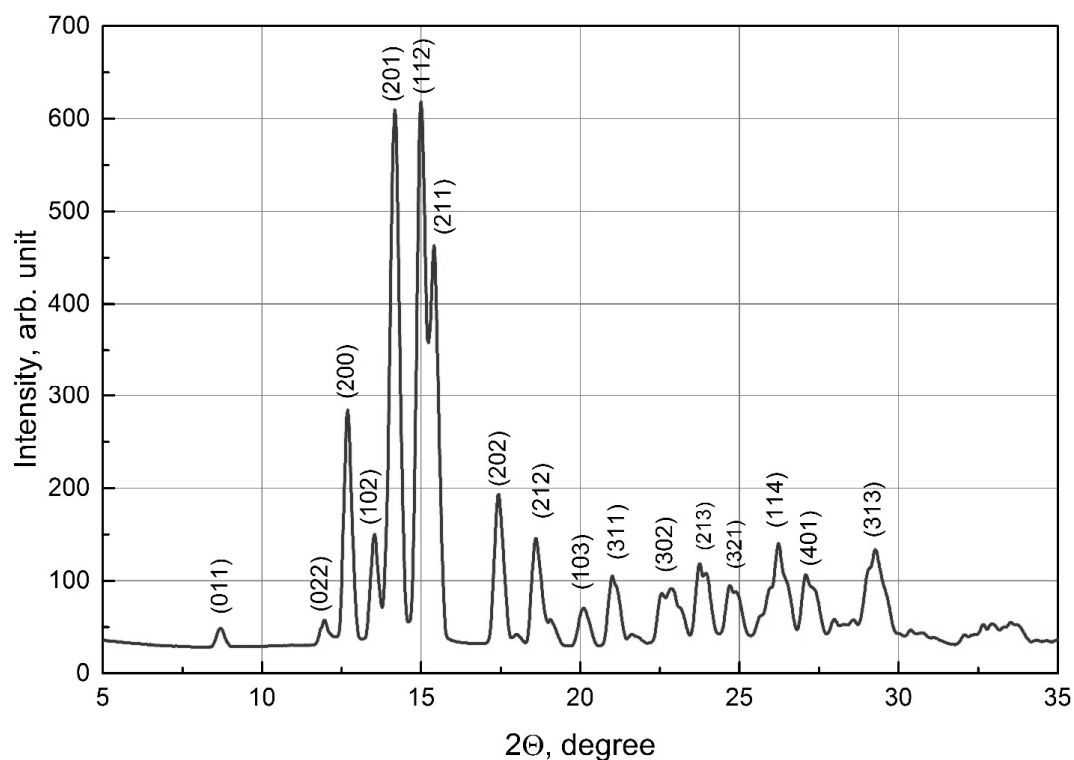


А.С. Макаров, Н.В. Куцева,  
Р.А. Кончаков, В.А. Хоник

# ЛАБОРАТОРНЫЕ РАБОТЫ ПО РЕНТГЕНОСТРУКТУРНОМУ АНАЛИЗУ

## Часть 1



ВОРОНЕЖ  
Воронежский государственный педагогический университет  
2017

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ  
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ  
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ  
«ВОРОНЕЖСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ПЕДАГОГИЧЕСКИЙ  
УНИВЕРСИТЕТ»

КАФЕДРА ОБЩЕЙ ФИЗИКИ

**А.С. Макаров, Н.В. Куцева, Р.А. Кончаков, В.А. Хоник**

## **ЛАБОРАТОРНЫЕ РАБОТЫ ПО РЕНТГЕНОСТРУКТУРНОМУ АНАЛИЗУ**

### **Часть 1**

*Учебно-методическое пособие по дисциплине  
«Физика конденсированного состояния» для студентов  
бакалавриата физико-математического факультета,  
обучающихся по направлению 44.03.05 «Педагогическое образование»,  
профили: «Естествознание / Физика», «Физика / Информатика»*

ВОРОНЕЖ  
Воронежский государственный педагогический университет  
2017

УДК 538.91  
ББК Р22  
Л125

Печатается по решению  
учебно-методического совета ВГПУ.  
Протокол №3 от 10 ноября 2016 г.

Рецензенты:

доктор физико-математических наук,  
заведующий кафедрой экспериментальной физики  
профессор *С.Н. Дрождин* (ВГПУ);

кандидат технических наук,  
доцент кафедры информатики и МПМ,  
*Е.А. Кубряков* (ВГПУ)

Ответственный редактор:

доктор физико-математических наук,  
профессор *В.А. Хоник*

**Лабораторные работы по рентгеноструктурному анализу.**  
Л125 **Часть 1** : учебно-методическое пособие по дисциплине «Физика конденсированного состояния» для студентов бакалавриата физико-математического факультета, обучающихся по направлению 44.03.05 «Педагогическое образование», профили: «Естествознание / Физика», «Физика / Информатика» / А.С. Макаров [и др.]. – Воронеж : Воронежский государственный педагогический университет, 2017. – 72 с.

В методических указаниях приводится описание порядка выполнения, теоретическое обоснование лабораторных работ. В учебно-методическом пособии также представлены задания и контрольные вопросы к лабораторным работам.

Издание предназначено для студентов бакалавриата физико-математического факультета, обучающихся по направлению 44.03.05 «Педагогическое образование», профили: «Естествознание / Физика», «Физика / Информатика». Материал пособия может быть использован преподавателями вузов в процессе изучения дисциплины «Физика конденсированного состояния».

УДК 538.91  
ББК Р22

© А.С. Макаров, Н.В. Куцева,  
Р.А. Кончаков, В.А. Хоник, 2017  
© Воронежский государственный педагогический университет,  
редакционно-издательская обработка, 2017

## ВВЕДЕНИЕ

Данные лабораторные работы знакомят студентов с основами дифракционных методов исследования кристаллов и с базовыми понятиями кристаллографии.

Основной целью выполнения лабораторного практикума является формирование профессиональных компетенций:

– *готов реализовать образовательные программы по предметам в соответствии с требованиями образовательных стандартов (ПК-1);*

– *способен руководить учебно-исследовательской деятельностью обучающихся (ПК-12).*

При выполнении лабораторных работ рекомендуется придерживаться определенной последовательности действий:

- 1) проведение измерений;
- 2) обработка полученных результатов;
- 3) формулировка выводов и написание отчета.

Выполнение каждой лабораторной работы необходимо начинать с изучения ее описания и приведения знаний в систему, а именно:

– ясно представить себе общую цель данной конкретной лабораторной работы и последовательность задач, решение которых приведет к достижению окончательной цели;

– знать, какое физическое явление изучается в данной работе и какими зависимостями связаны величины его описывающие;

– знать основные особенности объекта исследования;

– изучить и уметь объяснить физические основы используемых в работе методов измерения или расчета искомых величин;

– уметь нарисовать принципиальную схему используемой установки и знать назначение каждого из ее узлов;

– знать последовательность выполнения этапов лабораторной работы;

– иметь общее представление об ожидаемых результатах проводимого эксперимента и суметь выбрать метод, нужный для их математической обработки.

Проверять степень своей готовности к выполнению каждой конкретной работы нужно с помощью приводимых ниже обобщенных контрольных вопросов. Они являются общими для всех работ физического практикума. Поэтому полезно (для экономии времени) не только обязательно отвечать на них, готовясь к работе, но и запомнить их как общий принцип подхода к выполнению лабораторных работ вообще.

## Обобщенные контрольные вопросы

1. В чём актуальность проведения данной работы?
  2. Какова цель работы?
  3. Что представляет собой объект исследования в данной работе?
  4. Какие физические явления положены в основу экспериментального метода определения искомой величины (величин)?
  5. Какие допущения сделаны в теории метода?
  6. Какая теоретическая зависимость может быть проверена в данном конкретном опыте?
  7. Какие конкретные задачи в ходе проведения измерений придется решать для достижения цели?
  8. Каково назначение отдельных узлов экспериментальной установки?
  9. Какие таблицы нужны в протоколе для записи и начальной обработки результатов измерений?
  10. Какие зависимости должны быть построены по полученным данным?
  11. Какое уравнение (или система) позволяет найти искомую величину или нужную зависимость на основании опытных данных?
  12. Какие постоянные (табличные данные, параметры образца и установки) нужны для определения искомой величины по данным опыта?
  13. Как будет определена погрешность прямых измерений?
  14. Как придется оценивать погрешность конечного результата?
  15. Как можно проверить достоверность полученных экспериментальных результатов?
  16. Совпадает ли результат эксперимента с предсказанием теории?
  17. Чем вызвано расхождение результатов эксперимента и теории?
  18. Можно ли сопоставить результаты эксперимента с литературными данными?
  19. Достигнута ли цель работы?
- Ответы на некоторые из вышеуказанных вопросов рекомендуется отразить в отчете о выполнении лабораторной работы.

# Лабораторная работа №1

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПАРАМЕТРА ЭЛЕМЕНТАРНОЙ ЯЧЕЙКИ КРИСТАЛЛА КУБИЧЕСКОЙ СИНГОНИИ

*Цели:*

- определить индексы отражающих плоскостей вещества кубической сингонии;
- установить тип решётки Бравэ и её параметр.

### *Теоретическая часть*

#### *1. Дифракция рентгеновских лучей на кристаллах*

Рентгеновские лучи занимают область электромагнитного спектра от 10–5 до 102 Å (1Å= 10–10 м = 0,1 нм) [1] и, как любые волны, подвержены явлению дифракции на периодических структурах в случае сопоставимости их периода с длиной волны излучения. Примерами таких структур являются любые кристаллические тела, характеризующиеся межплоскостным расстоянием порядка 1Å. В данном случае дифракцию рентгеновских лучей можно рассматривать как результат зеркального «отражения» лучей от системы атомных плоскостей в кристаллической решетке [1], проведённых условно через центры атомов, которые считают неподвижными (не участвующими в тепловых колебаниях) [8]. Оптимальные условия получения дифракционной картины выполняются для лучей, длина волны  $\lambda$  которых чуть меньше периода дифракционной решётки. Для этого очень удобны длины волн характеристического излучения серии K $\alpha$  (1–2Å) [7]. Схема, поясняющая дифракцию, дана на рисунке 1.1.

Пучок параллельных монохроматических рентгеновских лучей (1 и 2) длиной волны  $\lambda$ , падающий под углом скольжения  $\theta$  на систему параллельных плоскостей ( $hkl$ ), отстоящих друг от друга на расстоянии  $d_{hkl}$ , возбуждает атомы кристаллической решетки, которые становятся источниками когерентных вторичных волн 1' и 2', интерферирующих между собой так, что максимумы интенсивности (дифракционные максимумы) наблюдаются при разности хода между ними равной целому числу  $n$  длин волн  $\lambda$  [1]:

$$2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda (n = 0, 1, 2, 3 \dots). \quad (1.1)$$

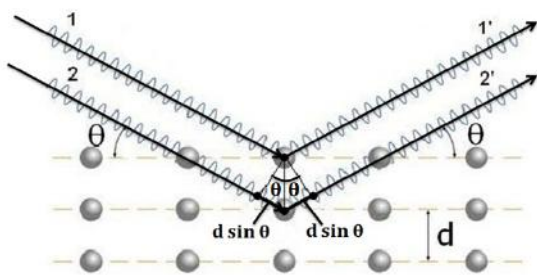


Рис. 1.1 – К формуле Вульфа – Брэггов

Данное равенство называется уравнением Вульфа – Брэггов, является основным в рентгенофазовом и рентгеноструктурном анализе кристаллов, а также справедливо при дифракции электронов и нейтронов [7].



Рис. 1.2 – Дифрактограмма от поликристалла, полученная в камере Дебая – Шеррера

Дифракционные максимумы интенсивности рентгеновского излучения регистрируются на люминесцентных экранах, фотопленках в специальных камерах, обеспечивающих нужную геометрию эксперимента (рис. 1.2), либо с помощью всевозможных счетчиков рентгеновского излучения, позволяющих с высокой точностью определить интенсивность и направление дифрагированных лучей [6]. Во втором случае регистрируемое излучение фиксируется на движущейся синхронно с вращением счетчика диаграммной ленте в виде графика зависимости интенсивности рентгеновского излучения  $I$  от  $2\theta$  – рентгенодифракционный спектр (рис. 1.3) [1].

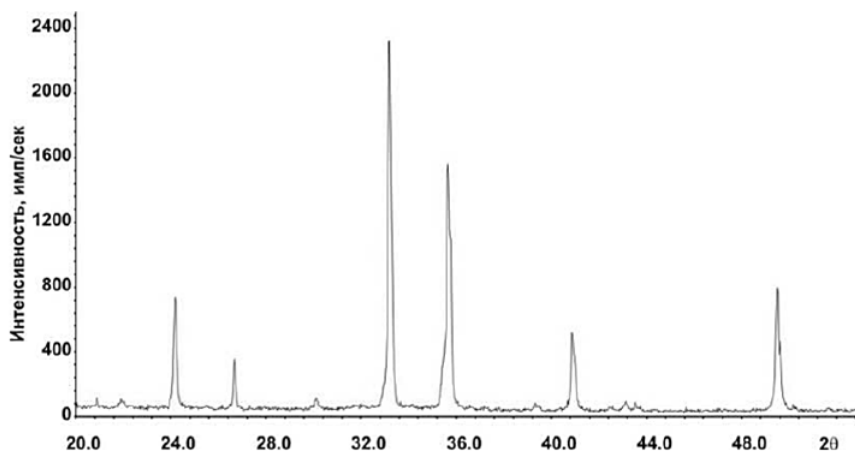


Рис. 1.3 – Типичный вид рентгенограммы

Каждое семейство плоскостей с индексами  $(hkl)$  и межплоскостным расстоянием  $d_{hkl} > \lambda / 2$  может дать один или реже два и более дифракционных максимума, угловые положения которых  $(\theta)$  определяются уравнением Вульфа – Брэггов. Следовательно, картина отражения от неподвижного монокристалла какого-либо вещества может состоять из одного-двух максимумов и зависит от того, какое семейство плоскостей способно дать отражение (или какой гранью кристалл повернут к падающему лучу) [7].

На практике часто применяют поликристаллический материал или спрессованный порошок с размером зёрен не более 1–2 мм. В огромном количестве беспорядочно ориентированных мелких кристалликов (областей когерентного рассеяния) найдется множество таких, для которых условие дифракции будет выполнимо [5]. При достаточном наборе ориентаций кристалликов рассеяние рентгеновских лучей определённой длины волны  $\lambda$  на поликристаллическом веществе даёт полную дифракционную картину, вид которой зависит от типа кристаллической решётки вещества [7].

## 2. Индексирование дифрактограмм кристаллов кубической сингонии

Под индексированием дифрактограммы понимают процесс установления индексов интерференции  $(HKL)$  дифракционных максимумов. Индексы интерференции определяются произведением индексов семейства плоскостей  $(hkl)$  и порядком отражения  $n$ , при которых образовался характерный рефлекс:

$$H = nh; K = nk; L = nl.$$

Зная индексы  $HKL$  какой-либо линии рентгенограммы, можно выяснить, за счёт какого порядка и от каких плоскостей получилось данное отражение. Например, рефлекс с индексами  $(200)$  получился в результате отражения от семейства плоскостей  $(100)$  второго порядка, а линия  $(300)$  – от плоскости третьего порядка этого же семейства

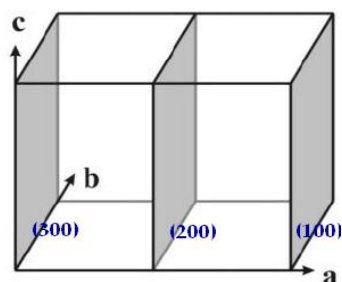


Рис. 1.4 – Пример обозначения плоскостей в элементарной ячейке, относящихся к семейству  $(100)$



(рис.1.4). Точно так же линия (420) получилась благодаря отражению второго порядка от плоскостей (210) и т.д. [3].

Обозначив  $d_{hkl} / n = d_{HKL}$ , формулу Вульфа – Брэггов можно переписать следующим образом:

$$2d_{HKL} \sin \theta_{HKL} = \lambda \text{ или } d_{HKL} = (\lambda / 2) \sin \theta_{HKL}. \quad (1.2)$$

Каждому значению  $\sin \theta_{HKL}$ , а также  $d_{HKL}$  соответствуют определённые значения индексов интерференции  $HKL$ . Зная длину волны используемого рентгеновского излучения и угол дифракции  $\theta_{HKL}$ , легко определить  $d_{HKL}$ .

Наиболее прост процесс индирования кристаллов кубической сингонии, т.к. она содержит всего один неизвестный параметр элементарной ячейки  $a$ , который можно определить, исходя из геометрических соображений  $a = d_{100} = d_{010} = d_{001}$  [7].

Межплоскостное расстояние  $d_{HKL}$  и индексы интерференции  $HKL$  кубического кристалла связаны с периодом (параметром) решетки  $a$  соотношением [6]:

$$\frac{1}{d_{HKL}^2} = \frac{H^2 + K^2 + L^2}{a^2}.$$

Данное выражение называют квадратичной формой. Из него следует, что ряд отношений квадратов межплоскостных расстояний  $d_{HKL}$  всех линий рентгенограммы должен соответствовать строго определённой последовательности целых чисел (ряду отношений сумм квадратов индексов), различной для решёток разного типа.

$$\frac{d_{H_i K_i L_i}^2}{d_{H_j K_j L_j}^2} = \frac{H_j^2 + K_j^2 + L_j^2}{H_i^2 + K_i^2 + L_i^2} = Q_i,$$

где  $i$  – указатель для первой линии, а  $j$  – указатель для последующей рассчитываемой линии.

Справедливым будет также выражение для квадратов синусов углов отражения:

$$\frac{\sin^2 \theta_j}{\sin^2 \theta_i} = \frac{H_j^2 + K_j^2 + L_j^2}{H_i^2 + K_i^2 + L_i^2} = Q_i.$$

Кубической сингонии соответствуют три типа кристаллических решёток Бравэ (рис. 1.5), характеризующих расположение материальных частиц в пространстве: Р-примитивная (ПК), I-объёмно-центрированная (ОЦК), F-гранецентрированная (ГЦК) [6].

Таблица 1.1 – Ряды  $Q_i$  для кубических решеток

Тип решётки	$Q_i$
Р-примитивная	1; 2; 3; 4; 5; 6; 8; 9; 10; 11
I-объёмно-центрированная	1; 2; 3; 4; 5; 6; 7; 8; 9; 10
F-гранецентрированная	1; 1,33; 2,66; 3,67; 4; 5,33; 6,33; 6,67; 8; 9

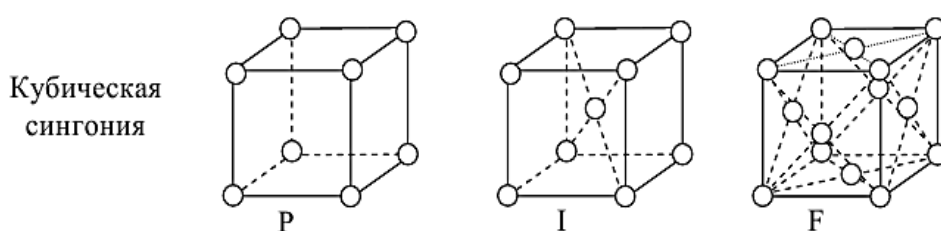


Рис. 1.5 – Типы кубических решёток

Ряды  $Q_i$  простой и ОЦК решёток сходны, но их дифракционные картины легко различаются. На дифрактограмме ОЦК первая линия проявляется интенсивнее, чем вторая, на дифрактограмме же простой решётки интенсивней вторая линия, чем первая. Следует отметить, что примитивная решётка встречается гораздо реже, чем ОЦК, а среди чистых металлов вообще не встречается [7].

В свою очередь каждая решётка имеет свой собственный набор плоскостей с соответствующими значениями  $HKL$ , от которых наблюдаются рефлексы и погасания рентгеновских лучей.

При дифракции от простой кубической решетки наблюдаются рефлексы от плоскостей с любыми значениями индексов. Для объёмно-центрированной кубической решетки наблюдаются отражения только от тех плоскостей, для которых сумма индексов четная. В случае гранецентрированной кубической решетки регистрируются рефлексы от тех плоскостей одной чётности, т.е. все три индекса должны быть чётные либо нечетные.

