

Б. РЕНТГЕНОСТРУКТУРНЫЙ АНАЛИЗ МОНОКРИСТАЛЛОВ

Уравнение Вульфа—Брэгга $2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda$ связывает три величины: межплоскостное расстояние $2d_{hkl}$, с учетом порядка отражения h , угол θ , определяющий положение этих плоскостей относительно рентгеновских лучей, и λ — длину волны. Поскольку каждый кристалл характеризуется дискретным рядом значений d/n от максимального и ниже, необходимым условием получения ряда отражений на рентгенограмме является либо наличие непрерывного ряда длин волн, т. е. применение сплошного (полихроматического) спектра рентгеновских лучей, либо непрерывное изменение ориентации кристалла относительно направления рентгеновских лучей определенной длины волны, т. е. вращение кристалла. В соответствии с этим основными методами рентгеновского анализа монокристаллов являются метод Лауэ и метод вращающегося кристалла.

Метод Лауэ, или метод неподвижного кристалла, облучаемого сплошным спектром, используют для определения ориентировки кристаллов, симметрии кристалла, а также для выявления некоторых дефектов кристаллической структуры.

Метод вращающегося кристалла, облучаемого характеристическими лучами, и его видоизменения используют для определения кристаллической структуры.

Оптимальный размер образцов в направлении первичного пучка $t = 2/\mu$, где μ — коэффициент ослабления, при этом наилучшими являются условия регистрации тех отражений, которые наиболее сильно ослабляются при съемке «на просвет». Обычно поперечный размер кристалла при съемке рентгенограммы вращения, а также при прямой съемке лауэграммы составляет 0,1... 0,5 мм.

РАБОТА 10. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОРИЕНТИРОВКИ КРИСТАЛЛА. МЕТОД ЛАУЭ

Цель работы: приобрести навыки выбора условий съемки рентгенограмм от монокристаллов по методу Лауэ, съемки лауэграмм и эпиграмм и определения по ним ориентировки кристаллов.

Введение

Под определением ориентировки кристалла понимают определение положения его кристаллографических плоскостей и направлений относительно выбранных внешних плоскостей и направлений (поверхность кристалла, плоскость разреза, ось роста и т. д.).

Ориентировку кубического кристалла всегда можно определить с помощью одной рентгенограммы: для определения ориентировки кристаллов

средних и низших сингоний иногда приходится снимать несколько рентгенограмм при разных положениях кристалла относительно первичного пучка.

Рентгенограммы, снятые по методу Лауэ, называют *лауэграммами*. Чаще всего лауэграммы снимают на плоскую пленку при прямом или обратном ее расположении (рис. 10.1); в последнем случае рентгенограммы называют *эпиграммами*. Как правило, эпиграммы снимают при работе с крупными и сильно поглощающими кристаллами.

Пленку помещают в кассету и устанавливают перпендикулярно первичному пучку — оси диафрагмы. Размер диафрагмы составляет 0,5...1 мм. Образец крепят на гониометрической головке. Расстояние от образца до пленки 30...50 мм, размер плен-

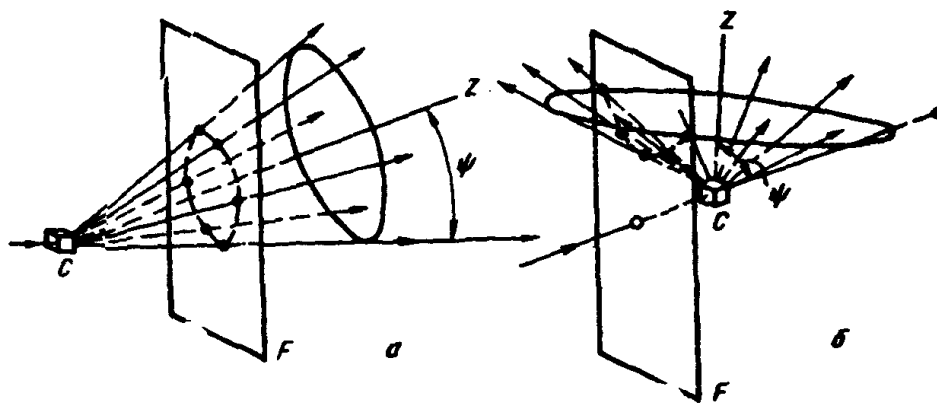


Рис. 10.1. Схемы съемки лауэграммы (а) и эпиграммы (б):
C — кристалл; F — пленка; z — ось зоны; ψ — угол наклона оси зоны к падающему пучку

