетки Бравэ, периода решетки и дифракционной группы на примере кристаллов трех структурных типов с решетками ГЦК, NaCl и сфалерита (Al, NaCl, GaP соответственно), из которых последние два можно рассматривать как образованные двумя ГЦК решетками, смещенными одна относительно другой на половину ребра куба (NaCl) и четверть телесной диагонали (GaP). Структурные типы этих кристаллов представлены на рис. 11.10.

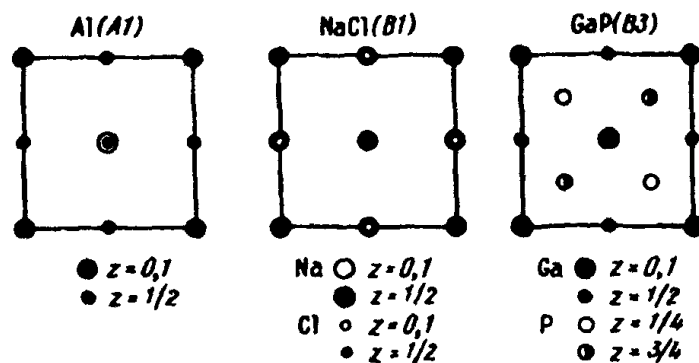


Рис. 11.10. План структур Al, NaCl и GaP на плоскости (001)

*¹ Интегральные погасания — погасания, определяемые решеткой Бравэ; сериальные погасания — погасания, вызванные действием винтовых осей; зональные погасания — погасания, вызванные действием плоскостей скользящего отражения.

Обратная решетка этих структурных типов представлена на рис. 11.11. Она имеет вид объемноцентрированной кубической решетки. Для этих структурных типов правило погасания имеет общие признаки, структурная амплитуда $F_{hkl} = 0$, если индексы интерференции числа разной четности.

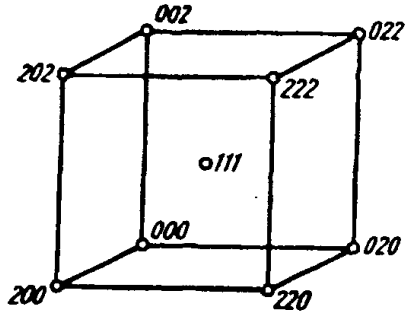


Рис. 11.11. Ячейка в обратном пространстве для структурных типов В1, В2, В3.

Рентгенограммы вращения от этих кристаллов снимаются в рентгеновской камере РКВ-86 на аппа-

рате УРС-2,0 с использованием медного или кобальтового излучения. Для устранения β -рефлексов используется селективный фильтр. Рентгенограммы от кристаллов ГЦК и NaCl снимаются при вращении вокруг направлений [001], [110] и [111], а рентгенограммы от кристалла GaP — вокруг [001] и [111].

Порядок выполнения работы

1. Получить по две рентгенограммы от какого-либо одного кристалла, снятых при разных осях вращения.

2. Измерить с помощью сетки Бернала вертикальные координаты каждой слоевой линии I рода на двух рентгенограммах и горизонтальные — для каждого рефлекса на заданной преподавателем слоевой линии.

Измерить координаты ζ и ξ с точностью до 0,01. Результаты измерений записать в табл. 11.2.

3. По вертикальной координате ζ рассчитать периоды идентичности по формуле (11.4) и опреде-

Таблица 11.2. Расчет рентгенограммы вращения с помощью сеток Бернала

Образец:

Условия съемки

Излучение: $\lambda_{a1} = \dots, \text{Å}; \lambda_{a2} = \dots, \text{Å}; \lambda_{a3} = \dots, \text{Å}; \lambda_{a4} = \dots, \text{Å};$

Диаметр камеры $D_k = \dots, \text{мм}$

Плотность образца г/см^3

Расположение пленки

Ось вращения []

Схема съемки

Номер слоевой линии	Номер максимума	Горизонтальная цилиндрическая координата ξ			Вертикальная цилиндрическая координата ζ			$I_{(uvw)}$	$I_{(uvw)}$ среднее	HKL
		+	-	среднее	+	-	среднее			
0	1									
	2									
	3									
	4									
	5									
	6									
	7									
1	1									
	2									
	3									
	4									
	5									
	6									
	7									
2	1									
	2									
	3									
	4									
	5									
	6									
	7									

лить период кристаллической решетки, используя данные табл. 11.1.