Поэтому, вычислив ряд отношений  $Q_i$ , можно легко определить тип кубической решётки, а затем характерную для неё последова-

тельность суммы индексов ( $H^2 + K^2 + L^2$ ). После чего определяются индексы интерференции  $HKL$ , которые расположены в следующей последовательности  $H \geq K \geq L$  [6].

Возможные индексы интерференции и сумма их квадратов для кубических решёток приведены в таблице 1.2 [7]. Некоторые числа, такие как 7, 15, 23, 28, 31, 39, 47, 55, 60, 63, 71, 79, 87, 92, 95 и т.д., не могут быть представлены суммой квадратов целых чисел. Некоторые значения сумм квадратов индексов могут быть разбиты несколькими способами [2].

Таблица 1.2 – Индексы интерференции для первых десяти линий наиболее важных кубических решёток

Номер линии в порядке возрастания угла $\theta$	Простая кубическая (ПК)		Объёмно-центрированная (ОЦК)		Гранецентрированная (ГЦК)	
	$H^2 + K^2 + L^2$	HKL	$H^2 + K^2 + L^2$	HKL	$H^2 + K^2 + L^2$	HKL
1	1	100	2	110	3	111
2	2	110	4	200	4	200
3	3	111	6	211	8	220
4	4	200	8	220	11	311
5	5	210	10	310	12	222
6	6	211	12	222	16	400
7	8	220	14	321	19	331
8	9	300, 221	16	400	20	420
9	10	310	18	411, 330	24	422
10	11	311	20	420	27	333, 511

Индексировать кристаллы других сингоний значительно труднее, так как они имеют большее количество неизвестных параметров.

### Порядок выполнения работы

1. По изображению дифрактограммы кубической сингонии, представленной в приложении №1, определите угловые положения для каждого дифракционного максимума  $2\theta$ .
2. Вычислите углы  $\theta$ ,  $\sin\theta_{HKL}$ .
3. Запишите значение длины волн, указанные на графиках.

4. Полученные значения занесите в таблицу 1.3.

Следует учесть, что рабочая длина волны  $\lambda$  представляет собой дублет  $K\alpha_{1,2}$ . В малоугловой области ( $2\theta < 45^\circ$ ) пики  $\lambda_{K\alpha_1}$  и  $\lambda_{K\alpha_2}$  обычно сливаются в один практически симметричный пик. При углах «отражения» ( $2\theta \approx 40 - 60^\circ$ ) появляется «платформа» в виде компоненты  $\lambda_{K\alpha_2}$ . В обоих случаях положения  $2\theta$  измеряются на высоте  $\frac{1}{2}$  от основания как среднее углов, отвечающих точкам с одинаковой интенсивностью, а длина волны дифракционного максимума определяется как  $\lambda_{K\alpha} = \frac{1}{3}(2\lambda_{K\alpha_1} + \lambda_{K\alpha_2})$ .

При больших углах «отражения» ( $2\theta \approx 60 - 80^\circ$ ) дублет разрешается. Тем не менее при правильном расчёте это даёт одну и ту же величину  $d_{HKL}$ , но более точные результаты даёт интенсивный пик  $\lambda_{K\alpha_1}$ . Поэтому при индентировании рентгенограммы в данной области расчёт производится только одному пику  $\lambda_{K\alpha_1}$  (пик  $\lambda_{K\alpha_2}$  не учитывается). Максимумы, соответствующие большим углам, представлены на дифрактограмме в увеличенном виде [4].

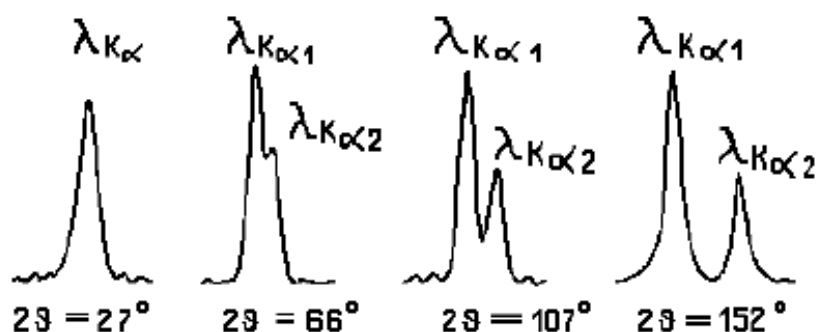


Рис. 1.6 – Характер дифракционных максимумов дублета  $K\alpha_1\alpha_2$

Используя условие Вульфа – Брэггов (1.2), произведите расчёт межплоскостных расстояний  $d_{HKL}$ , принимая значение погрешности равной 1% ( $d_{HKL} \pm 1\%$ ). При этом десятые (сотые) доли градуса для значения угла  $\theta$  необходимо перевести в минуты. Например, если  $\theta = 16,82^\circ$ , тогда из  $x:60 = 82:100$  следует, что  $x=49$ ,  $\theta = 16^\circ 49'$ . Полученные значения  $d_{HKL}$ , превышающие  $4\text{Å}$ , можно приводить с точностью до второго знака после запятой, в остальных случаях – до третьего знака. Результаты вычислений занести в таблицу 1.3.

Рассчитайте ряд значений  $Q_i$  для всех линий рентгенограммы и определите тип кристаллической решётки. Полученные данные занесите в таблицу 1.3.

Определите ряд значений сумм квадратов индексов и индексы интерференции  $HKL$ . Установленные значения также занесите в таблицу 1.3.

Из формулы 1.3 выразите и рассчитайте параметр  $a$  элементарной ячейки кристалла одной из линий рентгенограммы.

При возможности произведите расчёт по нескольким линиям с большими углами  $\theta$ . Тогда ошибка в первом приближении для разных линий может быть подсчитана по формуле  $\Delta a = a \operatorname{ctg} \theta \Delta \theta$ . Поскольку  $\Delta a$  зависит от  $\theta$ , значения  $a$ , полученные по разным линиям, нельзя просто усреднить.

В качестве окончательной величины  $a$  следует принять либо значение для линии с максимальным углом  $\theta$ , либо среднее из значений для последних линий с углами  $\theta > 70^\circ$ , либо построить график  $a = f(\theta)$  и экстраполировать величину  $a$  до угла  $\theta = 90^\circ$  [3].

Таблица 1.3 – Индексирование рентгенограммы

Порядок отражения, $n$	$2\theta^\circ$	$\theta^\circ$	$\sin \theta_{HKL}$	$\lambda, \text{Å}$	$d_{HKL}$	$Q_i$	$H^2 + K^2 + L^2$	$HKL$
1								
2								
...								
$n$								

$$a = \underline{\hspace{2cm}} \text{Å}, \Delta a = \underline{\hspace{2cm}} \text{Å}.$$

### Контрольные вопросы

1. Каковы причины возникновения дифракции рентгеновских лучей на кристаллических структурах?
2. Какие параметры связывает между собой уравнение Вульфа – Брэггов?
3. Почему дифракционная картина от неподвижного монокристалла какого-либо вещества даёт один-два максимума?

4. С какой целью производят вращение кристалла при записи рентгеновского спектра?
5. В чём преимущество порошковой дифракции?
6. Каким образом регистрируются дифракционные максимумы? Какой метод имеет большие преимущества?
7. В чём состоит процесс индифференцирования дифрактограммы?
8. Чем отличаются индексы  $hkl$  и  $HKL$ ?
9. Какие решётки Бравэ кубической сингонии вам известны? Почему каждая из них характеризуется собственным набором наблюдаемых рефлексов? Как расположены атомы в этих решётках?
10. Как определить тип решётки Бравэ?
11. Как определить индексы интерференции  $HKL$ ?
12. Как можно определить параметр кубической ячейки?

### Список литературы

1. Методы исследования текстур в материалах : учеб.-метод. пособие [Текст] / М.Л. Лобанов [и др.]. – Екатеринбург : Изд-во Уральского ун-та, 2014. – 115 с.
2. Миркин, Л.И. Справочник по рентгеноструктурному анализу поликристаллов [Текст] / под ред. Г.А. Гольдера. – М. : Гос. изд-во физ.-мат. лит-ры, 1961. – 863 с.
3. Рентгеновская дифрактометрия поликристаллов : метод. указания к лаб. раб. по диагностике материалов [Текст] / Д.Б. Шустов [и др.]. – СПб. : Учреждение РАН физ-тех ин-т им. А.Ф. Иоффе РАН, 2011. – 23 с.
4. Рентгеновский фазовый анализ : учеб. электрон. текст. издание [Текст] / А.К. Штольц [и др.]. – Екатеринбург : Изд-во Уральского гос. тех. ун-та, 2005. – 24 с.
5. Савельев, И.В. Курс общей физики : учеб. пособие. В 3 т. Т. 2. Электричество и магнетизм. Волны. Оптика [Текст] / И.В. Савельев. – 3-е изд., испр. – М. : Наука, 1988. – 496 с.
6. Фалеев, Д.С. Дифракция рентгеновских лучей на поликристаллах кубической системы : метод. указания по выполнению лабораторной работы [Текст] / Д.С. Фалеев. – Хабаровск : Изд-во ДВГУПС, 2012. – 16 с.

7. Физический практикум : в 3 т. Т. 3. Волновая и квантовая оптика : учеб. пособие [Текст] / под ред. С.В. Старенченко. – Томск : Изд-во Том. гос. архит.-строит. ун-та, 2011. – 132 с.

8. Физическое материаловедение : учебник для вузов : в 6 т. Т. 3. Методы исследования структурно-фазового состояния материалов [Текст] / Н.В. Волков [и др.]. – М. : МИФИ, 2008. – 808 с.

## Лабораторная работа №2 КАЧЕСТВЕННЫЙ ФАЗОВЫЙ АНАЛИЗ ВЕЩЕСТВА КУБИЧЕСКОЙ СИНГОНИИ

Цели:

- определить фазовый состав вещества кубической сингонии;
- записать его стехиометрическую формулу.

### Теоретическая часть

#### 1. Метод рентгенофазового анализа

В различных отраслях промышленности: металлургической, химической, электронной, а также при выполнении научных исследований важно знать химический и фазовый состав материала. Одним из современных методов изучения строения и определения фазового состава является метод рентгенофазового анализа (РФА), в основу которого положено явление дифракции рентгеновских лучей на кристаллической решётке.

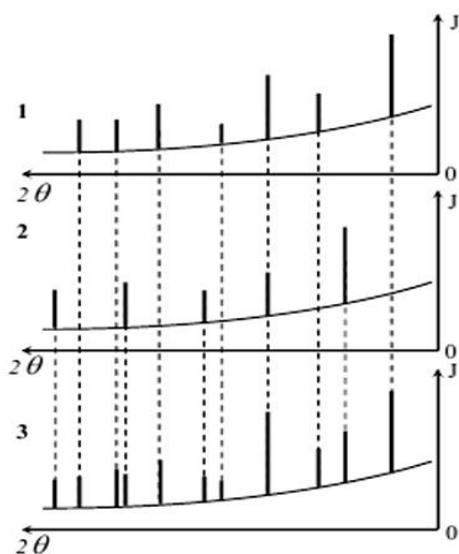


Рис. 2.1 – Дифрактограмма смеси веществ – сумма дифрактограмм, входящих в его состав фаз:

1, 2 – чистые фазы; 3 – смесь фаз

Если анализируемый материал представляет собой механическую смесь из нескольких фаз, то полученная рентгенограмма является результатом наложения их индивидуальных рентгенограмм (рис. 2.1) [1], причём положение рефлексов, относящихся к отдельным фазам, не меняется, а относительная интенсивность зависит от содержания фаз в данной смеси [3].

Под фазой понимают часть однородного, равновесного состояния вещества, отделённую от других его частей границей раздела, при переходе через которую свойства меняются скачком [4]. Каждая фаза имеет свою кристаллическую решётку, определяющую распределение атомов (интенсивность рефлексов), характеризуется только ей присущим набором межплоскостных расстояний  $d_{hkl}$  [5], собственными углами интерференции. Каждое вещество имеет собственную уникальную дифрактограмму.



Так, из рис. 2.2 видно, что наиболее интенсивными являются рефлексы Cu, а самыми слабыми – Cu<sub>2</sub>O. Следовательно, в исследуемом образце меди содержится значительно больше, чем CuO и Cu<sub>2</sub>O [4].

Наличие или отсутствие того или иного соединения в исследуемом веществе можно определить путём сравнения относительных интенсивностей рефлексов  $I_{HKL}$  от присущих им значений межплоскостных расстояний  $d_{HKL}$  данной рентгенограммы с эталонными данными индивидуальных соединений [3].

Такие сведения в настоящее время наиболее полно представлены в «Рентгенометрической картотеке», издаваемой до 1970 года Американским обществом по испытанию материалов (ASTM) [1], а также в международной базе данных PDF-2 (Powder Diffraction File-2), выпускаемой компанией ICDD – International Center for Diffraction Data [3]. Менее полными являются справочники, изданные на русском языке [4]. Таким образом, рентгенофазовый анализ сводится к идентификации кристаллических фаз.

## 2. Стехиометрическая формула вещества

Зная параметры элементарной ячейки исследуемого вещества, можно определить, какое количество атомов химического соединения приходится на её объём, т.е. число структурных единиц  $Z$  (целое число всегда  $>1$ ).

$$Z = \frac{\rho V N_a}{M} \quad (2.1)$$

где  $\rho$  – плотность вещества (кг/м<sup>3</sup>),  $V$  – объём элементарной ячейки (м<sup>3</sup>),  $N_a$  – число Авогадро ( $6 \cdot 10^{23}$  моль<sup>-1</sup>),  $M$  – молярная масса вещества (кг/моль) [2].

Зная тип кристаллической решётки (распределение частиц вещества) и основываясь на подсчёте числа атомов каждого сорта в элементарной ячейке, можно определить стехиометрическую формулу вещества.

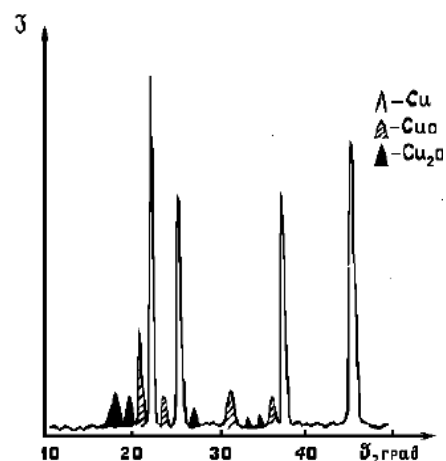


Рис. 2.2 – Дифрактограмма смеси трех фаз

Рассматривая расположение атомов в элементарной ячейке кристалла кубической сингонии, можно увидеть, что если атом находится в её центре (внутри), то он принадлежит ей полностью. Атом, находящийся в центре грани, принадлежит одновременно двум ячейкам – данной и смежной с ней. Поэтому данной ячейке принадлежит половина этого атома. Атом, находящийся на вершине ячейки, принадлежит одновременно 8 ячейкам, поэтому на одну ячейку приходится  $1/8$  его часть. От каждого атома, занимающего позицию на ребре ячейки, принадлежит  $1/4$  часть.

Так, если число атомов, приходящихся на одну элементарную ячейку сорта А, равно  $n$ , а атомов сорта В равно  $m$ , то коэффициенты при стехиометрической формуле вещества АВ определяются из соотношения  $n:m$ . Например, в структуре вещества число структурных единиц типа А равно 4, а типа В – 8. Отсюда  $A:B=4:8=1:2$ , тогда стехиометрическая формула соединения будет иметь вид  $AB_2$  [6].

Если стехиометрическая формула известна, количество атомов того или иного элемента, приходящихся на одну элементарную ячейку, можно определить умножением коэффициентов этой формулы на  $Z$  [2].

Стехиометрическую формулу можно также определить, зная чему равно координационное число (к. ч.) атома каждого сорта – число ближайших однотипных соседних атомов (ионов) к какому-либо другому атому (иону). Тогда прямые линии, соединяющие их центры, образуют вокруг атома другого типа координационный многогранник (к. м).

Так, в структуре каменной соли (рис.2.3) каждый ион натрия окружают шесть ближайших ионов хлора, расположенных по вершинам октаэдра (к. ч.  $Na_{Cl} = 6$ ). Такое же окружение характерно и для ионов хлора относительно ионов натрия (к. ч.  $Cl_{Na} = 6$ ). Отношение координационных чисел  $6:6=1:1$  определяет коэффициенты стехиометрической формулы. Следовательно, стехиометрическая формула каменной соли  $NaCl$  [6].

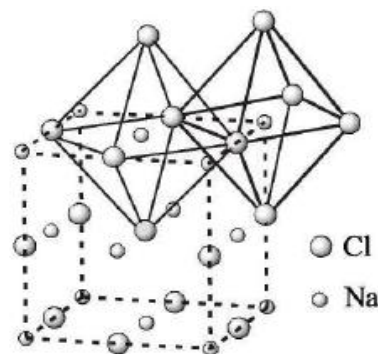


Рис. 2.3 – Элементарная ячейка структуры  $NaCl$

## Порядок выполнения работы

По изображению дифрактограммы, используемой в предыдущей работе, определите в относительных единицах<sup>1</sup> значения интенсивностей  $I_{HKL}$  дифракционных максимумов. Полученные данные занесите в таблицу 2.1.

Значения  $d_{HKL}$ , полученные в предыдущей работе, для данной рентгенограммы также занесите в таблицу 2.1.

Таблица 2.1 – Данные исследуемого вещества

Порядок отражения, $n$	$d_{HKL}$ , Å	$I_{HKL}$ , отн. ед.
1		
2		
...		
$n$		

Используя карточки дифракционных данных эталонных веществ, находящихся в приложении №2, с характерными для них значениями  $I_{HKL}$  и  $d_{HKL}$ , произведите фазовый анализ по следующему алгоритму:

1. Выбрав самый интенсивный (главный) рефлекс  $I_{HKL}$  анализируемой рентгенограммы в интервале межплоскостного расстояния  $d_{HKL} \pm 1\%$ , проверьте, существуют ли в данном интервале значения главных рефлексов  $I_{HKL}^*$  у веществ эталонных рентгенограмм<sup>2</sup>.

2. Если главный рефлекс  $I_{HKL}^*$  эталонной рентгенограммы лежит в интервале  $d_{HKL} \pm 1\%$ , значит, вероятность присутствия его фазы в данном веществе существует. Если хотя бы одно сильное диагностическое отражение отсутствует на исследуемой рентгенограмме, то данное вещество исключается из списка возможной фазы.

3. Иногда для подтверждения присутствия той или иной фазы достаточно, чтобы последующие четыре главных максимума исследуемой рентгенограммы совпадали с положениями главных рефлексов

---

<sup>1</sup>При измерении в относительных единицах интенсивность самого сильного рефлекса принимается равной 100% ( $I_0=100\%$ ), а интенсивности других отражений в долях этого отражения:  $I_n/I_0$ .

<sup>2</sup>Международным союзом кристаллографов было принято, что две линии совпадают, если отвечающие им значения  $d_{HKL}$  не отличаются друг от друга более, чем на 0.03 Å.

эталонной рентгенограммы. Присутствие предполагаемой фазы доказано, если проявились все характерные для нее рефлексy<sup>3</sup>.

Сделайте вывод о фазовом составе исследуемого вещества и для доказательства постройте таблицу со значениями  $I_{hkl}$  и  $d_{hkl}$  найденной фазы.

По значению его постоянной решётки  $a$  (из пред. работы) рассчитайте объём элементарной ячейки  $V$ .

Определив плотность и молярную массу вещества по формуле 2.1, рассчитайте число структурных единиц  $Z$ .

Постройте элементарную ячейку исследуемого вещества. Пример ячеек двухкомпонентных веществ, используемых в работе, приведён на рисунке 2.4.