ки 100×100 мм. Если образец имеет плоский срез, то его устанавливают в камере таким образом, чтобы его плоская поверхность была перпендикулярна лучу (и параллельна пленке). Это делают с помощью осветителя, имеющегося в комплекте камеры РКСО: узкий пучок белого света направляют на плоскую поверхность кристалла, который поворачивают так, чтобы направление луча падающего совпало с направлением луча отраженного. Для однозначного определения ориентировки кристалла относительно пленки необходимо нанести на нее прямую линию, параллельную вертикальной или горизонтальной оси гониометрической головки.

При съемке лауэграмм регистрируются отражения с углом $\theta < 45^\circ$. Режим съемки следует подбирать таким, чтобы интенсивность характеристического излучения была мала по сравнению с интенсивностью сплошного спектра. Например, в случае трубки с вольфрамовым анодом этому требованию удовлетворяет напряжение $40 \dots 60$ кВ. Для уменьшения вуали от вторичного характеристического излучения целесообразно размещение перед пленкой фильтра — алюминиевой фольги толщиной $0,1$ мм. Первичный луч, прошедший сквозь образец, гасится свинцовой ловушкой — колпачком — с тонким дном, пропускающим ослабленный пучок, которой дает пятно в центре лауэграммы. Это пятно считается началом отсчета, так как соответствует $\theta = 0^\circ$.

При съемке эпиграмм регистрируются отражения под углами $\theta > 45^\circ$, получаемые в большинстве случаев от излучений с $\lambda = 0,08 \dots 0,12$ нм.

Ориентировку крупных кристаллов или отдельных зерен крупнозернистых поликристаллических образцов (шлифов) определяют с помощью эпиграмм.

1. Определение ориентировки кристалла по лауэграмме

При съемке на просвет симметрия расположения пятен относительно центра рентгенограммы соответствует симметрии кристалла относительно кристаллографической оси, совпадающей с направлением падающего первичного рентгеновского луча. Если, например, при съемке кристалла кубической сингонии расположение рефлексов на рентгенограмме имеет симметрию оси четвертого порядка, то рентгеновский луч был параллелен оси куба $[100]$; симметрия оси третьего порядка указывает на параллельность луча оси $[111]$. В общем случае ориентировка кристалла может быть случайной и тогда пятна не будут давать симметричной картины. Но во всех случаях при прямой съемке (угол ψ на рис. 10.1, a меньше 45°) они располагаются по эл-

липсам, проходящим через центр лауэграммы (рис. 10.1, a). Все пятна одного эллипса возникают при отражении лучей от семейств плоскостей, принадлежащих одной зоне плоскостей. Если ось зоны составит с направлением первичного луча угол меньше 45° , то максимумы будут расположены на параболе, если угол будет больше 45° , то на гиперболе, при угле 90° максимумы будут расположены на прямой. Наиболее ясно выраженные эллипсы соответствуют зонам, оси которых имеют наименьшие индексы: $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$, $\langle 111 \rangle$, $\langle 211 \rangle$ и т. д.

Положение пятен на лауэграмме закономерно связано с гномостереографическими проекциями соответствующих плоскостей в кристалле. Поэтому для определения ориентировки кристалла следует построить гномостереографические проекции плоскостей, дающих отражения. Далее необходимо выяснить принадлежность их к определенным зонам и провести индицирование. В результате можно определить углы между заданными (внешними) координатными осями и главными кристаллографическими направлениями в образце.

Как видно на рис. 10.2, гномостереографическая проекция (P) отражающей плоскости (aa) находится на диаметре круга проекции (MM), проходящем через след соответствующего отраженного луча (CS) (по другую сторону от центрального пятна) и отстоит от основного круга проекции на угол θ . Последний определяют из зависимости, очевидной из этой же схемы: $\operatorname{tg} 2\theta = l/L$, где l — расстояние от пятна лауэграммы до центра, L — расстояние от образца до пленки.