4. По соотношению периодов идентичности (табл. 11.1) определить тип решетки Бравэ.

5. Построить узловую плоскость обратной решетки для заданной слоевой линии.

6. Проиндицировать рефлексы заданной слоевой линии. Для этого радиусом, равным горизонтальной координате рефлекса ξ , умноженной на масштабный множитель, провести дугу с центром в начальном узле узловой плоскости обратной решетки. Индексы узла, через который прошла дуга, приписываются рефлексу данной слоевой линии.

7. Проанализировать индексы рефлексов и установить дифракционную группу.

8. Провести проверку правильности определения структуры, используя формулу (11.5).

9. Составить отчет по работе, который должен содержать разделы: теоретическое введение; описания схемы и условий съемки рентгенограммы; бланк

с расчетом рентгенограммы вращения; заключение о структуре исследованного кристалла.

Контрольные вопросы

1. Каким образом в методе вращения достигается дифракционная картина?

2. Как строится обратная решетка и узловые плоскости?

3. Что такое период идентичности?

4. Зависит ли период идентичности от излучения, на котором снималась рентгенограмма?

5. Какие отрезки откладываются вдоль координатных осей при построении узловой плоскости обратной решетки?

6. Каковы пределы изменения вертикальной ζ и горизонтальной ξ координат?

7. Как различить структурные типы Al, NaCl и сфалерита GaAs с помощью рентгеноструктурного анализа?

РАБОТА 12. ПРЕЦИЗИОННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕЖПЛОСКОСТНЫХ РАССТОЯНИЙ В МОНОКРИСТАЛЛАХ МЕТОДОМ БОНДА

Цель работы: приобрести практические навыки прецизионного определения межплоскостных расстояний и периодов решетки в совершенных монокристаллах на однокристалльном спектрометре методом Бонда и навыки решения материаловедческих задач с помощью этого метода.

Введение

Высокая точность измерения межплоскостных расстояний $\sim (1...3) \cdot 10^{-4}\%$ рентгеноструктурным методом Бонда позволяет однозначно определять тип твердого раствора, концентрации компонентов твердых растворов, примесей и собственных точечных дефектов, компоненты тензора упругих напряжений, температурную зависимость коэффициента термического расширения и т. д.

Наибольшей точности измерений параметров элементарной ячейки удается достичь при исследовании совершенных монокристаллических образцов, не содержащих мало- и большеугловых границ.

Если размеры отдельных совершенных блоков достигают значений 0,2 мм и выше, то в отдельных случаях с помощью специальных приспособлений для прицельной съемки удается измерить межплоскостные расстояния этих индивидуальных блоков.

Ниже приведены примеры материаловедческих задач, решаемых с использованием данных, полу-

ченных методом прецизионного измерения периода решетки.

Определение типа твердого раствора (преимущественного структурного типа точечных дефектов)

Определение типа твердого раствора проводится на основе результатов независимых измерений параметров решетки (т. е. объема элементарной ячейки) и плотности кристалла. Число атомов, приходящихся на долю одной элементарной ячейки, можно определить по формуле

$$N = \rho V N_A / \bar{M}, \quad (12.1)$$

где N_A — число Авогадро, моль⁻¹; $\bar{M} = \sum_j C_j M_j$ —

средняя масса атомов в элементарной ячейке; C_j — атомная доля j -го атомного компонента; M_j — его атомная масса, выраженная в атомных единицах массы (а. е. м.); V и ρ — экспериментально определенные объем элементарной ячейки, см³, и плотность, г/см³, кристалла соответственно.

Если кристалл не содержит вакансий и (или) межузельных атомов, то $N = N_i$, где N_i — целое число, соответствующее числу атомов, приходящихся на долю элементарной ячейки в решетке идеально-