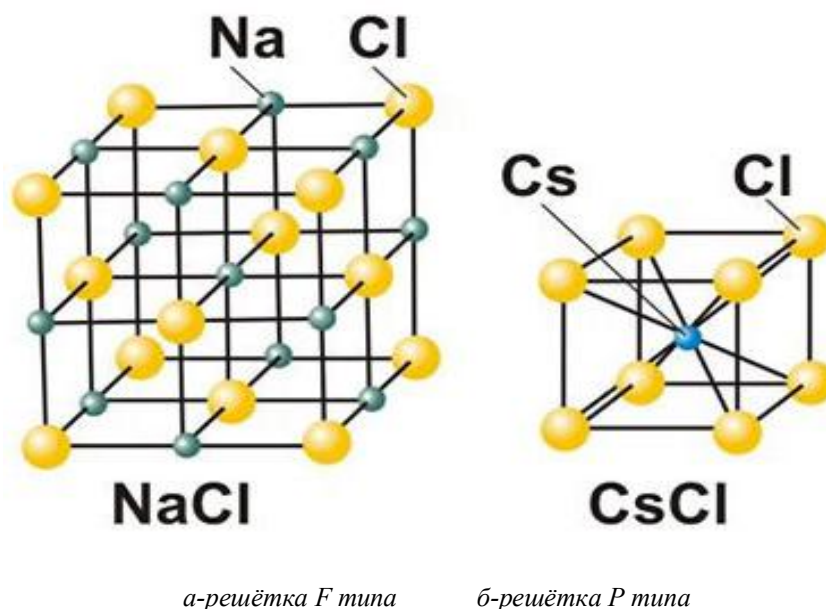


Рис. 2.4 – Элементарные ячейки кристаллических структур NaCl и CsCl

Рассчитайте, сколько атомов каждого элемента приходится на одну элементарную ячейку.

---

<sup>3</sup> В случаях, когда рентгенограмма содержит в себе несколько фаз, после нахождения одной из них всегда остаются не идентифицированные рефлексy, из которых также выбирается наиболее интенсивный, и дальнейший анализ присутствия той или иной кристаллографической фазы продолжается по пунктам 1–3.

Положение атома в элементарной ячейке	Атомы сорта А			Атомы сорта В		
	Объём, входящий в ячейку	Число атомов	Всего на ячейку приходится	Объём, входящий в ячейку	Число атомов	Всего на ячейку приходится
В вершине						
В середине ребра						
В центре грани						
В центре ячейки						
Количество атомов каждого элемента						

Запишите стехиометрическую формулу исследуемого вещества. Умножив  $Z$  на коэффициенты стехиометрической формулы, проверьте пункт 8.

Определите пространственную группу данного вещества, зная, что символ пространственной группы кубической сингонии состоит из четырёх позиций. На первой позиции указывается тип ячейки Бравэ; на третьей позиции всегда стоит цифра 3, означающая четыре оси 3-го порядка вдоль направлений  $\langle 111 \rangle$ ; на второй – плоскости  $m$  (или оси 4-го порядка), параллельные координатным направлениям  $\langle 001 \rangle$ ; на четвёртой – плоскости  $m$  (или оси 2-го порядка), параллельные диагональным направлениям граней  $\langle 110 \rangle$ . В данной работе используются вещества, относящиеся к одному классу симметрии  $m\bar{3}m$  (2–4 позиции, следующие за типом ячейки) [6].

### Контрольные вопросы

1. Какое явление положено в основу метода рентгенофазового анализа (РФА)?
2. Для чего необходим РФА?
3. Что понимают под фазой? Чем она характеризуется?
4. Как формируется дифрактограмма сложного вещества?
5. От чего зависит относительная интенсивность на рентгенограмме смеси фаз?
6. Как определить наличие или отсутствие того или иного соединения в исследуемом веществе?

7. Какие данные необходимы для проведения РФА?
8. Каков алгоритм проведения РФА?
9. Что показывает число структурных единиц?
10. Как рассчитать количество атомов того или иного элемента, приходящееся на одну элементарную ячейку?
11. Что отражает стехиометрическая формула?
12. Что характеризует координационное число?
13. Что называют координационным многогранником?

### Список литературы

1. Астапова, Е.С. Основы рентгеноструктурного анализа. Спец. практикум по рентгеноструктурному анализу : учеб.-метод. комплекс дисциплины для студентов очной формы обучения по специальности 010701 – «Физика» [Текст] / Е.С. Астапова. – Благовещенск : Амурский гос. ун-т, 2006. – 172 с.
2. Князев, А.В. Основы рентгенофазового анализа : учеб.-метод. пособие [Текст] / А.В. Князев, Е.В. Сулейманов. – Н. Новгород : Нижегородский гос. ун-т им Н.И. Лобачевского, 2005. – 23 с.
3. Приборы и методы рентгеновской и электронной дифракции : учеб. пособие [Текст] / П. Чижов [и др.]. – М. : Московский физ.-тех. ин-т, 2011. – 152 с.
4. Рентгеновский фазовый анализ : учеб. электрон. текст. издание [Текст] / А. К. Штольц [и др.]. – Екатеринбург : Изд-во Уральского гос. тех. ун-та, 2005. – 24 с.
5. Рентгенофазовый анализ нанопорошков : метод. указания к выполнению лаб. раб. по курсу «Отрасли nanoиндустрии» [Текст] / И.А. Курзина [и др.]. – Томск : Изд-во Томского политехн. ун-та, 2010. – 14 с.
6. Шаскольская, М.П. Кристаллография : учеб. пособие для вузов [Текст] / М.П. Шаскольская. – 2-е изд., перераб. и доп. – М. : Высш. шк, 1984. – 376 с.

# Лабораторная работа №3

## ВИЗУАЛИЗАЦИЯ И УТОЧНЕНИЕ КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ СТРУКТУР КУБИЧЕСКОЙ СИНГОНИИ

### Цели:

– познакомиться с методом визуализации кристаллических структур и моделирования их рентгенограмм в программном обеспечении PowderCell;

– произвести фазовый анализ и уточнение кристаллической структуры вещества кубической сингонии.

### Теоретическая часть

#### 1. Сплошное и характеристическое рентгеновское излучение

Рентгеновское излучение от трубки можно разделить на сплошное (белое излучение) и характеристическое (рис. 3.1) [1]. Сплошной спектр характеризуется непрерывной полосой различных длин волн и является следствием неупругого торможения ускоренных электронов в поле ядер атомов анода [3]. При достаточно высоком рабочем напряжении на непрерывный спектр накладывается характеристическое излучение, представленное дискретными по длине волны электромагнит-

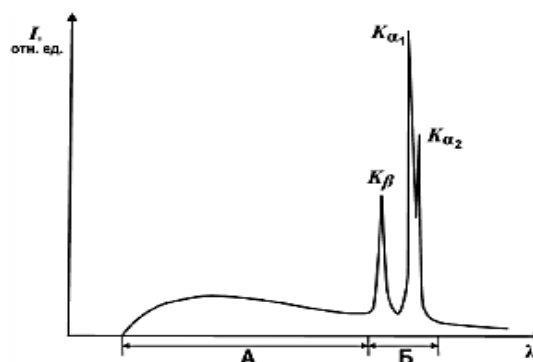


Рис. 3.1 – Спектр рентгеновской трубки А – область тормозного излучения, Б – область характеристического излучения

ными колебаниями [4]. Возникновение данного излучения связано с «выбиванием» электронами катодного излучения летящих с большой скоростью электронов с внутренних оболочек атомов анода. При этом вакантное место занимают электроны с более удалённой орбиты, а избыток энергии летящего электрона реализуется в виде излучения [3]. Так, при выбивании электрона с К-оболочки (рис. 3.2) возможен переход электронов с L-уровня (возникает  $K\alpha$ -излучение) или с М-уровня (возникает  $K\beta$ -излучение) [2].

В практике рентгеноструктурного и рентгенофазового анализа используют рентгеновское излучение К-серии, поскольку интенсивность его линий заметно выше по сравнению с другими сериями [4]. К-серия содержит в себе практически три линии, две из которых представляют собой дублет  $K\alpha_1$ - $K\alpha_2$  с примерно постоянной для всех элементов разницей  $\Delta\lambda$  длин волн, в

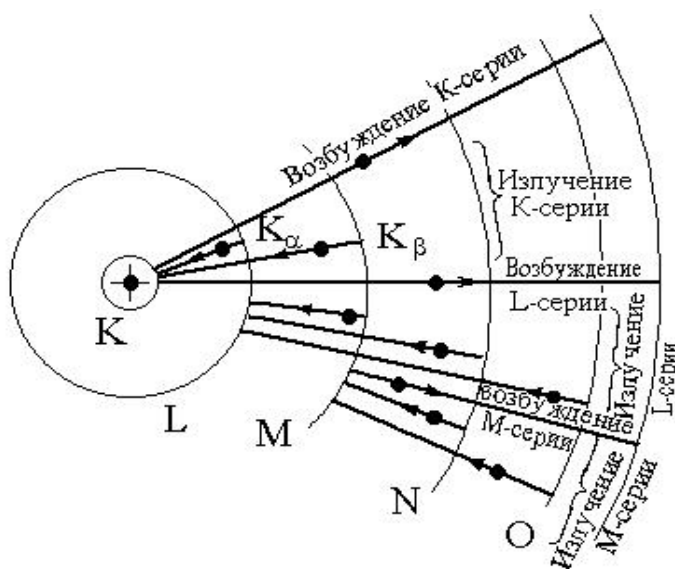


Рис. 3.2 – Схема возникновения характеристического спектра рентгеновских лучей

результате чего отношение  $\Delta\lambda/\lambda$  растёт по мере увеличения атомного номера элемента (0,007 для Cr и 0,023 для W) [2]. Другая линия представляет собой  $K\beta$ -излучение, интенсивность которого на несколько порядков ниже  $K\alpha_1\alpha_2$ -излучения.

Следует помнить, что дифракция рентгеновских лучей есть результат зеркального «отражения» волн от системы атомных плоскостей в кристаллической решетке. Для получения качественной рентгенограммы необходимо монохроматическое излучение. Для этой цели достаточно перед исследуемым образцом поставить фильтр<sup>4</sup>, который способен во много раз ослабить излучение с длиной волны  $K\beta$ . Оставшееся  $K\alpha$ -излучение можно считать монохроматическим, несмотря на то, что всегда присутствует излучение со сплошным спектром, дающее на дифрактограмме фон. Аналогичным способом можно избавиться и от вторичного характеристического (флуоресцентного)<sup>5</sup> излучения, вуалирующего дифрактограмму. Также для анализа исследуемого вещества необходимо получить достаточное количество рентгеновских дифракционных максимумов [6].

<sup>4</sup> Фильтром может служить тонкая фольга из вещества, содержащего элемент или состоящего целиком из элемента, порядковый номер которого на единицу, а для тяжелых анодов – на две, меньше порядкового номера атомов вещества анода.

<sup>5</sup> Интенсивное вторичное излучение возникает в том случае, если атомный номер вещества анода на 2–3 единицы больше атомного номера элементов, входящих в состав исследуемого образца.



В связи с тем, что основная часть энергии летящих электронов уходит на нагревание материала анода, а очень малая часть трансформируется в излучение, в качестве антикатодов используются исключительно тугоплавкие металлы, либо хорошие проводники [2]. Материалы, используемые для рентгеновского излучения, представлены в таблице 3.1.

Таблица 3.1 – Материалы, используемые в качестве анода

Материал анода	Атомный номер	$\lambda_{K\alpha 1}, \text{Å}$	$\lambda_{K\alpha 2}, \text{Å}$	$\lambda_{K\beta}, \text{Å}$
Cr (хром)	24	2,2900	2,2939	2,0851
Mn (марганец)	25	2,1021	2,1060	1,9104
Fe (железо)	26	1,9363	1,9402	1,7568
Co (кобальт)	27	1,7892	1,7931	1,6210
Ni (никель)	28	1,6581	1,6619	1,5003
Cu (медь)	29	1,5407	1,5446	1,3924
Zr (цирконий)	40	0,7860	0,7902	0,7018
Nb (ниобий)	41	0,7463	0,7505	0,6658
Mo (молибден)	42	0,7094	0,7137	0,6324
Ag (серебро)	47	0,5595	0,5639	0,4971
W* (вольфрам)	74	0,2090	0,2139	0,1844

Чаще всего используются рентгеновские трубки с медным анодом. Из-за хорошей теплопроводности меди они выдерживают большие нагрузки. Излучение с более короткой длиной волны, чем  $\lambda_{K\alpha Cu}$ , для фазового анализа используется редко, так как при съемке на коротковолновом излучении дифракционные линии «собраны» в малых углах и плохо разрешаются [6].

### Порядок выполнения работы

#### Задание 1

1. Запустить программу загрузить PowderCell.
2. Используя меню File => New, постройте по одной кристаллической структуре простых соединений для каждой пространственной группы, приведенных в таблице 3.2, и проверьте правила погасания:

---

\*Линии К-серии вольфрама никогда не используются в качестве монохроматического излучения. Начиная с цезия, в качестве обычно используемых длин волн служат линии L-серии.

- для ОЦК I-решетки разрешены только те рефлексы, сумма индексов которых образует чётное число;
- для структурного типа алмаза – рефлексы одинаковой четности, сумма которых делится на 4;
- для ГЦК F-решетки – рефлексы одинаковой четности.

Таблица 3.2 – Некоторые простые соединения кубической сингонии

	Номер пространственной группы	Структура	Параметры элементарной ячейки, Å	Число структурных единиц (Z)	Координаты атомов
1	229 (Im3m)	Na (натрий)	4,2906	2	(0, 0, 0)
		Ti (титан)	3,3200	2	
		Ta (тантал)	3.2959	2	
2	227 (Fd3m)	C (алмаз)	3.5667	8	(0, 0, 0) или $\left(\frac{3}{4}, \frac{1}{4}, \frac{3}{4}\right)$
		Ge (германий)	5,6576	8	
		Si (кремний)	5.4309	8	
3	225 (Fm3m)	Pt (платина)	3,9231	4	(0, 0, 0)
		Ni (никель)	3.5238	4	
		Al (алюминий)	4.0494	4	

Выбрав пункт New, на экране можно увидеть диалоговое окно ввода структурных данных (рис. 3.3), где по умолчанию заполнены некоторые поля. Их необходимо отредактировать:

- в поле *name* укажите название моделируемой структуры;
- в поле *space-group* введите номер, соответствующей пространственной группе;
- номер кристаллографической установки *setting* принять равным 1;
- используя данные таблицы 3.2, введите необходимые параметры элементарной ячейки;
- в графе *name* укажите название атома, а в графе *ion* название его иона. Первый символ иона необходимо ввести с заглавной буквы, одновременно с этим в ячейке Z отобразится его заряд. При учёте ионного радиуса кликните по иконке *structure representation options* и выберите соответствующее обозначение;
- в ячейки *x*, *y*, *z* введите координаты атома.

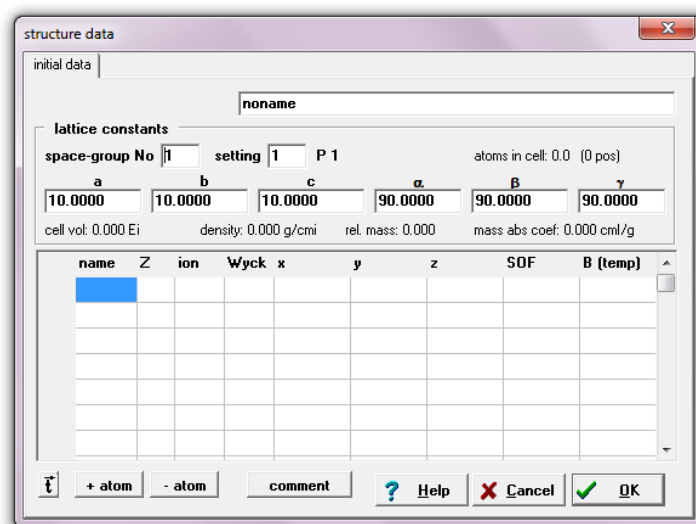


Рис. 3.3 – Окно ввода структурных данных

Нажмите *OK*. На экране появится окно с изображением элементарной ячейки.

Убедится в том, что ячейка построена правильно можно кликнув по иконке *structure / space group information*, содержащей информацию о ПСТ (правильной системе точек) для данной ПГС (пространственной группы симметрии). Во вкладке *space group* (рис. 3.4) указаны возможные координаты позиций исходной точки и её кратность (число точек системы, приходящихся на одну элементарную ячейку). Так, если на одну элементарную ячейку приходится 2 атома какого-либо вещества, его координаты будут соответствовать позиции  $2a^6$ . В зависимости от введенных координат атома при построении структуры в ячейке *Wyck* автоматически указывается их кратность.

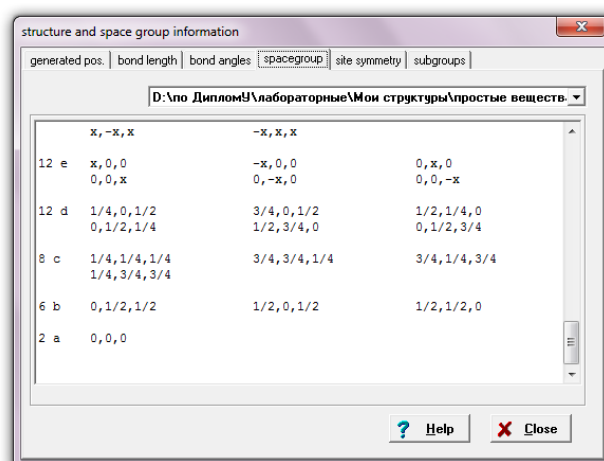


Рис. 3.4 – Окно *Structure and space group information*

<sup>6</sup>В случае, если на одну элементарную приходится равное число атомов, то координаты одного из них будут соответствовать позиции *a*, а координаты другого позиции *b*.

В случае ошибки изменить исходные данные можно кликнув по иконке *edit initial data*, расположенной слева от иконки *structure / space group information*.

3. Произведите различные манипуляции с элементарной ячейкой при помощи групп иконок расположенных справа (рис. 3.5).

4. Для отображения рентгенограммы данной структуры кликните по иконке *diffraction on / off* (рис. 3.6).



Рис. 3.6 – Группа иконок, позволяющая варьировать условия эксперимента



Рис. 3.5 – Группа иконок для манипуляции э. я.

5. Кликнув по иконке *experimental parameter*, в поле *source* выберите источник излучения X-ray, выставите тип излучения  $Cu_{K\alpha 1}$ .

6. Кликнув по иконке *phase options*, пик максимальной интенсивности (*linemaximum*) примите равным 100.

7. Используя меню *Show HKL* или выпадающее меню для смены обозначений рефлексов (рис. 3.7), убедитесь в выполнении закона погасания.

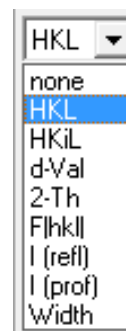


Рис. 3.7 – Выпадающее меню для смены обозначений

8. Произведите манипулирование рентгенограммы при помощи активных в данный момент иконок, расположенных выше выпадающего меню.

9. Используя меню *File => Save*, сохраните построенную структуру.

## Задание 2

1. Постройте элементарную ячейку для структуры вещества, состав которой был вами определён в предыдущей работе. Необходимые данные представлены в таблице 3.3.

Таблица 3.3 – Кристаллографические данные структур кубической сингонии, дифрактограммы которых представлены в приложении №1

Номер пространственной группы	Структура	Параметры элементарной ячейки, Å	Число структурных единиц(Z)	Координаты атомов
225 (Fm3m)	AgBr	5,7800	4	4a: (0, 0, 0), 4b: $\left(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, \frac{1}{2}\right)$
	AgCl	5,5500	4	
	AgF	4,9300	4	
	KBr	6,6000	4	
	KCl	6,2900	4	
	KF	5,3400	4	
	LiBr	5,5000	4	
	LiCl	5,1400	4	
	LiF	4,0300	4	
	NaBr	5,9700	4	
	NaCl	5,6300	4	
NaF	4,6300	4		
221 (Pm3m)	AgZn	3,1560	1	4a: (0, 0, 0), 4b: $\left(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, \frac{1}{2}\right)$
	AlFe	2,9030	1	
	CoAl	2,8620	1	
	CsBr	4,2960	1	
	CsCl	4,1230	1	
	NiAl	2,8880	1	
	NiTi	2,9720	1	
	TiCl	3,8410	1	

2. Сравните полученную рентгенограмму (данные  $2\theta$ ,  $d_{HKL}$ ,  $I_{HKL}$ ,  $HKL$ ) с той, которая была вам дана для анализа.

3. Изменяя длину волны рентгеновского излучения от максимальной (Cr) до минимальной (Ag), проследите за изменением дифракционных линий. Дайте объяснение увеличению числа дифракционных линий при уменьшении длины волны.

4. Получите рентгенограмму, используя в качестве материала анода вольфрам (W), интерпретируйте полученный результат.

5. Используя данные таблицы 3.3, постройте элементарную ячейку какой-либо одной структуры другой группы.

### Задание 3

Произведите фазовый анализ и последующее уточнение кристаллической структуры.