Индицирование пятен лауэграммы, а также нахождение стереографических проекций интересующих нас направлений проводят по стандартным сеткам.

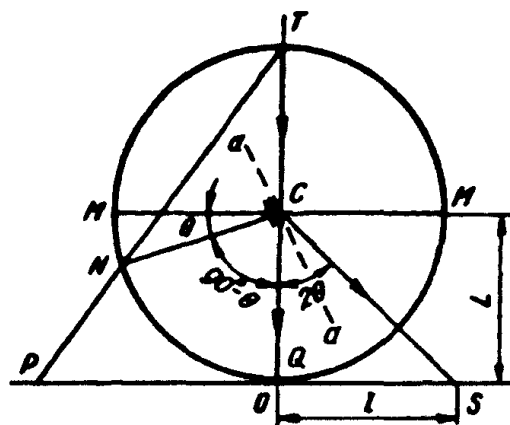


Рис. 10.2. Связь между положением интерференционного максимума лауэграммы S и гномостереографической проекции плоскости, соответствующей данному максимуму P : TQ и CS — падающий и отраженный лучи; aa и CN — отражающая плоскость и нормаль к ней

Порядок выполнения работы

Съемка и измерения на рентгенограмме.

1. Установить образец в желаемом положении по отношению к направлению луча и к кассете. Получить рентгенограмму, нанести на ней координатные отметки, согласованные с положением образца (ось z — направление первичного пучка лучей, оси x и y находятся в плоскости рентгенограммы параллельно ее краям).

Полезно срезать верхний правый (от образца) угол пленки, чтобы в случае надобности опознать лицевую и обратную сторону пленки.

2. Пронумеровать пятна лауэграммы с учетом их принадлежности к тем или иным эллипсам (рис. 10.3); измерить расстояния от каждого пятна до центра I и рассчитать углы θ .

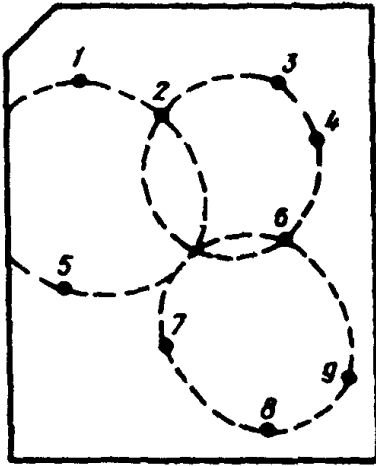


Рис. 10.3. Схема лауэграммы с девятью интерференционными максимумами, расположенными на трех эллипсах

Все данные вместе с оценкой интенсивности (сл., ср., С.) занести в табл. 10.1.

Таблица 10.1. Расчет лауэграммы

Расстояние от образца до пленки $L = \dots \dots \dots$ мм

Номер зоны	Номер пятна	Интенсивность I	l , мм	$\operatorname{tg} 2\theta$	θ	(hkl) [uvw]
1	1					
	2					

Построение гномостереографической проекции.

3. Скопировать лауэграмму на кальку с предварительно нанесенным на нее основным кругом проекций диаметром 200 мм так, чтобы центральное пятно — след первичного пучка лучей — совпадало с центром круга проекций, пронумеровать скопированные пятна лауэграммы и отметить на кальке

стереографические проекции внешних осей x , y , z . Следует копировать пятна, по крайней мере, трех четко выраженных эллипсов.

4. Построить гномостереографические проекции плоскостей, давших отражение на лауэграмме. Для этого необходимо поочередно выводить каждое пятно лауэграммы на горизонтальный диаметр сетки Вульфа (Приложение 36), вращая кальку так, чтобы центр сетки оставался совмещенным с центром круга проекций на кальке, и отсчитывать по этому диаметру соответствующий данному пятну угол θ от основного круга со стороны, противоположной пятну S (рис. 10.4, а I); полученные точки P (гномостереографические проекции) следует пронумеровать по пятнам лауэграммы. При правильном нахождении проекций точки гномостереографической проекции, соответствующие пятнам одного эллипса (плоскостям одной зоны), должны ложиться на один меридиан. Эти меридианы необходимо провести с помощью сетки Вульфа.