1. В меню *Diffraction* выберите пункт *Diffraction ON* (появится пустое окно *powder pattern*).

2. Из папки «экспериментальные рентгенограммы», расположенной в папке данной программы, при помощи меню *Diffraction => Load powder* загрузите любую из предложенных рентгенограмм<sup>7</sup>.

3. Произведите фазовый анализ, загружая через меню *File=>Load* из папки «структуры» возможные из них. Одновременно можно открывать несколько структур. Фаза считается определённой, если вид дифракционных максимумов рентгенограмм примерно одинаков и угловые положения экспериментальной рентгенограммы полностью совпадают с угловыми положениями структуры.



Рис. 3.8 – Нижняя группа иконок для манипулирования рентгенограмм



Рис. 3.9 – Иконки для уточнения структуры

4. Запишите название найденной структуры, её параметры.

5. Из нижней группы иконок (рис. 3.8), предназначенных для манипуляции рентгенограмм, выберете *show difference*, показывающую невязку (расходимость) данных рентгенограмм.

6. В верхней части окна *powder pattern* приведены значения трёх факторов недоверности:  $R_p$  – профильный фактор недоверности,  $R_{wp}$  – весовой профильный фактор,  $R_{exp}$  – ожидаемый фактор.

Перепишите значения данных факторов и для их снижения произведите уточнение структуры, используя иконки *refinement parameters* и *start refinement* (рис. 3.9). Уточнение считается корректным, если значения данных факторов не

превышают 10–15%.

Первая вкладка диалогового окна *refinement parameters general* позволяет перед процедурой уточнения установить значения таких параметров, как фактор шкалы, изотропный тепловой фактор ( $B_0$ ), смещение нуля, параметры полинома фона, количество итераций (циклов уточнения). Изменив или отметив нужные параметры, кликните по кнопке *Start* или нажмите *OK* и кликните по иконке *start refinement*.

<sup>7</sup>Загружаемый файл должен иметь расширение \*.x\_u и представлять собой два столбца: значения интенсивности  $I_{HKL}$  от  $2\theta$ .

Вторая вкладка *lattice / profile* позволяет изменить параметры ячейки и профильные параметры.

Третья вкладка *atoms* позволяет задавать значения тепловых параметров атомов или групп атомов, принадлежащих одной ПСТ, (B) и параметры заселённости атомных позиций (SOF). Также можно варьировать координаты тех атомов, которые принадлежат ПСТ общего положения. Координаты частного положения варьироваться не могут. Данные параметры рекомендуется уточнять сначала для более тяжёлых атомов, а затем – для более лёгких.

Нижние кнопки – *reset back ground, same maxima* – группы иконок для манипулирования рентгенограммы (рис. 3.8), которые позволяют сгладить неяску после процедуры уточнения.

В четвёртой вкладке *results* отображается результат произведённого уточнения.

В пятой вкладке *standard limits* можно изменить пределы, в которых при уточнении происходит их варьирование. Кнопка *Set limits* позволяет сохранить изменения.

Кнопка *reset param*, имеющаяся в каждой вкладке, позволяет сбросить текущие параметры и произвести новый расчёт [5].

Запишите полученные факторы и возможный параметр элементарной ячейки, взятого из второй вкладки диалогового окна *refinement parameters*.

### Контрольные вопросы

1. На какие виды подразделяется рентгеновское излучение от трубки? Как они представлены? Причины их возникновения?

2. Какие серии излучений могут проявиться при характеристическом излучении?

3. Что представляет собой излучение К-серии? Почему в практике фазового анализа обычно используют именно его?

4. Как можно избавиться от вторичного характеристического излучения?

5. Какие материалы используют в качестве анода и почему?

6. Дайте объяснение увеличению числа дифракционных линий на рентгенограмме при уменьшении длины волны рентгеновского излучения.

7. В чем состоит метод визуализации типов кристаллических структур и их рентгенограмм в программном обеспечении PowderCell?

8. Каким образом в программном обеспечении Powder Cell можно осуществить фазовый анализ?

9. Каким образом программное обеспечение Powder Cell позволяет произвести уточнение кристаллической структуры?

### Список литературы

1. Баимбетов, Н.А. Рентгенография : учеб.-метод. комплекс для студентов КазНТУ имени К.И. Сатпаева по специальности 050710 – «Материаловедение и технология новых материалов» [Текст] / Н.А. Баимбетов, Ж.Н. Куанышбекова, А.М. Ускенбаева. – Алма-Ата : Изд-во КазНТУ им. К.И. Сатпаева, 2009. – 76 с.

2. Гинье, А. Рентгенография кристаллов. Теория и практика [Текст] / А. Гинье; под ред. Н.В. Белова. – М. : Гос. изд-во физ.-мат. лит-ры, 1956. – 608 с.

3. Кузнецова, Г.А. Качественный рентгенофазовый анализ : метод. указания [Текст] / Г.А. Кузнецова. – Иркутск : Изд-во Иркутского гос. ун-та, 2005. – 28 с.

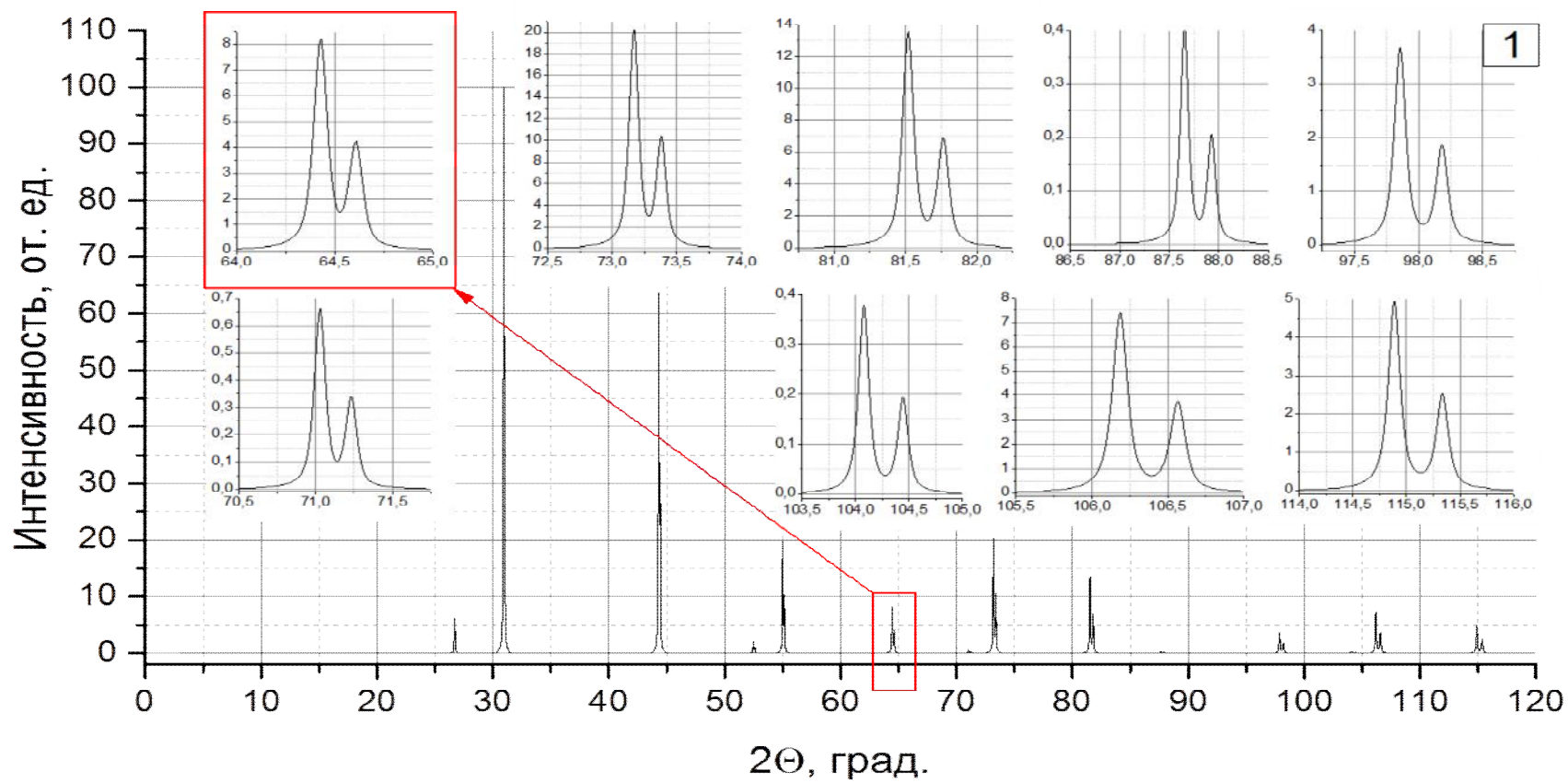
4. Куцевол, М.Л. Рентгеновский метод диагностики и качественного фазового анализа минералов : практ. рук-во к лаб. раб. по дисциплине «Лабораторные методы изучения минералов» [Текст] / М.Л. Куцевол. – Днепропетровск, 2012. – 35 с.

5. Пруцакова, Н.В. Методические указания. Применение программы PowderCell для расшифровки структуры поликристаллических объектов [Текст] / Н.В. Пруцакова. – Ростов-на-Дону : Изд-во Южного Федерального ун-та, 2007. – 49 с.

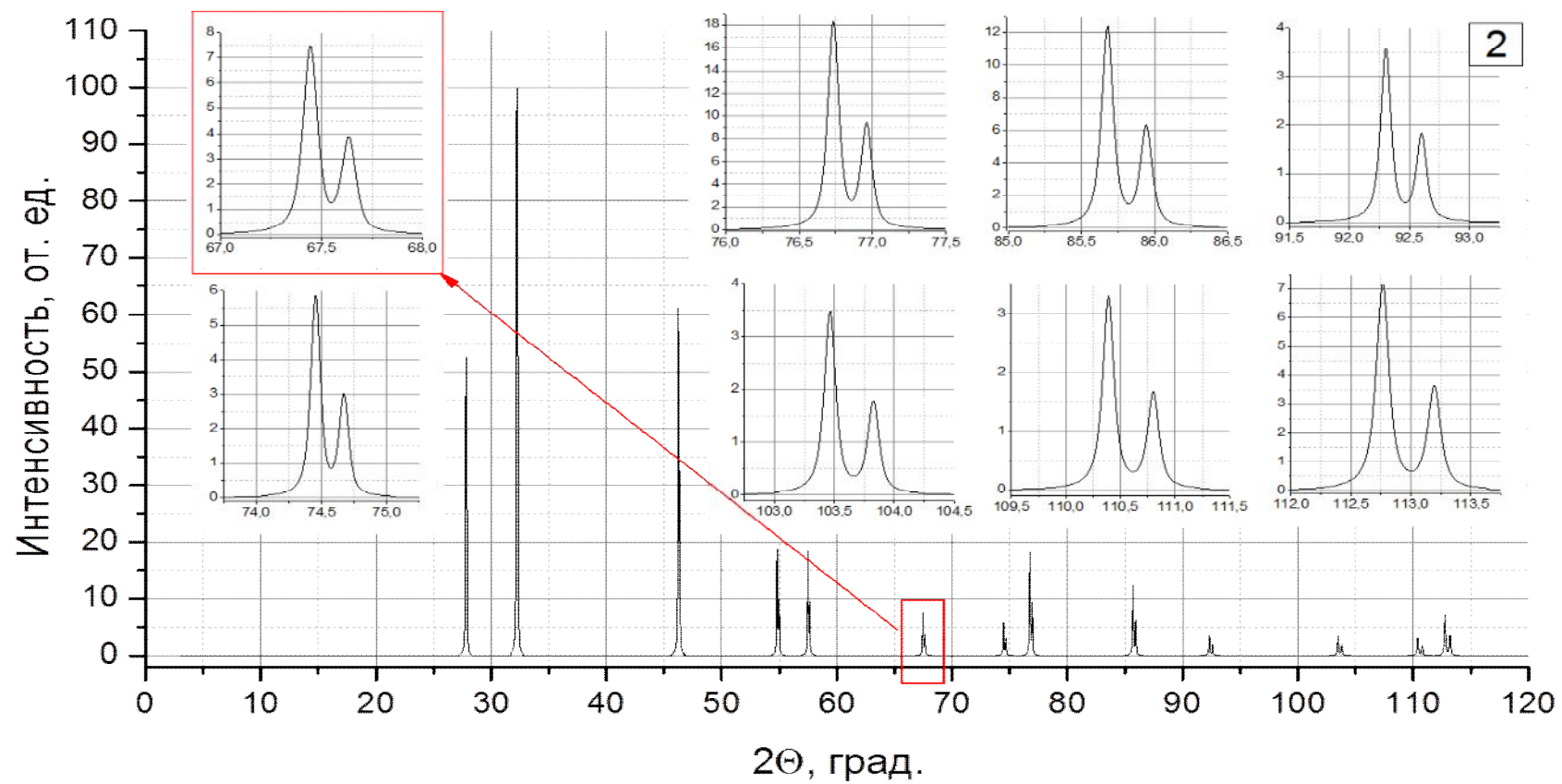
6. Рентгеновский фазовый анализ : учеб. электрон. текст. издание [Текст] / А.К. Штольц [и др.]. – Екатеринбург : Изд-во Уральского гос. тех. ун-та, 2005. – 24 с.



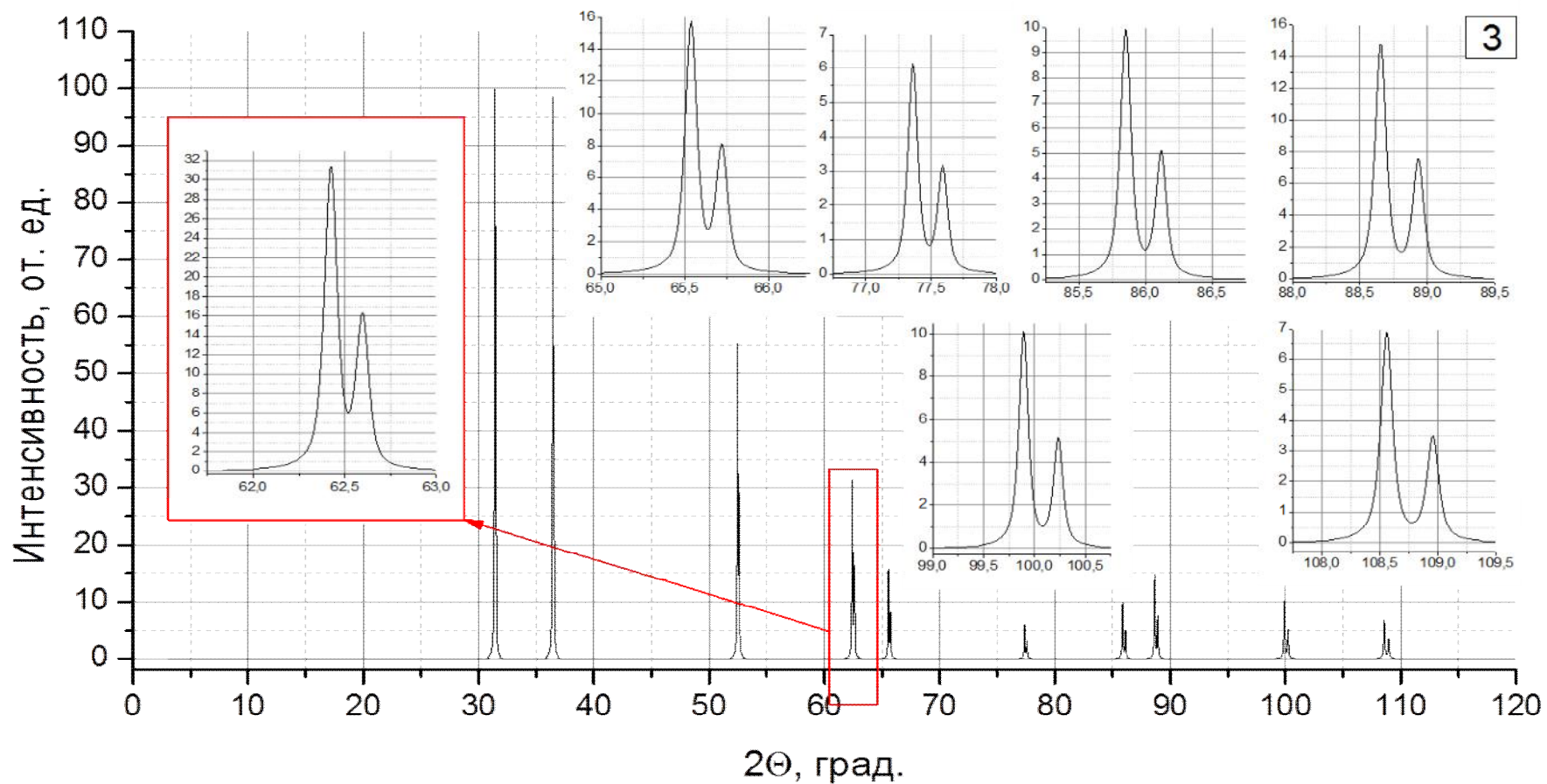
$$\lambda_{\text{CuK}\alpha 1} = 1,540593 \text{ \AA}, \quad \lambda_{\text{CuK}\alpha 2} = 1,544427 \text{ \AA}$$



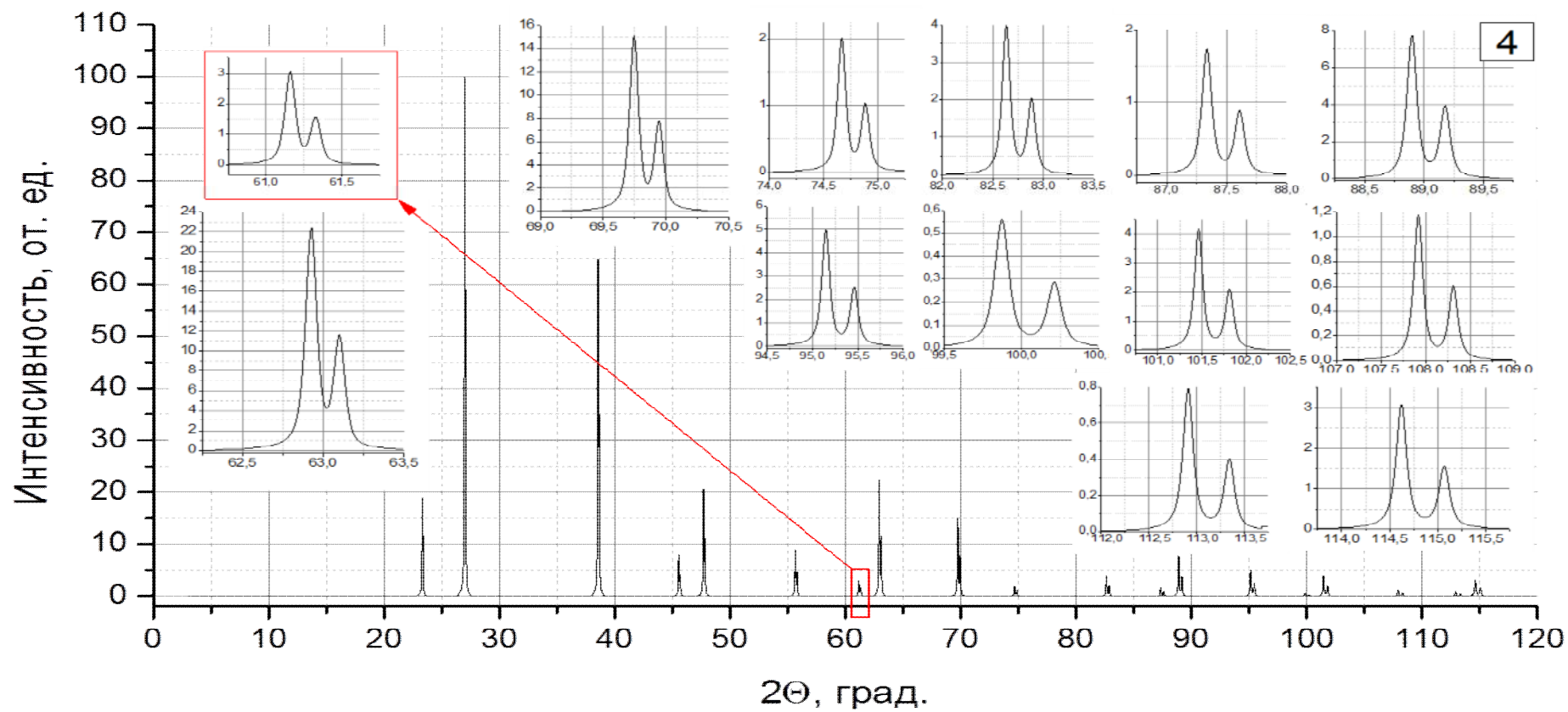
$$\lambda_{\text{CuK}\alpha 1} = 1,540593 \text{ \AA}, \quad \lambda_{\text{CuK}\alpha 2} = 1,544427 \text{ \AA}$$



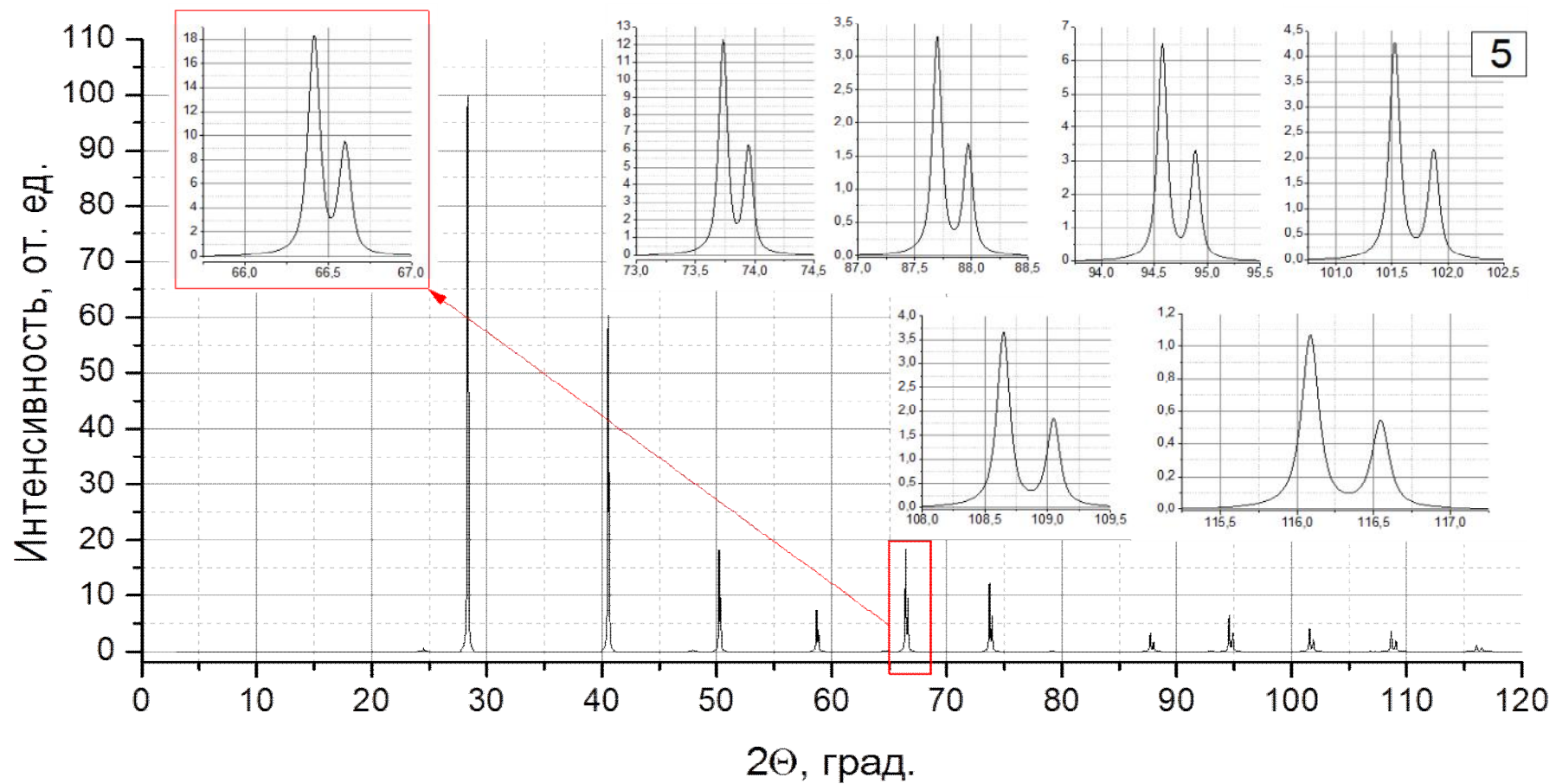
$$\lambda_{\text{CuK}\alpha 1} = 1,540593 \text{ \AA}, \quad \lambda_{\text{CuK}\alpha 2} = 1,544427 \text{ \AA}$$



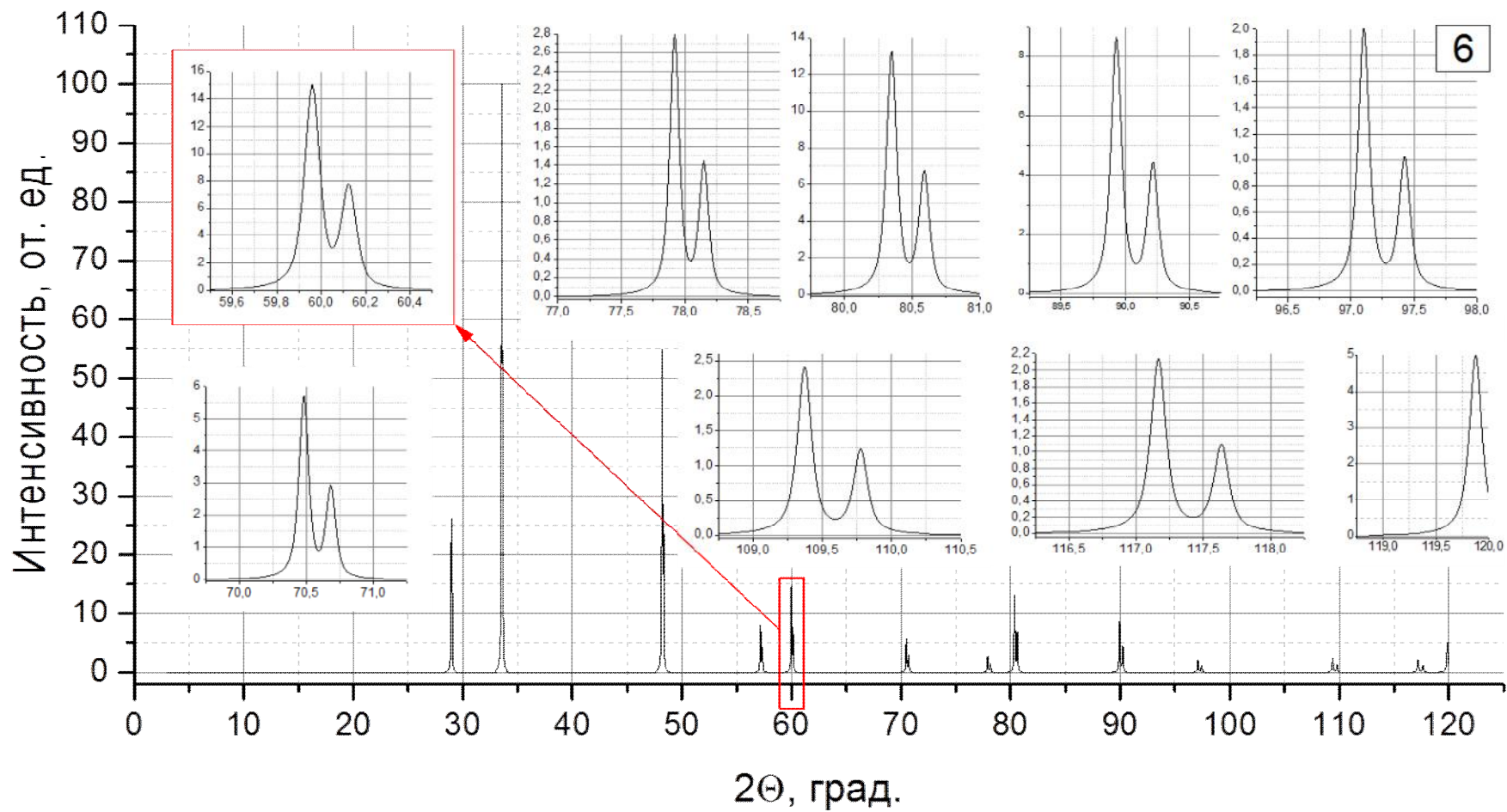
$$\lambda_{\text{CuK}\alpha 1} = 1,540593 \text{ \AA}, \quad \lambda_{\text{CuK}\alpha 2} = 1,544427 \text{ \AA}$$



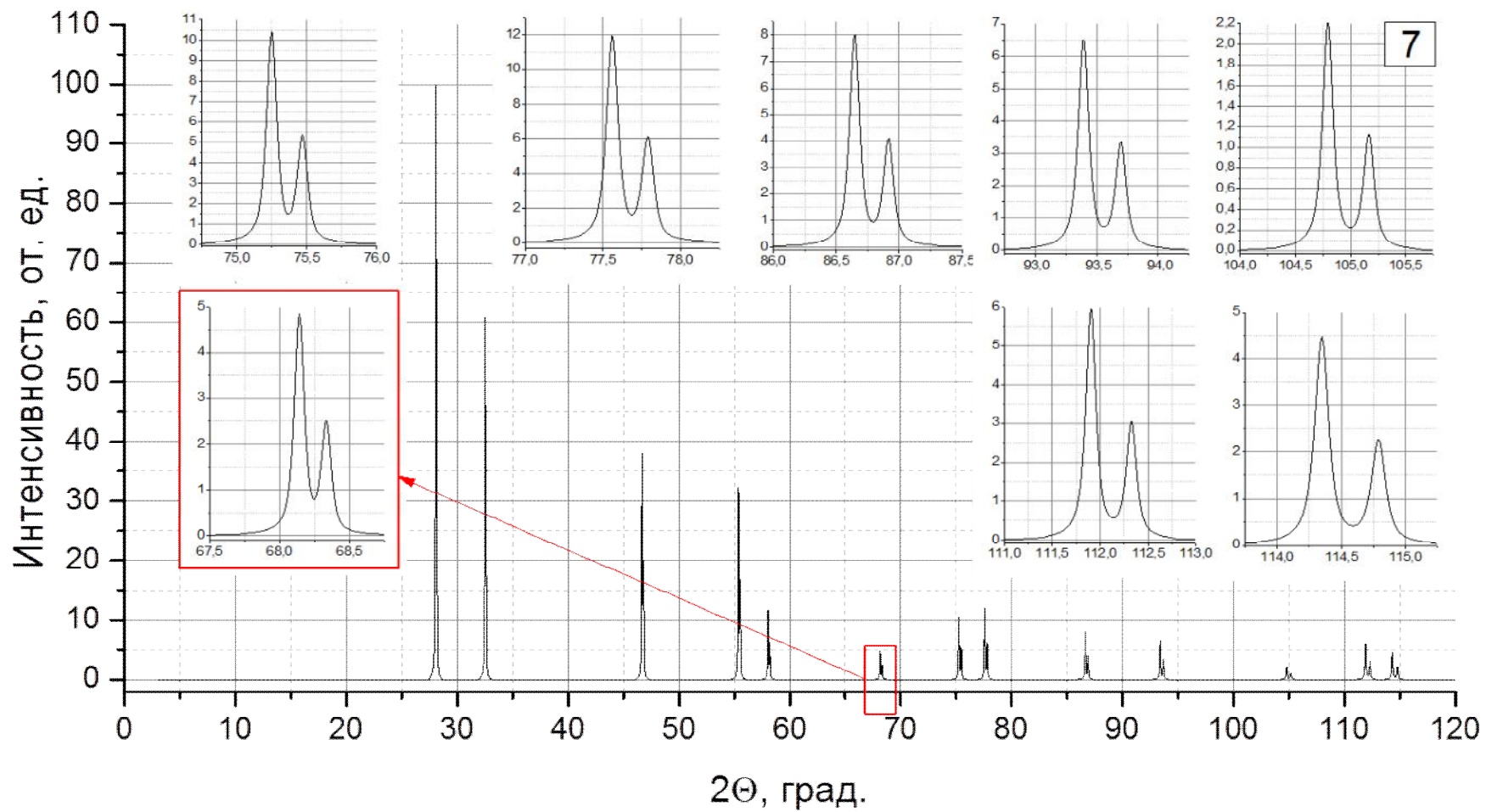
$$\lambda_{\text{Cu K}\alpha 1} = 1,540593 \text{ \AA}, \quad \lambda_{\text{Cu K}\alpha 2} = 1,544427 \text{ \AA}$$



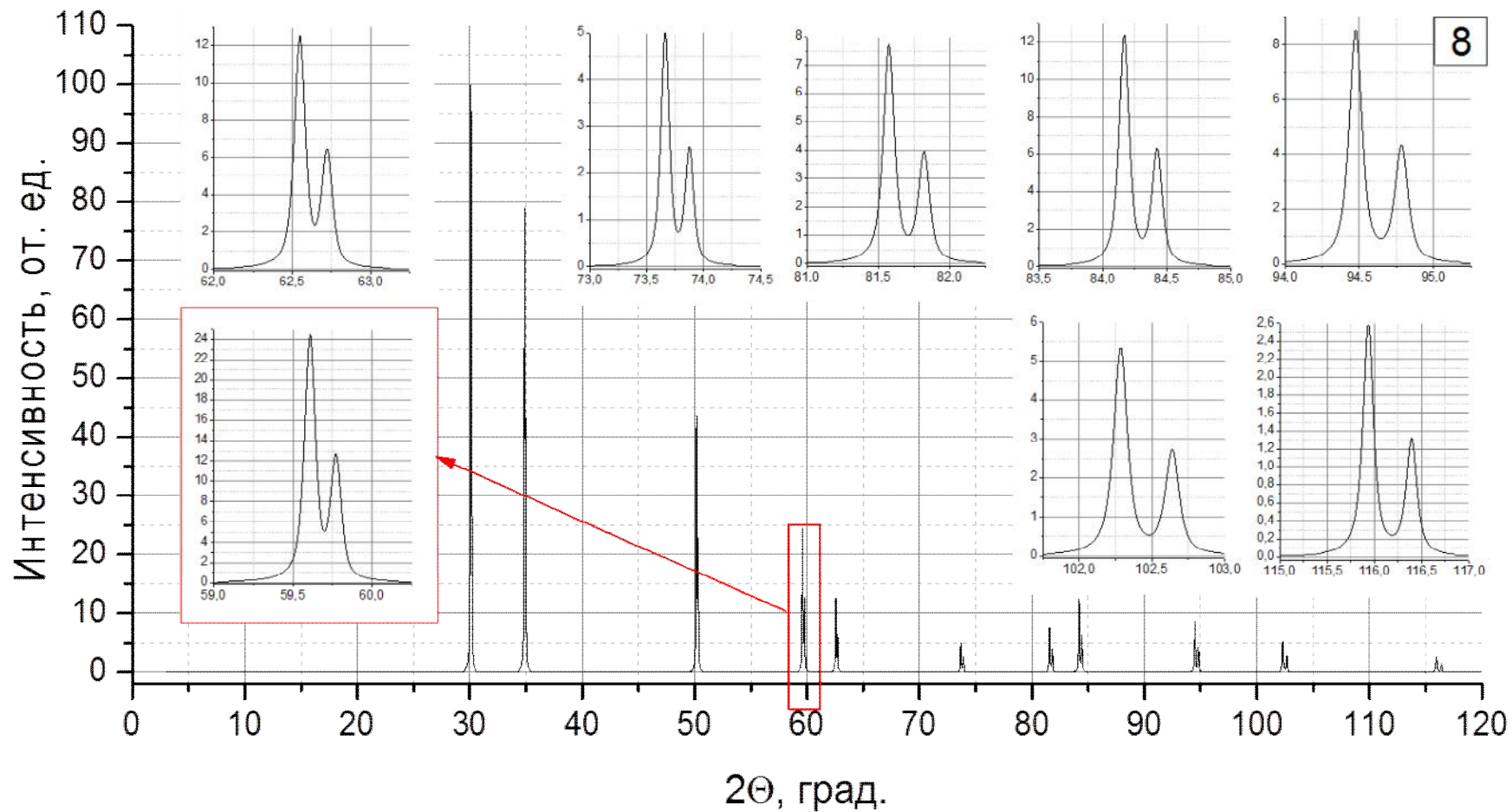
$$\lambda_{\text{CuK}\alpha 1} = 1,540593 \text{ \AA}, \quad \lambda_{\text{CuK}\alpha 2} = 1,544427 \text{ \AA}$$



$$\lambda_{\text{CuK}\alpha 1} = 1,540593 \text{ \AA}, \quad \lambda_{\text{CuK}\alpha 2} = 1,544427 \text{ \AA}$$

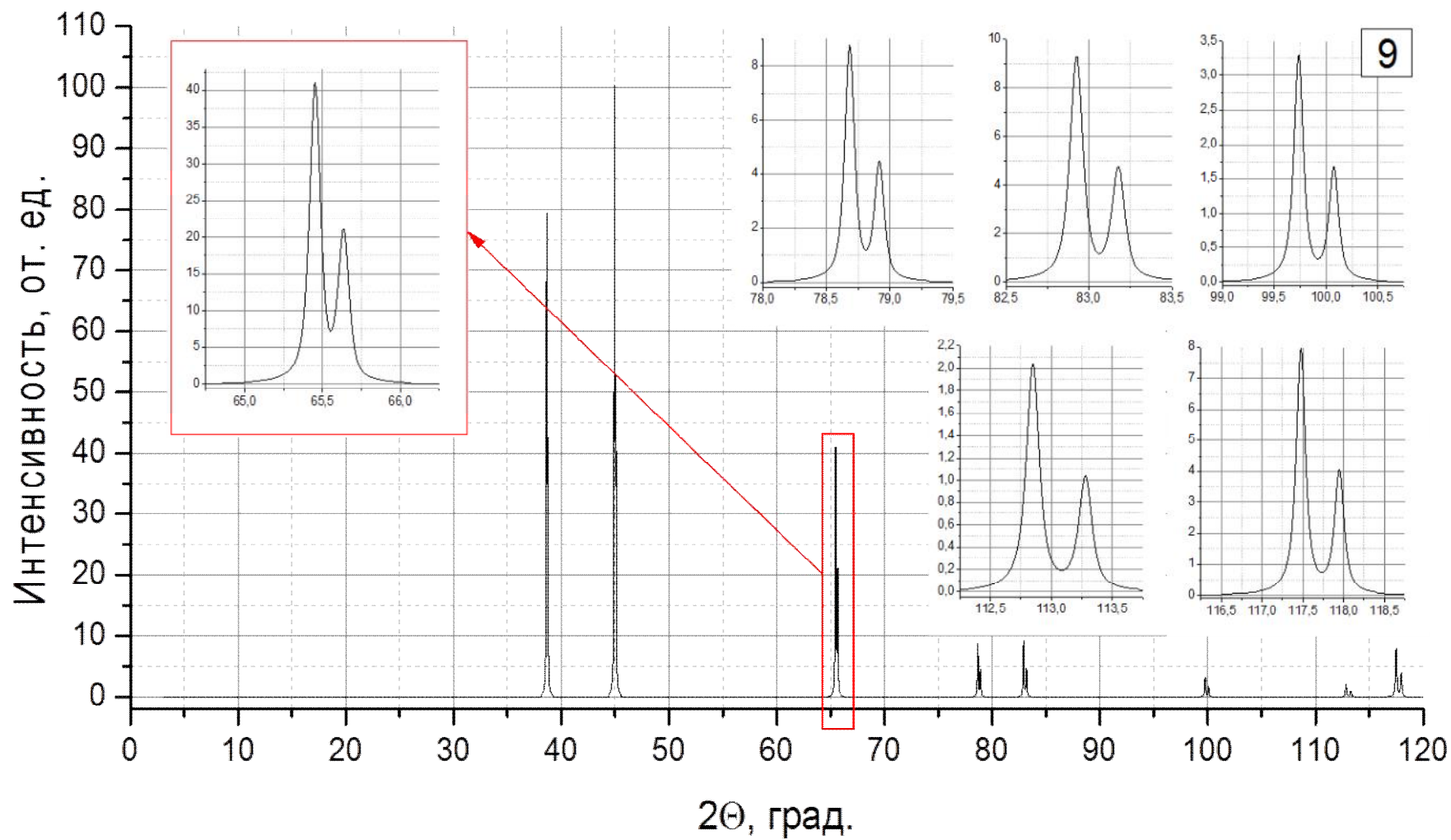


$$\lambda_{\text{CuK}\alpha 1} = 1,540593 \text{ \AA}, \quad \lambda_{\text{CuK}\alpha 2} = 1,544427 \text{ \AA}$$