Индексирование пятен лауэграммы (для кубической сингонии). Индексы плоскостей, давших отражения, и проекций важных кристаллографических направлений находят при помощи стандартных проекций (Приложения 38, 39). Выбор стандартных проекций определяется индексами осей зон, которые образуют эллипсы на лауэграмме, и сингонией кристалла.

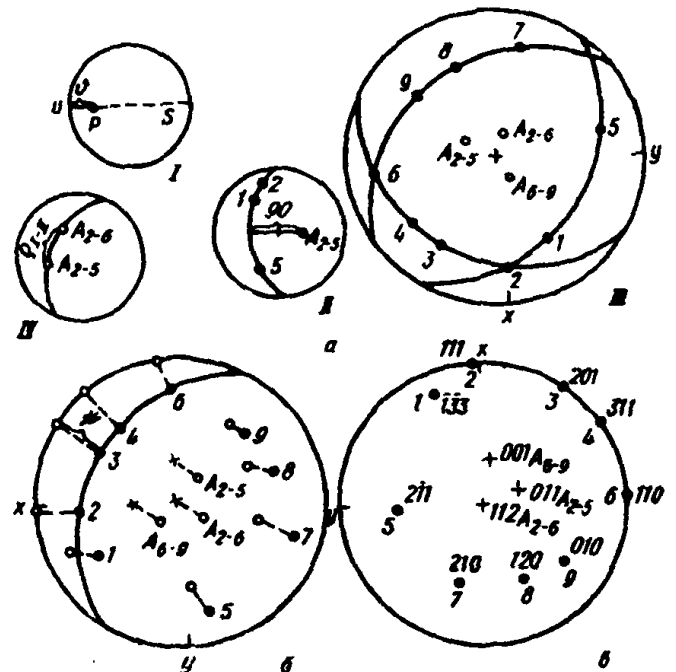


Рис. 10.4. Проекция, построенные на лауэграмме, изображенной на рис. 10.3:

а — гномостереографические проекции в исходном положении (пояснения в тексте); б — после поворота одной из осей зон в положение нормали к плоскости проекции; в — индексирование плоскостей и осей зон (в повернутом положении) с помощью стандартной сетки [112]

5. Найти проекции осей зон, углы между осями зон, определить вероятные индексы осей зон. Для нахождения проекций оси зоны следует совместить меридиан зоны (например 2, 1, 5 на рис. 10.3) на кальке с меридианом сетки Вульфа и отметить точку, отстоящую от него на 90° по горизонтальному диаметру к центру (A_{2-5}) (рис. 10.4. а I). Для измерения угла между осями зон $A_{2-5}—A_{2-6}$ (I—II); $A_{2-6}—A_{6-9}$ (II—III); $A_{2-5}—A_{6-9}$ (I—III) (рис. 10.4, а II) следует попарно совместить их проекции с меридианом сетки Вульфа и отсчитать угол между проекциями осей зон по меридиану (рис. 10.4. а IV).

Вероятные индексы осей зон легко подобрать, зная найденные углы между этими осями ρ_{I-II} , ρ_{II-III} и т. д. и расчетные ρ и используя уравнения в Приложении 2 (для кристаллов кубической сингонии можно использовать данные, приведенные в Приложении 3).

6. Зная вероятные индексы осей зон, выбрать пару зон с наименьшими индексами $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$, $\langle 111 \rangle$ или $\langle 112 \rangle$ осей и изменить плоскость проекции так, чтобы ось зоны, представленной наибольшим количеством плоскостей, вышла в центр круга проекций, а соответствующий зональный меридиан совпал с основным кругом проекций. При этом плоскостью проекции будет плоскость, перпендикулярная направлению оси зоны, т. е. одна из плоскостей (100) , (110) , (111) или (112) , для которых обычно имеются стандартные проекции. Осью поворота должен быть диаметр, на который опирается соответствующий зоне меридиан, а угол поворота ψ определится угловым расстоянием этого меридиана от большого круга. Если ось поворота совместить с вертикальным диаметром сетки Вульфа, то все точки проекции при повороте должны переместиться по широтам этой сетки на угол ψ и оказаться на окружности круга проекций.

После этого в новую плоскость проекции переносят проекции остальных отразивших плоскостей других зон и осей этих зон и соответственно нумеруют (рис. 10.4, б).