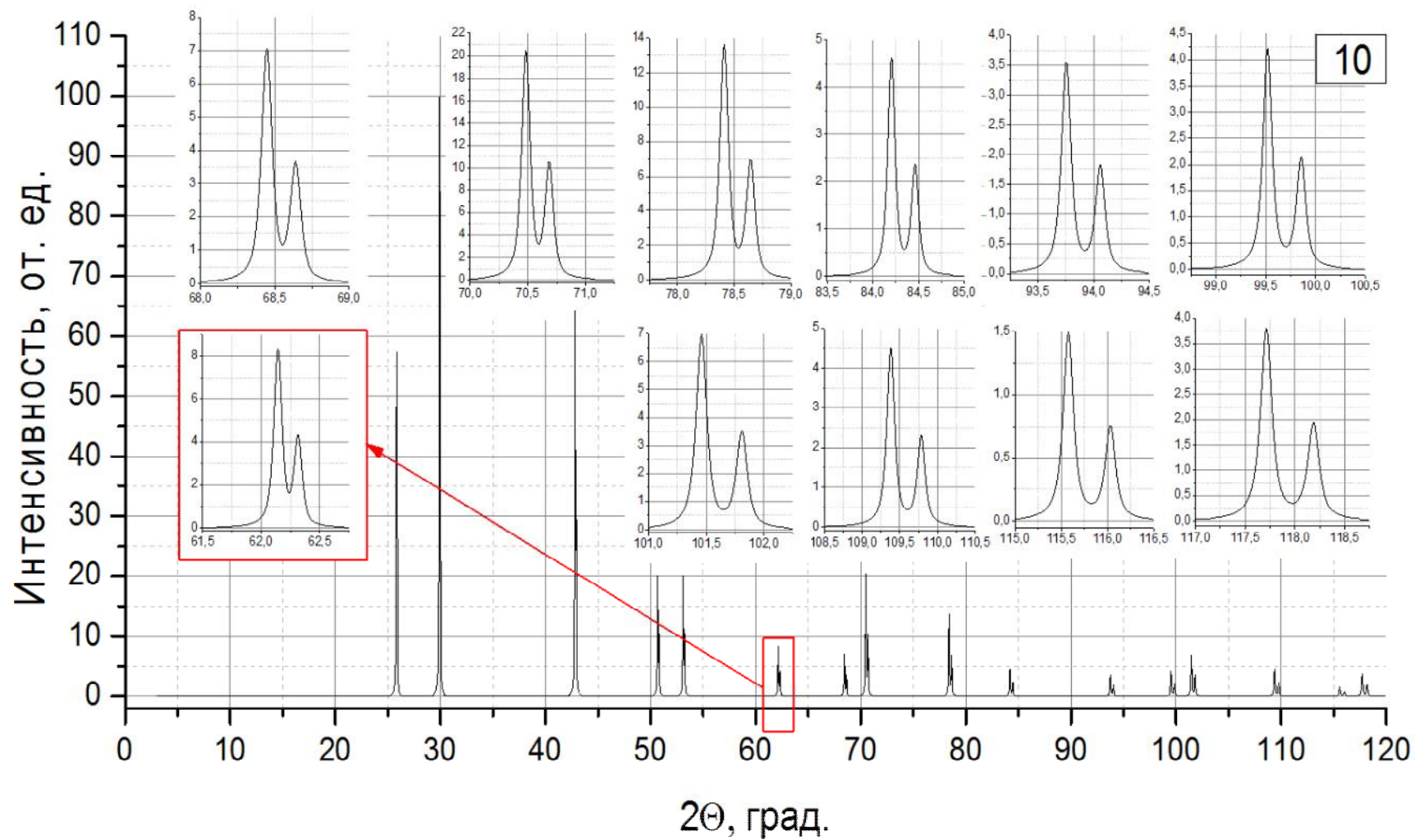




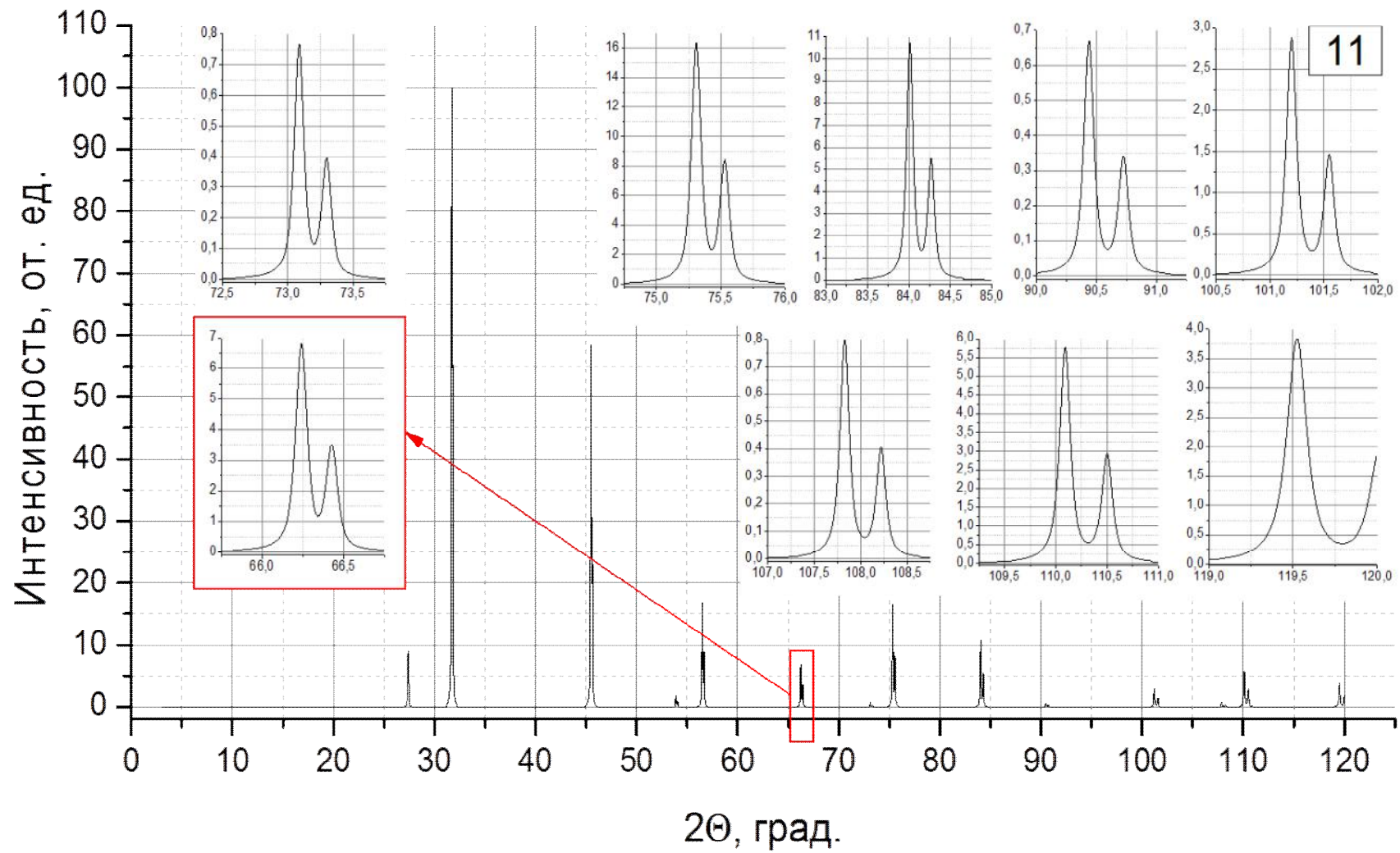
$$\lambda_{\text{CuK}\alpha 1} = 1,540593 \text{ \AA}, \quad \lambda_{\text{CuK}\alpha 2} = 1,544427 \text{ \AA}$$



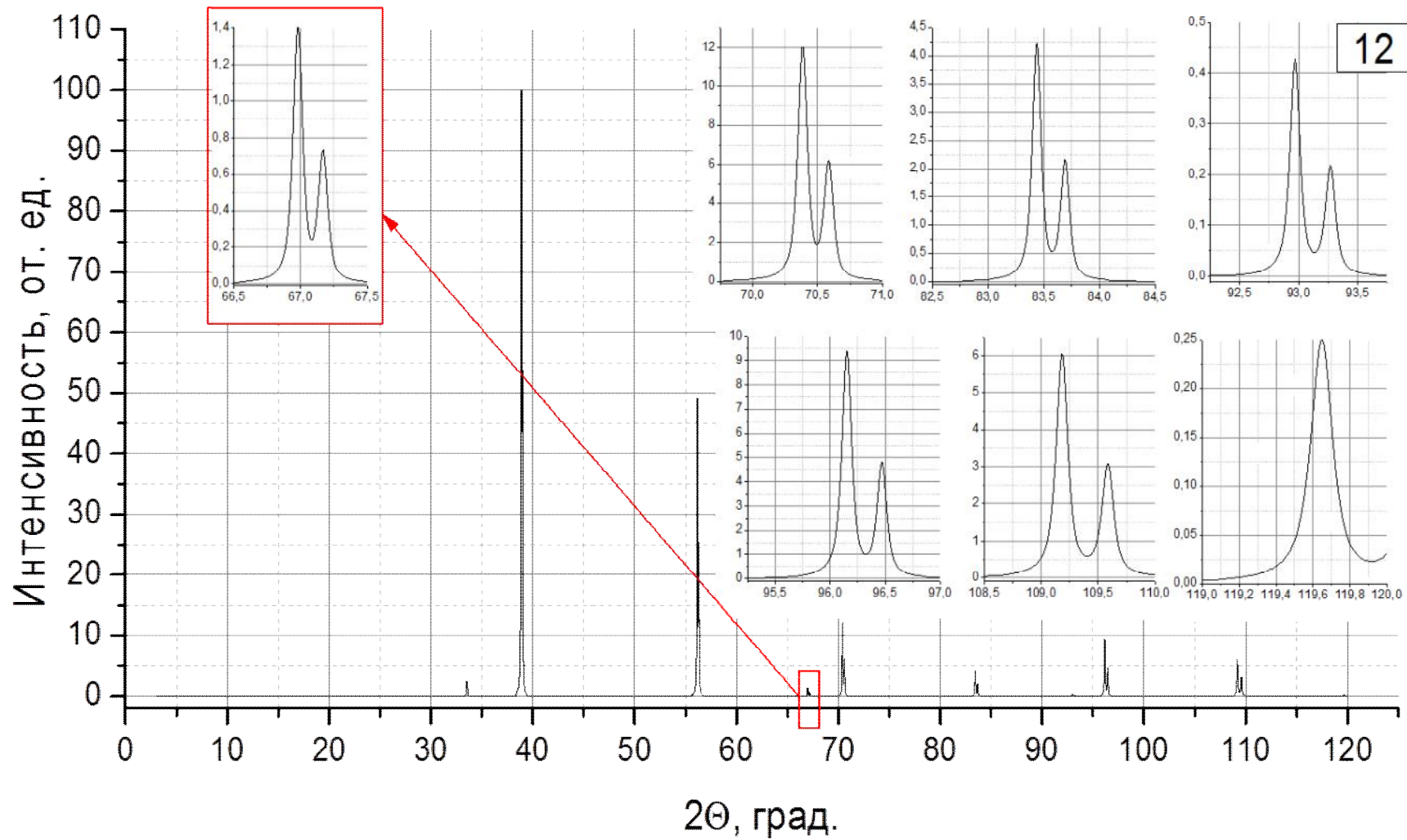
$$\lambda_{\text{CuK}\alpha 1} = 1,540593 \text{ \AA}, \quad \lambda_{\text{CuK}\alpha 2} = 1,544427 \text{ \AA}$$



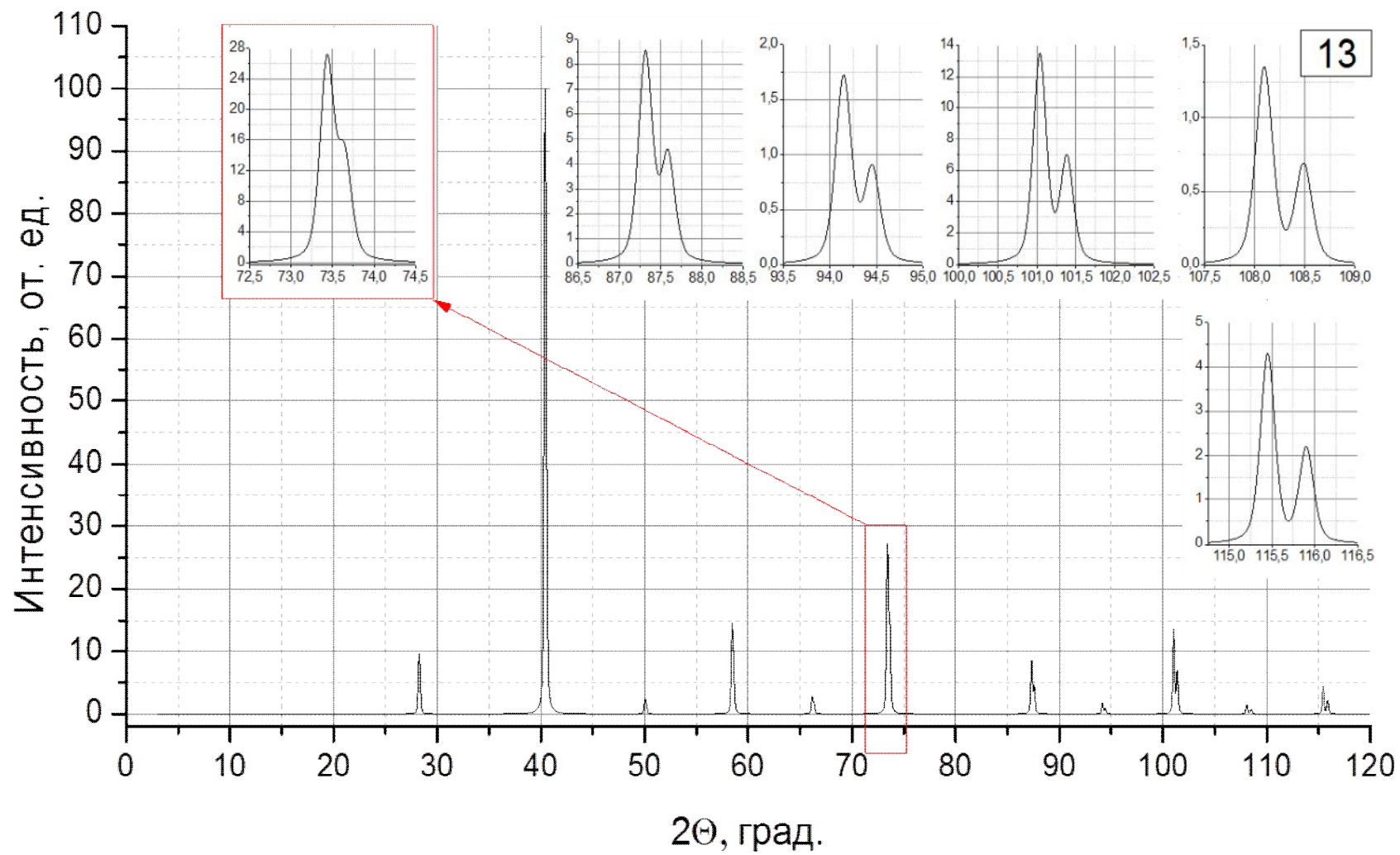
$$\lambda_{\text{CuK}\alpha 1} = 1,540593 \text{ \AA}, \quad \lambda_{\text{CuK}\alpha 2} = 1,544427 \text{ \AA}$$



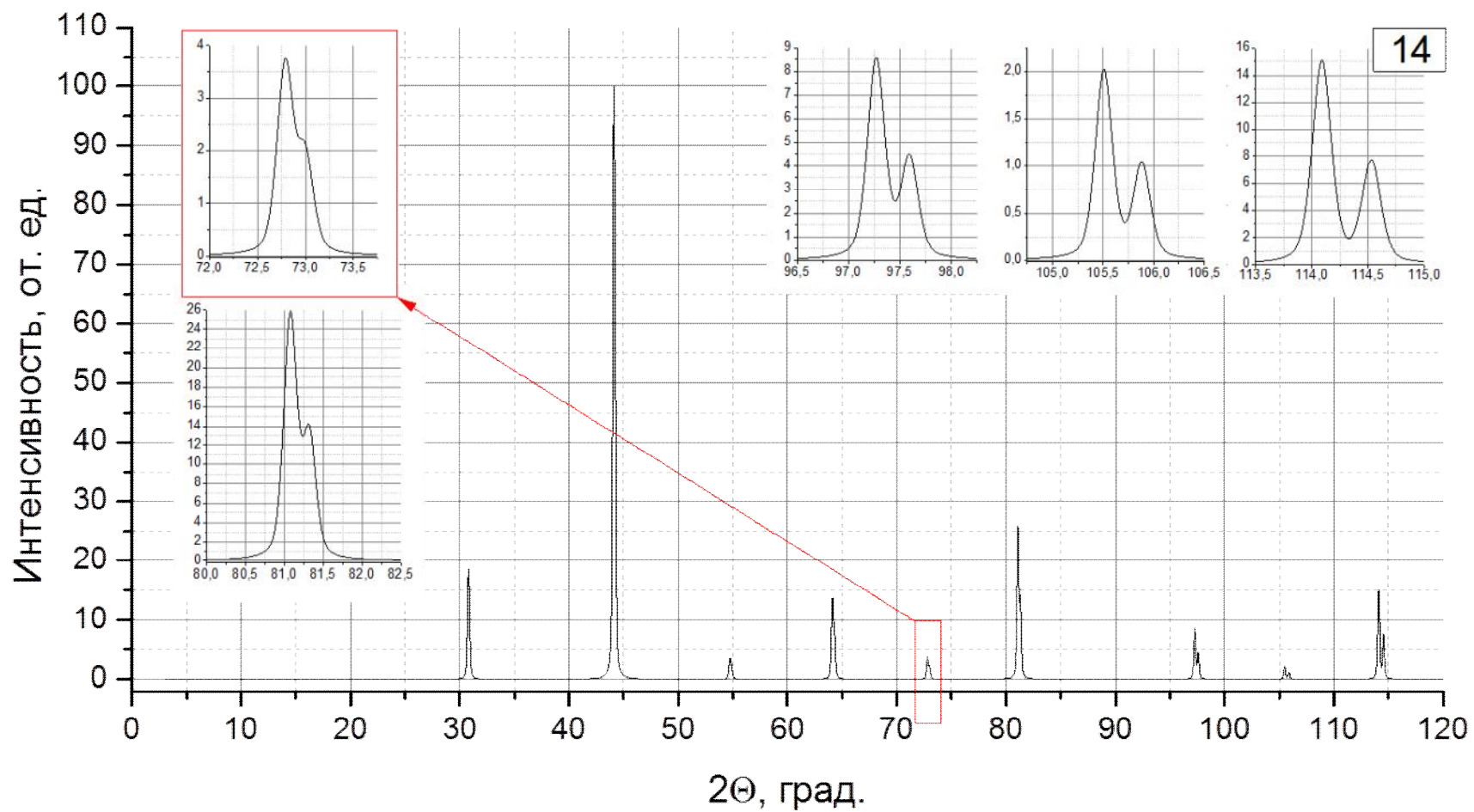
$$\lambda_{\text{Cu K}\alpha 1} = 1,540593 \text{ \AA}, \quad \lambda_{\text{Cu K}\alpha 2} = 1,544427 \text{ \AA}$$