7. Отобразить стандартные проекции, для которых индексы направления, перпендикулярного плоскости проекции (индексы точки в центре сетки), совпадают с вероятными индексами осей зон. Наложить кальку на одну из отображенных стандартных проекций так, чтобы проекции осей зон после поворота совместились с точками стандартной проекции, имеющими те индексы, которые предполагаются для осей зон. Поворотом кальки в пределах $2...3^\circ$ попытаться поместить проекции отразивших плоскостей, расположенные сейчас на окружности круга проекций с точками стандартной сетки. Если

такого совмещения для всех проекций не получается, следует воспользоваться другой из отображенных стандартных проекций. После успешного совмещения проекций всех отражающих плоскостей с точками стандартной проекции их индексы и индексы осей зон списать со стандартной проекции в табл. 10.1 и на кальку (рис. 10.4, в). На кальке отметить также проекции главных кристаллографических направлений $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$, $\langle 111 \rangle$ в окрестности новой проекции одной из внешних координатных осей (например, x' или z').

Определение ориентировки. Последний этап работы — выяснение ориентировки кристалла — можно выполнять:

а) определением углов между внешними координатными осями (x , y , z) и кристаллографическими координатными направлениями $[100]$, $[010]$, $[001]$;

б) определением углов между направлением какой-либо оси образца (например, оси x) и кристаллографическими направлениями — вершинами стереографического треугольника, внутри которого находится искомое направление;

в) определением кристаллографических индексов направлений, совпадающих (или близких) с заранее назначенным направлением в образце (например, с осью x образца).

8. При определении ориентировки следует иметь в виду, что проекции искомого направления находят по стандартной проекции, т. е. после поворота кристалла (новая плоскость проекций), а проекции координатных осей x , y и z оставались в первоначальной плоскости проекции. Поэтому при использовании первых двух способов необходимо с помощью сетки Вульфа совершить обратный поворот на угол ψ , т. е. перенести проекции интересующих кристаллографических направлений в первоначальную плоскость проекции.

Проекция направлений $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ и $\langle 111 \rangle$ переносят на кальку безотносительно к последовательности и знакам индексов в символах этих направлений так, чтобы направление внешней координатной оси оказалось внутри сферического треугольника, образованного дугами больших кругов, которые проходят через точки проекций этих кристаллографических направлений. Это дает наименьшие значения осевых углов (рис. 10.5). Углы между внешними осями и интересующими кристаллографическими направлениями отсчитывают поочередно по их общим меридианам на сетке Вульфа; результаты записываются в табл. 10.2 или 10.3.

Для определения ориентировки по третьему способу следует найти новую проекцию заданного направления (например, оси x) после поворота плоско-

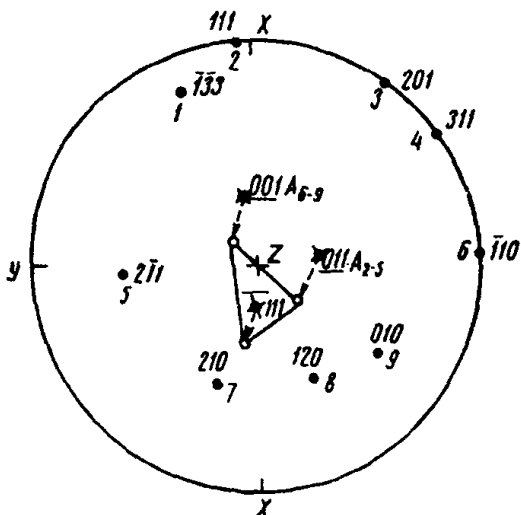


Рис. 10.5. Сферический треугольник с нанесенной ориентировкой монокристалла, лауэграмма которого приведена на рис. 10.3 (проекция оси z в исходном положении кристалла)

Таблица 10.2. Углы между осями образца и кристаллографическими осями

Оси	100	010	001
x			
y			
z			

Таблица 10.3. Углы главных кристаллографических направлений с осью образца

Ось	100	110	111
x			
...			

сти проекции (т. е. необходимо совершить поворот этого направления на угол ψ). Кристаллографические индексы его определяются при совмещении проекции кристалла со стандартной проекцией.

Установка кристалла в заданной ориентировке. Если требуется установить кристалл так, чтобы заданное направление $[uvw]$ совпало с направлением первичного пучка рентгеновских лучей, то с помощью стандартной сетки находят проекции направления $[uvw]$ и поворачивают кристалл в два приема. Сначала поворотом кристалла вокруг оси z выводят направление $[uvw]$ на плоскость xoz , а затем поворотом вокруг оси y устанавливают заданное направление вдоль оси z . Угол поворота вокруг оси z определяют по сетке Болдырева, а вокруг оси y — по сетке Вульфа.

Данные об углах заносят в табл. 10.4.

Таблица 10.4. Данные для установки кристалла в заданное положение

$[uvw]$	ось z	ось y	Направление поворота

¹ По часовой стрелке или против часовой стрелки.

Типовое задание

1. Получить лауэграмму и определить кристаллографические индексы направления, параллельного оси x монокристалльной проволоки.

2. По результатам расчета повернуть монокристалл для получения лауэграммы, ориентированной по заданной оси.

II. Определение ориентировки кристалла по эпиграмме

Расположение пятен на рентгенограмме, снятой на отражение (эпиграмме), также связано с ориентировкой кристалла. На эпиграмме пятна от плоскостей, принадлежащих одной зоне, группируются не по эллипсам, а по гиперболам (см. рис. 10.1, б). В частном случае гиперболы вырождаются в прямые линии, проходящие через центр эпиграммы.

На рентгенограмме кубического кристалла четко выраженные гиперболы относятся к отражениям от плоскостей, которые принадлежат зонам $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$, $\langle 111 \rangle$, $\langle 112 \rangle$. Пересечениям гипербол соответствуют наиболее яркие пятна — отражения от плоскостей с малыми индексами. Для определения ориентировки необходимо построить гномостереографическую проекцию кристалла и совместить ее со стандартной сеткой. Связь между расположением пятен на эпиграмме и стереографическими проекциями нормалей к отражающим плоскостям показана на рис. 10.6. Из этой схемы следует, что проекция нормали к отражающей плоскости (точка P) расположена на линии, проходящей через центр проекции (с которым совпадает след первичного луча) и через след отраженного луча, но в отличие от лауэграмм находится по ту же сторону от центра, что и след отраженного луча. Поскольку нормаль по отношению к направлению первичного луча наклонена на угол $90 - \theta$, ее проекцию легко найти, отложив угол $90 - \theta$ от центра проекции. Угол $90 - \theta$ определяется из соотношения $\text{tg}(180 - 2\theta) = l/L$, где l — расстояние от пятна лауэграммы до центра; L — расстояние от образца до пленки.

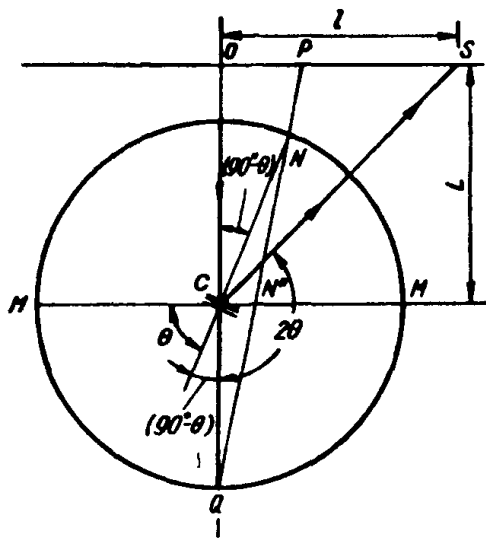


Рис. 10.6. Связь между положением интерференционных максимумов эпиграмм и гномостереографическими проекциями плоскостей, вызвавших интерференцию: CN — нормаль к отражающей плоскости; OC и CS — падающий и отраженный лучи

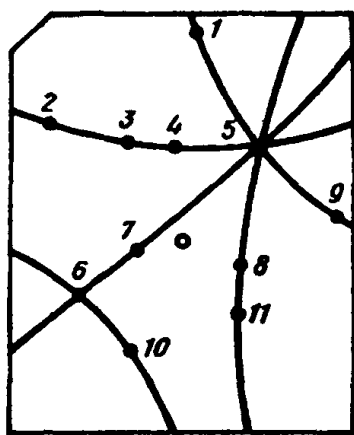


Рис. 10.7. Схема эпиграммы с одиннадцатью интерференционными максимумами, расположенными на пяти гиперболах

Порядок выполнения работы

А. Съемка и измерение рентгенограмм.