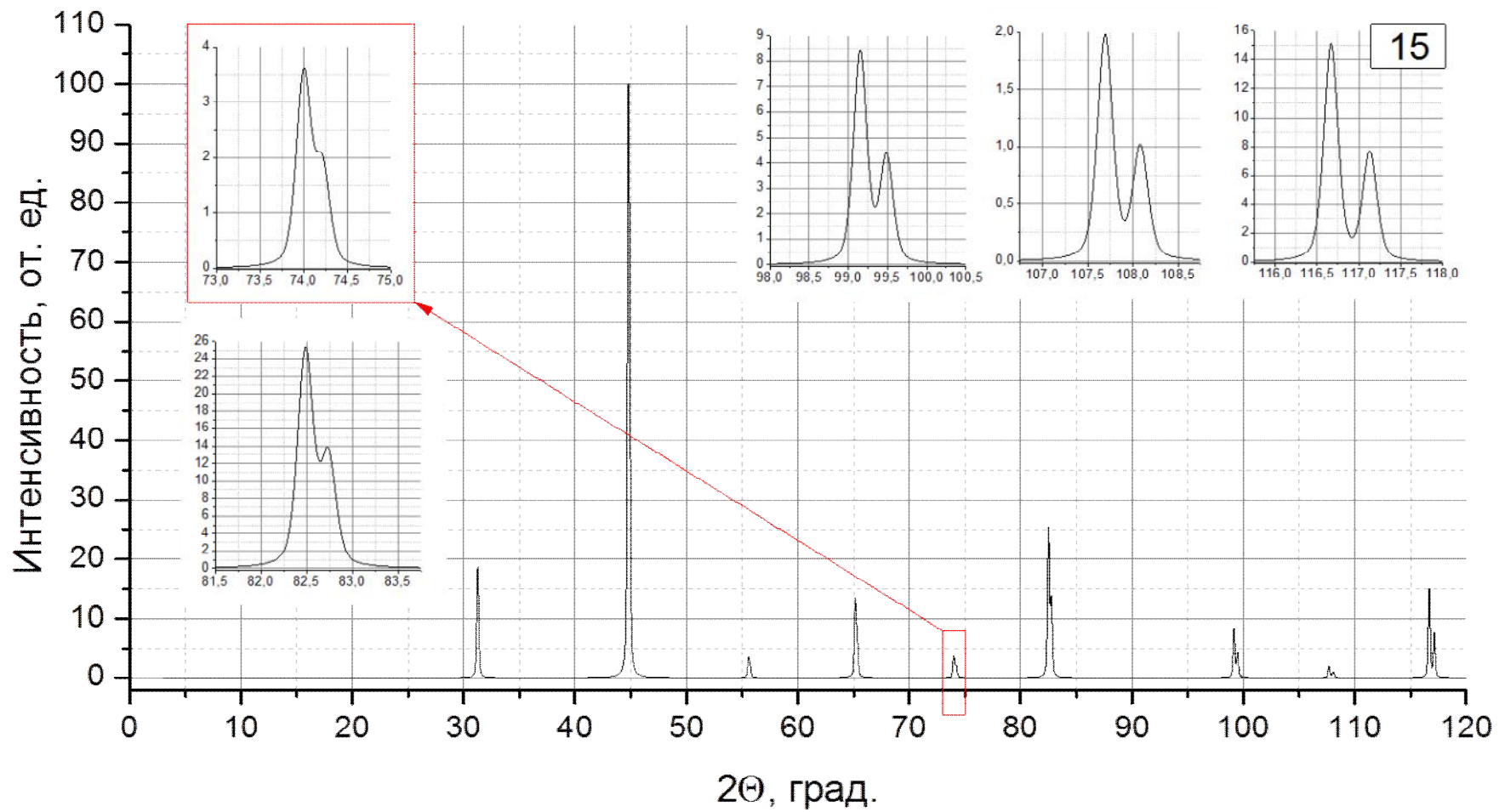
$$\lambda_{\text{CuK}\alpha 1} = 1,540593 \text{ \AA}, \quad \lambda_{\text{CuK}\alpha 2} = 1,544427 \text{ \AA}$$



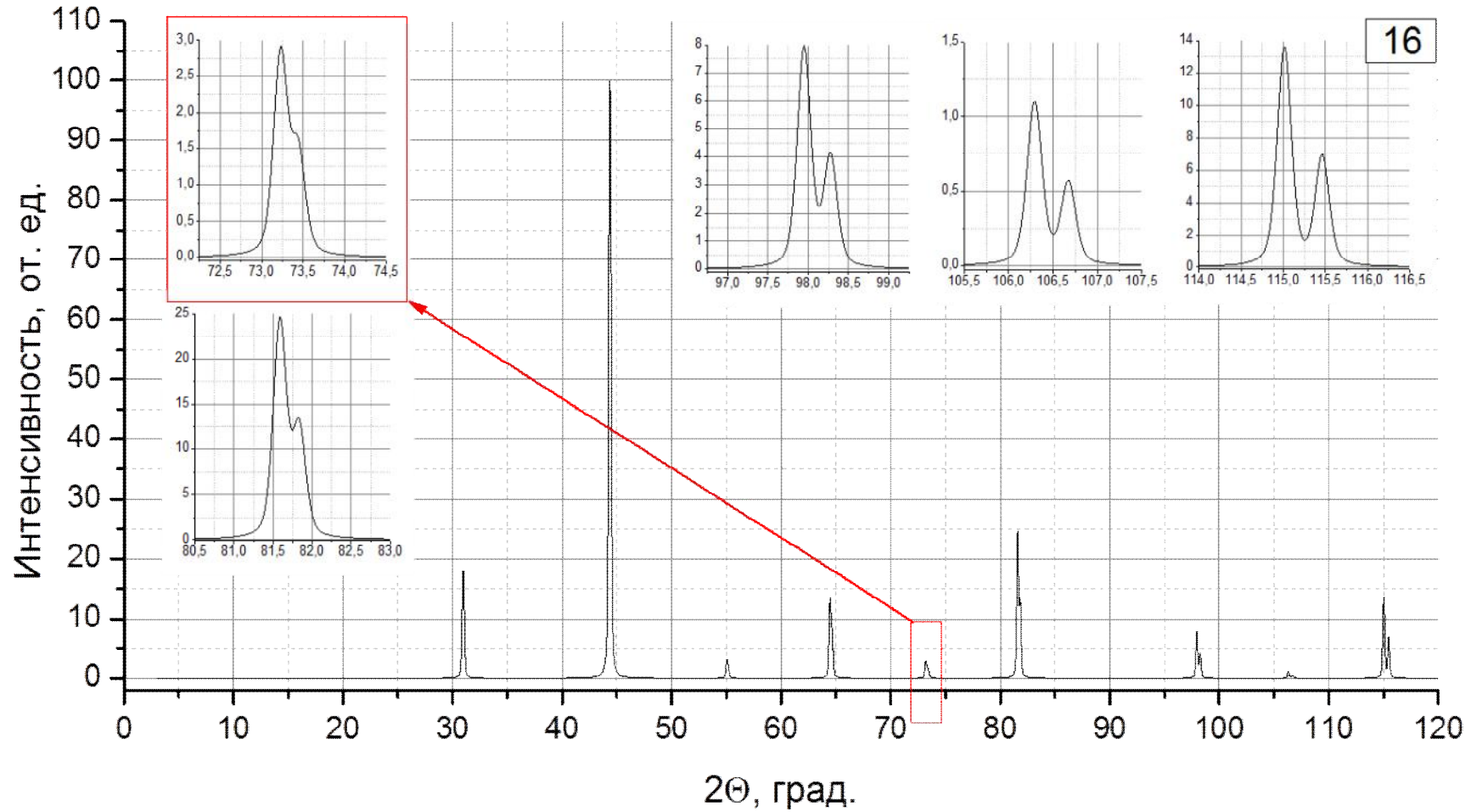
$$\lambda_{\text{CuK}\alpha 1} = 1,540593 \text{ \AA}, \quad \lambda_{\text{CuK}\alpha 2} = 1,544427 \text{ \AA}$$



$$\lambda_{\text{CuK}\alpha 1} = 1,540593 \text{ \AA}, \quad \lambda_{\text{CuK}\alpha 2} = 1,544427 \text{ \AA}$$

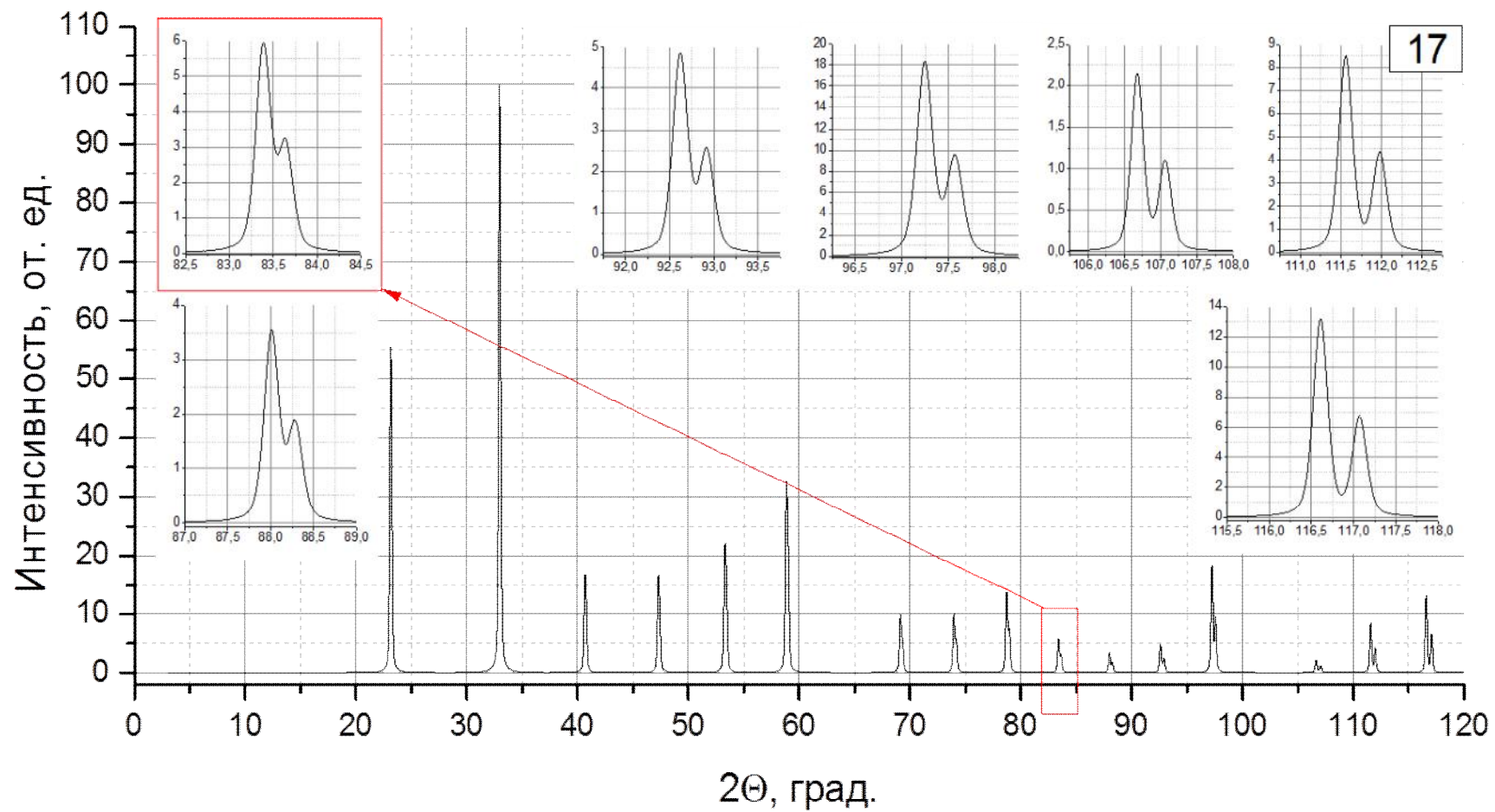


$$\lambda_{\text{CuK}\alpha 1} = 1,540593 \text{ \AA}, \quad \lambda_{\text{CuK}\alpha 2} = 1,544427 \text{ \AA}$$

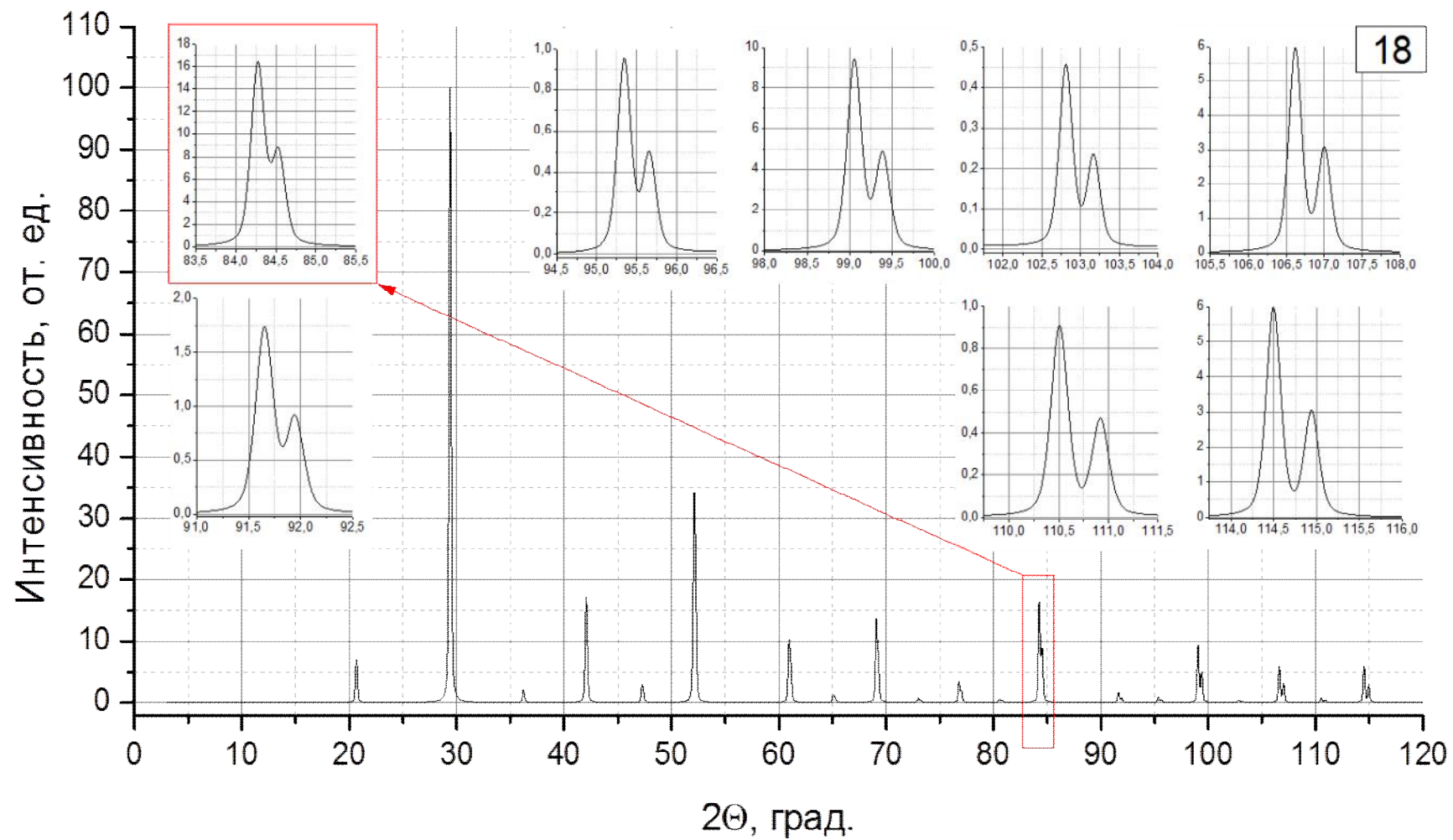




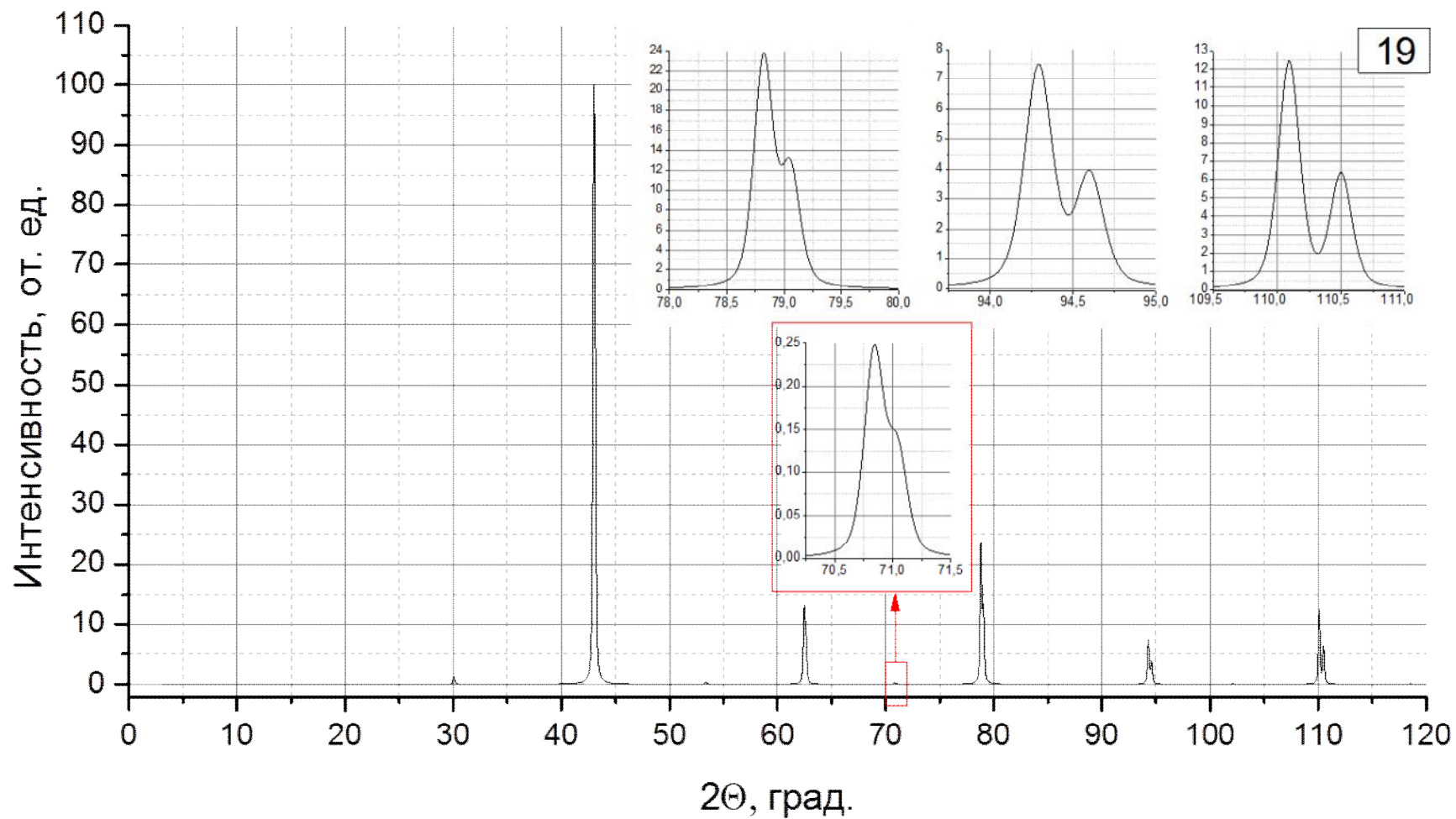
$$\lambda_{\text{Cu K}\alpha 1} = 1,540593 \text{ \AA}, \quad \lambda_{\text{Cu K}\alpha 2} = 1,544427 \text{ \AA}$$