1. Укрепить кристалл или шлиф в гониометрической головке в желаемом положении. Срезать верхний правый от образца угол пленки, чтобы знать, какая сторона пленки обращена к образцу. Снять рентгенограмму.

2. Пронумеровать пятна эпиграмм, с учетом их принадлежности к зональным гиперболам (рис. 10.7). Измерить расстояния от пятен до центра и рассчитать углы $90 - \theta$ (табл. 10.5).

Б. Построение гномостереографической проекции

3. Скопировать пятна эпиграмм на кальку (круг проекции диаметром 200 мм) так, чтобы центр

Таблица 10.5. Расчет эпиграммы
Расстояние от оси образца до пленки $L = \dots \dots \dots$ мм

Номер зоны	Номер пятна	Интенсивность	l , мм	$\lg(180 - 2\theta)$	$90 - \theta$	$(hkl)^*$ [uvw]
1	2					

* (hkl) — индексы отражающих плоскостей; [uvw] — индексы осей зон.

эпиграммы совпадал с центром круга проекции; пронумеровать пятна, отметить на кальке проекции внешних осей x и y .

Копировать следует, по крайней мере, три четко выраженные гиперболы. Желательно копировать гиперболы, пересекающиеся в интенсивном максимуме.

4. Построить гномостереографические проекции плоскостей, дающих отражение на эпиграмме. Для этого вывести поочередно каждое пятно на горизонтальный диаметр сетки Вульфа (вращая кальку concentрично сетке) и, отсчитав по этому диаметру от центра проекции в сторону пятна угол $90 - \theta$, нанести и пронумеровать соответственно пятну гномостереографическую проекцию отражающей плоскости. Гномостереографические проекции отра-

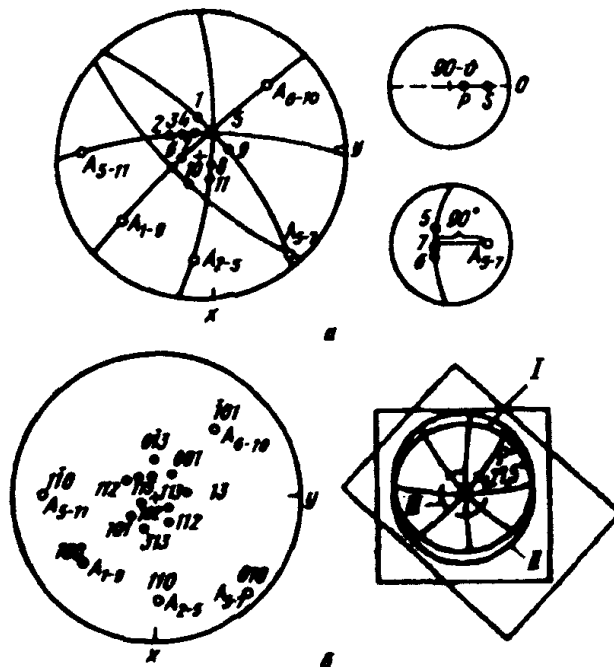


Рис. 10.8. Гномостереографическая проекция, построенная по эпиграмме, изображенной на рис. 10.7: а — построение проекции отражающих плоскостей и осей зон А; б — индирование по стандартной сетке методом смещения центров проекции; I — проекция отражающих плоскостей; II — стандартная сетка; III — область дозванного смещения центра проекций $\rho \approx 27,5^\circ$

жающих плоскостей одной зоны расположатся на одном меридиане (рис. 10.8, а).

В. Индексирование пятен эпиграммы. Индексы плоскостей, дающие интерференционные максимумы на эпиграмме, и проекции важных кристаллографических направлений находят по стандартным проекциям. Выбор стандартных проекций определяется индексами осей зон, которые образуют гиперболы на эпиграмме, а само индексирование зон и максимумов можно проводить аналогично индексированию лауэграммы. Однако из-за ограничения, накладываемого условиями съемки эпиграмм и значения угла θ (угол $\theta > 45^\circ$), гномостереографические проекции отражающих плоскостей находятся в центральной части круга проекций. Координатная сетка в этом районе линейно однородна, а поэтому двукратный поворот проекции, необходимой для приведения ее в стандартное положение, может быть заменен поворотом и смещением кальки с центра стандартной проекции до совмещения проекций отражающих плоскостей с точками стандартной сетки. Точность подобного «изменения плоскости проекций» остается удовлетворительной при смещениях, не превосходящих $27,5^\circ$. (Эта величина составляет максимальное угловое удаление направления с любыми рациональными индексами от одного из направлений, считающихся в кубическом кристалле главными: [100]; [110]; [111]). Поэтому индексирование отражающих плоскостей эпиграммы можно заведомо провести по одной из трех стандартных проекций: 100; 110; 111, на которые полезно нанести ограничивающий круг $\rho = 27,5^\circ$, а также проекции большого числа нормалей (до $h^2 + k^2 + l^2 = 100$). Такие сетки приведены в Приложениях 37, 39; 40.

5. Выявить на кальке ближайшую к центру эпиграммы гномостереографическую проекцию отражающей плоскости, которая принадлежит одновременно нескольким зонам (т. е. соответствует интенсивному максимуму эпиграммы, лежащему на пересечении нескольких гипербол). Совмещая эту проекцию с центром одной из стандартных сеток (соответствующей объемноцентрированной или границентрированной решетке), вращать кальку до совмещения всех гномостереографических проекций отражающих плоскостей с точками стандартной сетки. Если совмещения добиться невозможно, то следует повторить те же операции с другими сетками. После успешного совмещения индексы стандартной сетки, соответствующие проекциям отражающих плоскостей, записать в табл. 10.5. Отметить на кальке выходы главных направлений (рис. 10.8, б).

Определение ориентировки производят так же, как и в случае лауэграммы, полученной прямой съемкой.

Кристалл в заданной ориентировке устанавливают так же, как и при съемке на просвет.

Типовое задание

1. Найти расположение главных осей в монокристалле алюминия (кремния или германия).

2. Определить взаимную разориентировку зерен в двухкристальном образце алюминия.

3. Определить текстуру в крупнокристаллическом образце литого сплава (кремний, ферросилиций, магнито и т. д.).

III. Уточнение ориентировки, кристалла, имеющего горизонтальную плоскость симметрии (выведение оси симметрии четного порядка на ось вращения гониометрической головки)

Если ось симметрии четного порядка и ось вращения совпадают, то верхняя и нижняя части рентгенограммы должны быть симметричны*¹. При отклонении от такого совпадения симметрия нарушается. Если выбрать два пятна, расположенных вблизи средней вертикальной линии, проведенной через след первичного пучка, то и при совпадении осей, связанных горизонтальной линией симметрии, различие в расстоянии этих пятен от линии симметрии определится продольным отклонением симметричного направления от оси вращения головки. Величина угла отклонения ϵ_{11} связана с углами дифракции соответствующих рефлексов соотношением $\epsilon = (1/2)(\theta_2 - \theta_1)$. Для того чтобы вывести ось симметрии четного порядка на ось вращения головки, достаточно вывести с помощью указанного соотношения кристалл в двух взаимно перпендикулярных плоскостях, в которых расположены дуги гониометрической головки. При удалении измеряемых рефлексов на 35...40 мм от центра лауэграммы точность выведения кристалла ограничивается точностью отсчета углов ($10'$) на гониометрической головке.

IV. Определение угла отклонения плоскости с индексами (hkl) от плоскости среза кристалла с помощью дифрактометра

Если периоды решетки кристалла известны, то угол дифракции для плоскости (hkl) или параллельной ей «плоскости», соответствующей индексам интерференции (HKL), где $H = nh$, $K = nk$, $L = nl$, может быть подсчитан с достаточной точностью. Определение отклонения плоскости среза от плоско-

*¹ Перпендикулярно четной оси симметрии в дифракционной картине появляется плоскость симметрии, так как обратное пространство обязательно имеет центр инверсии (см. теоремы сложения элементов симметрии).

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