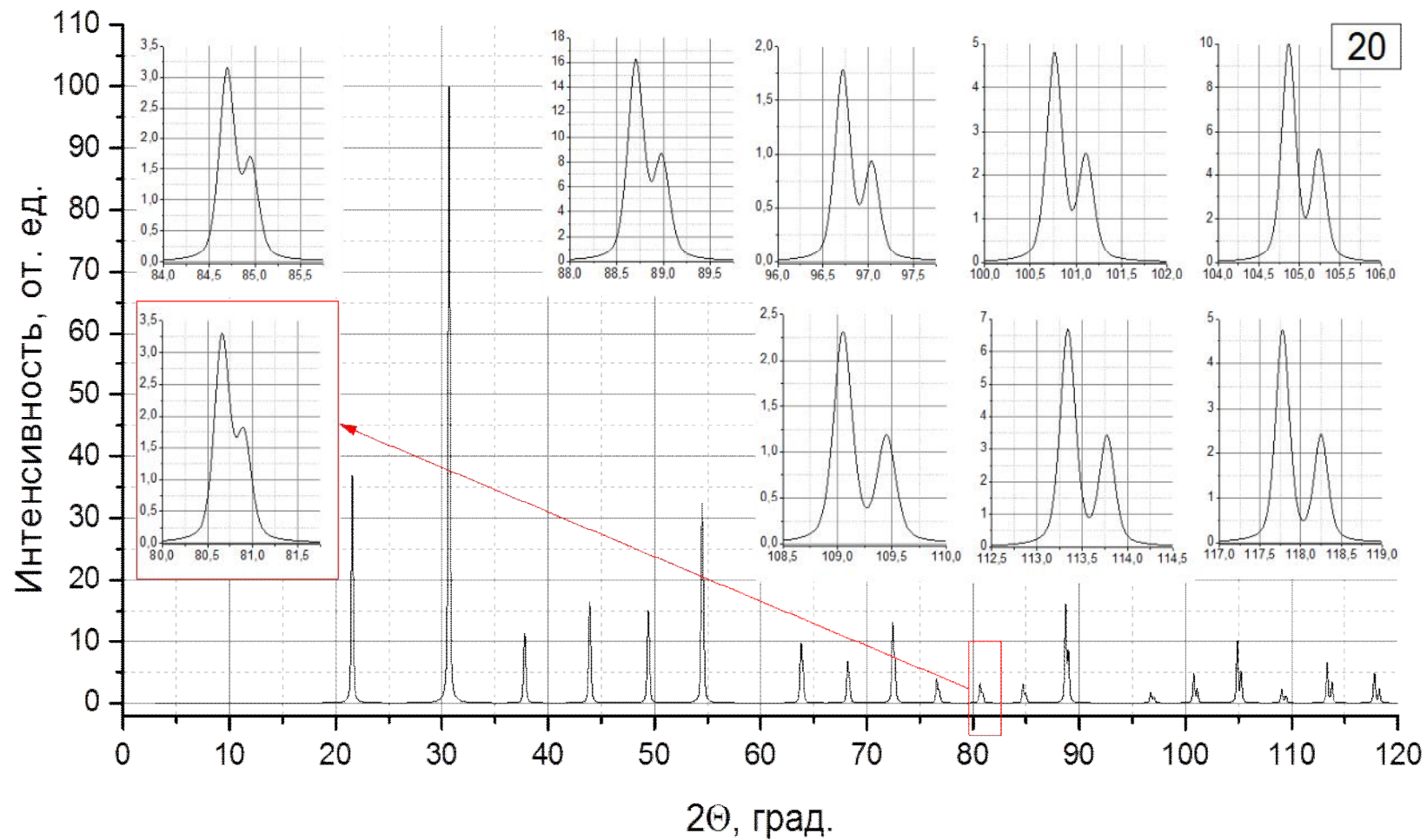
$$\lambda_{\text{Cu K}\alpha 1} = 1,540593 \text{ \AA}, \quad \lambda_{\text{Cu K}\alpha 2} = 1,544427 \text{ \AA}$$



$$\lambda_{\text{CuK}\alpha 1} = 1,540593 \text{ \AA}, \quad \lambda_{\text{CuK}\alpha 2} = 1,544427 \text{ \AA}$$



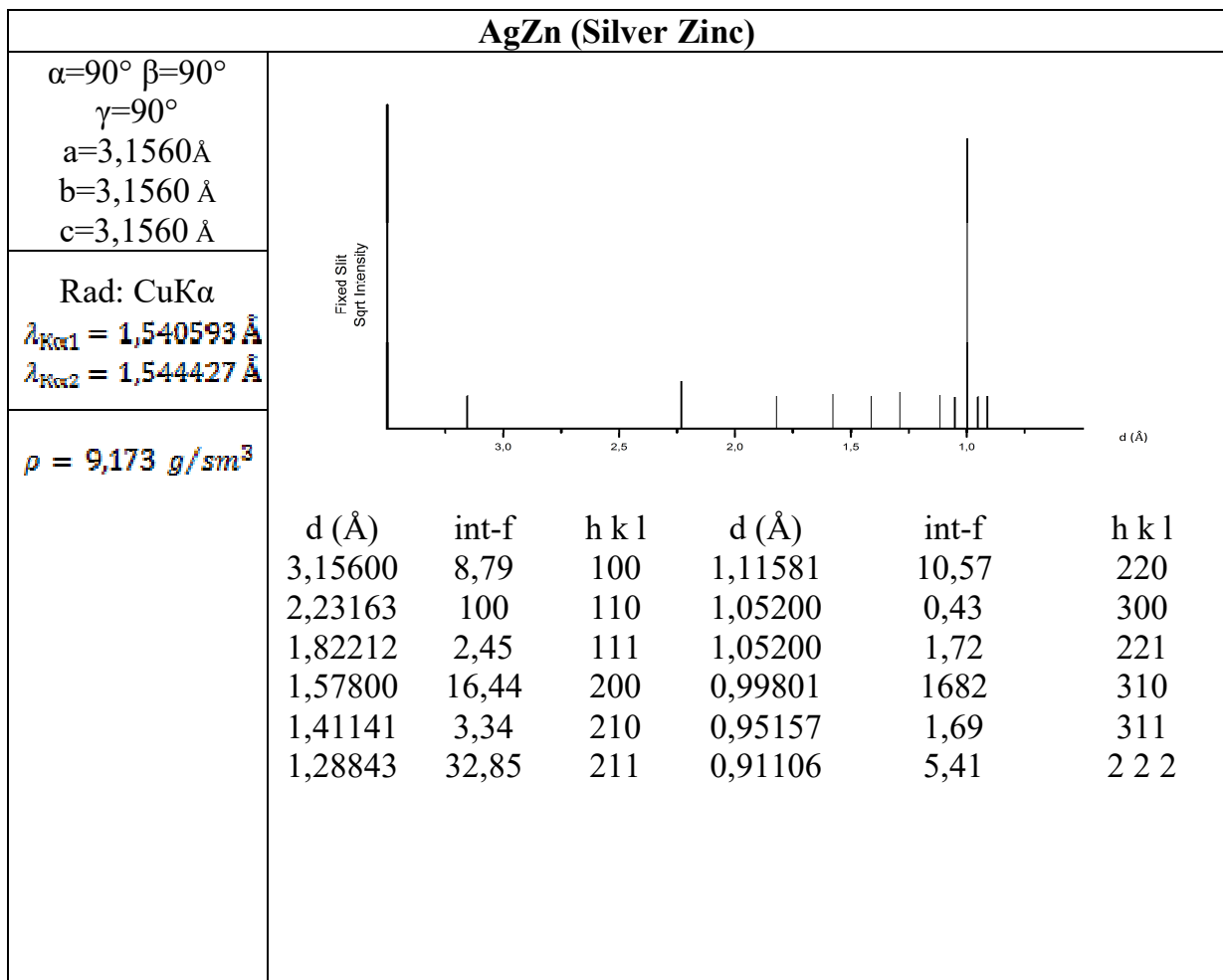
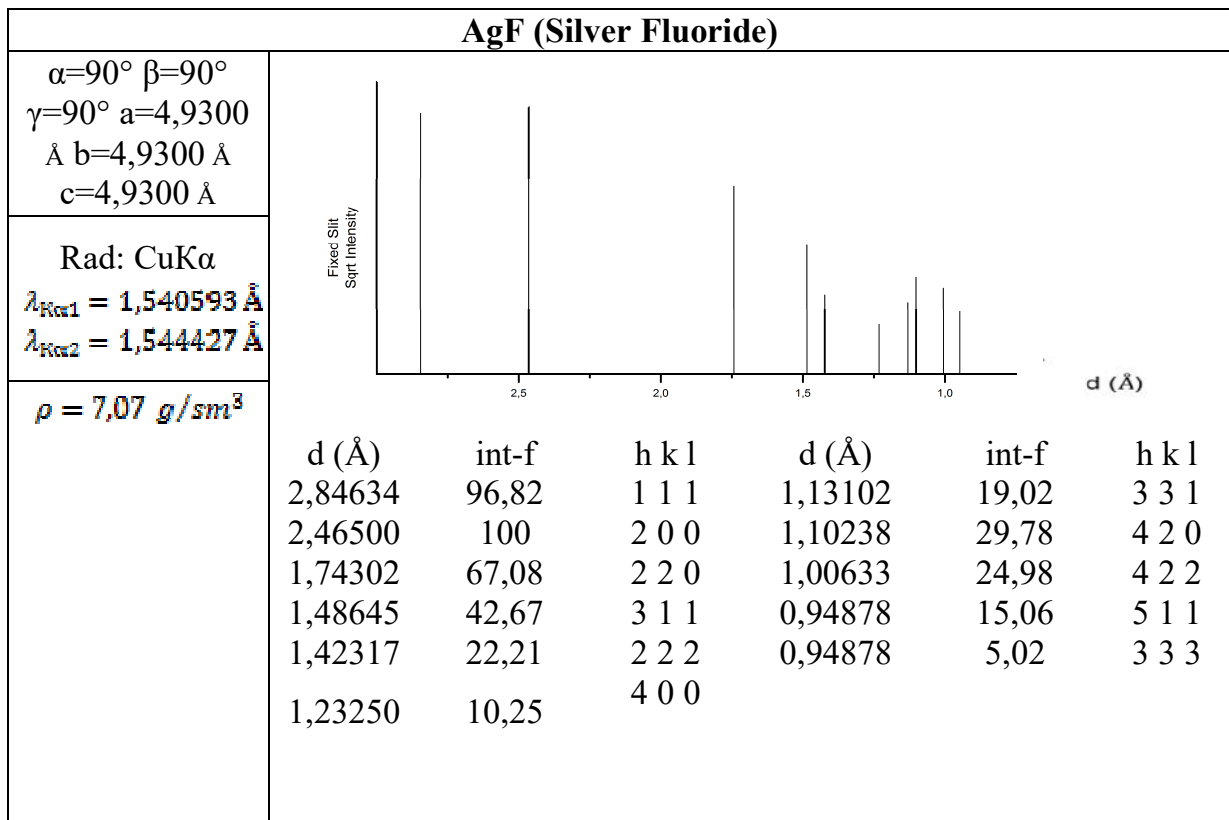
$$\lambda_{\text{CuK}\alpha 1} = 1,540593 \text{ \AA}, \quad \lambda_{\text{CuK}\alpha 2} = 1,544427 \text{ \AA}$$

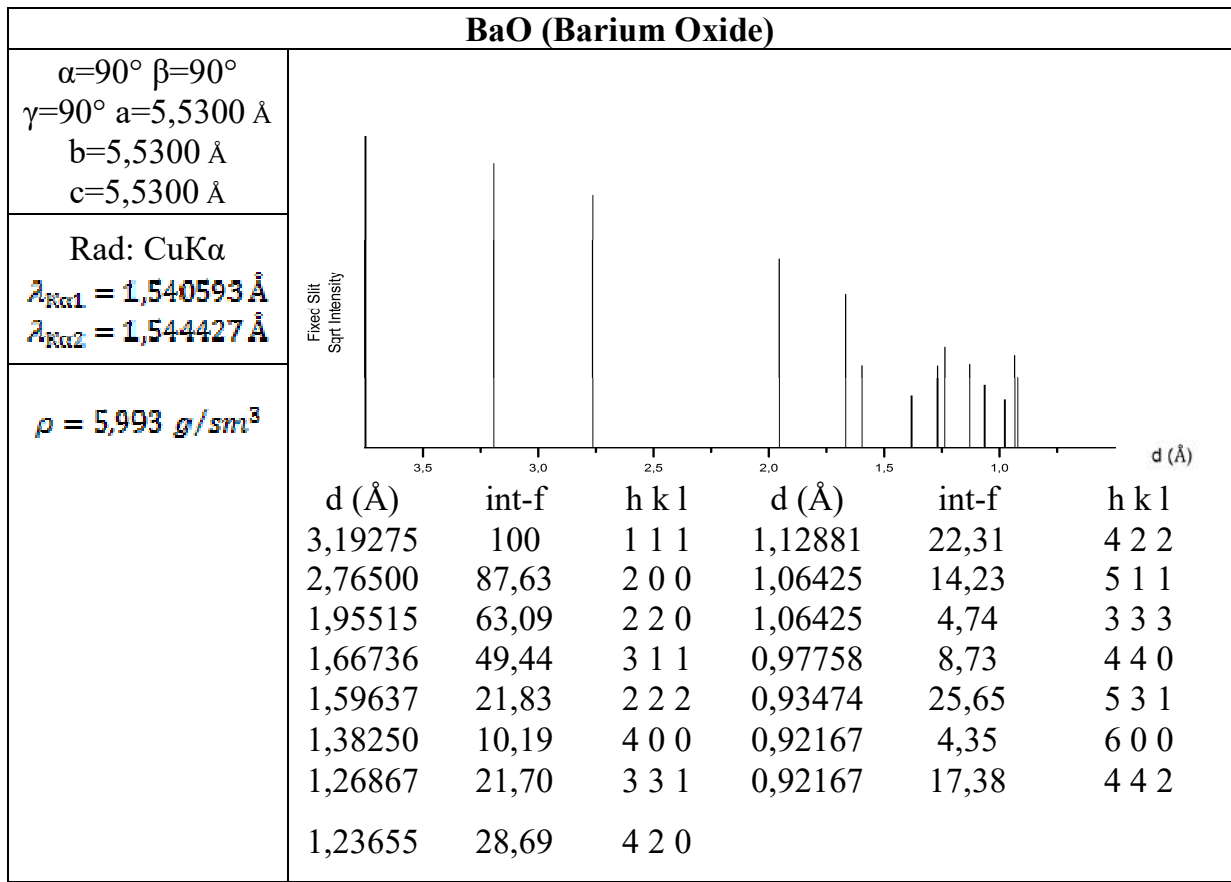
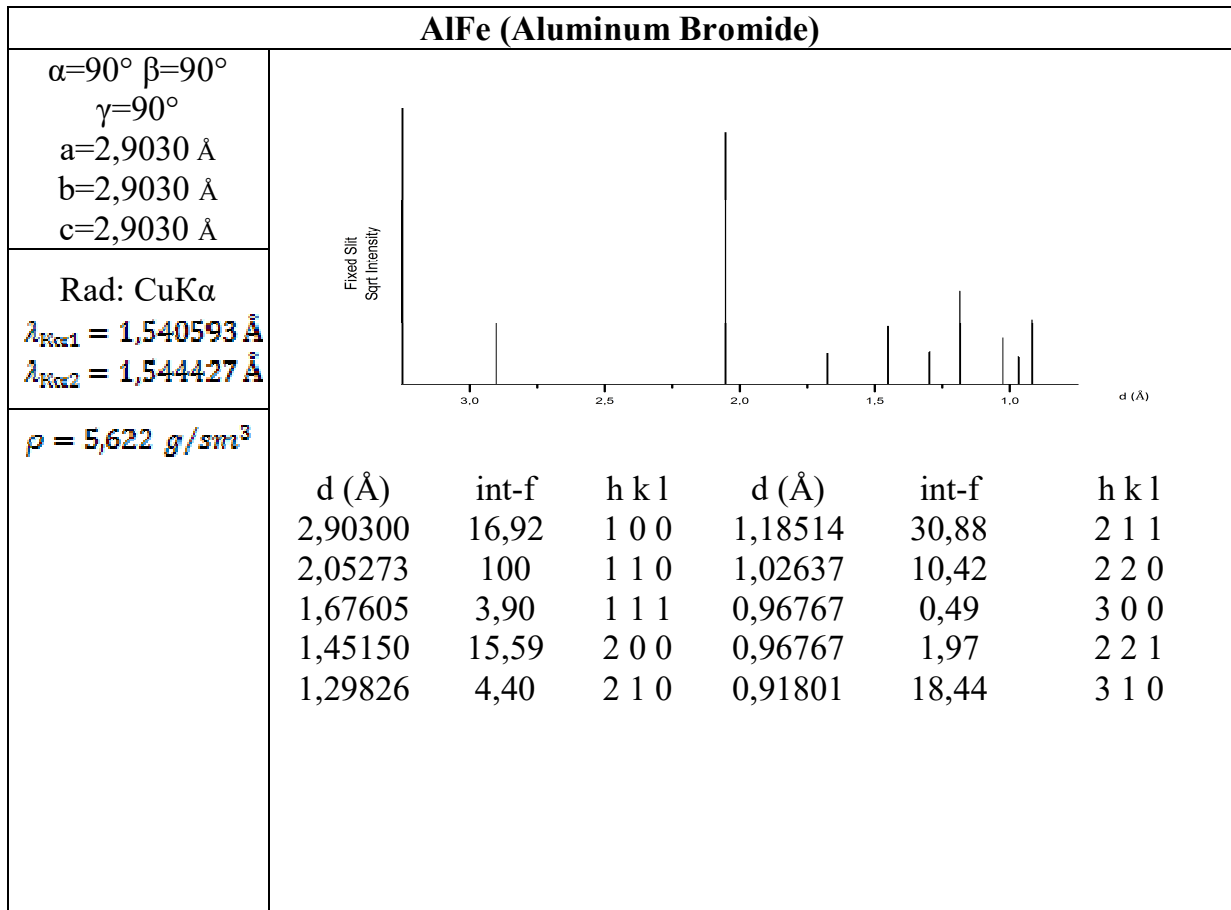


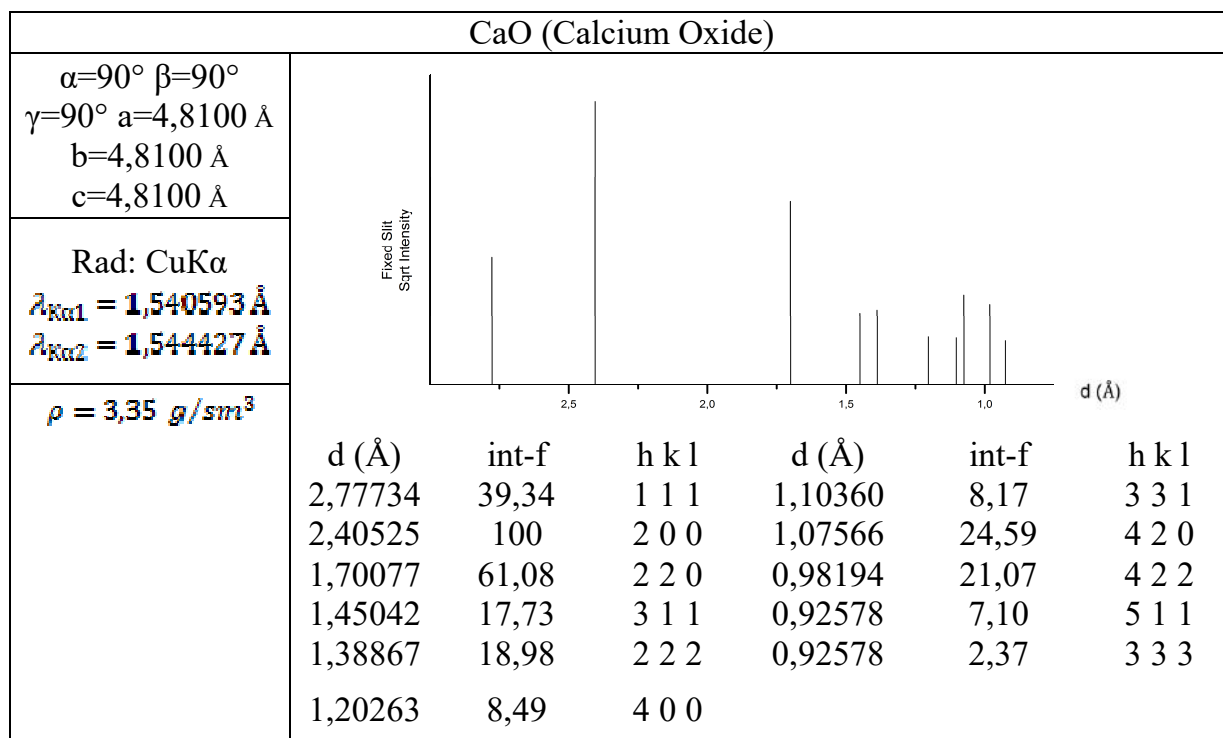
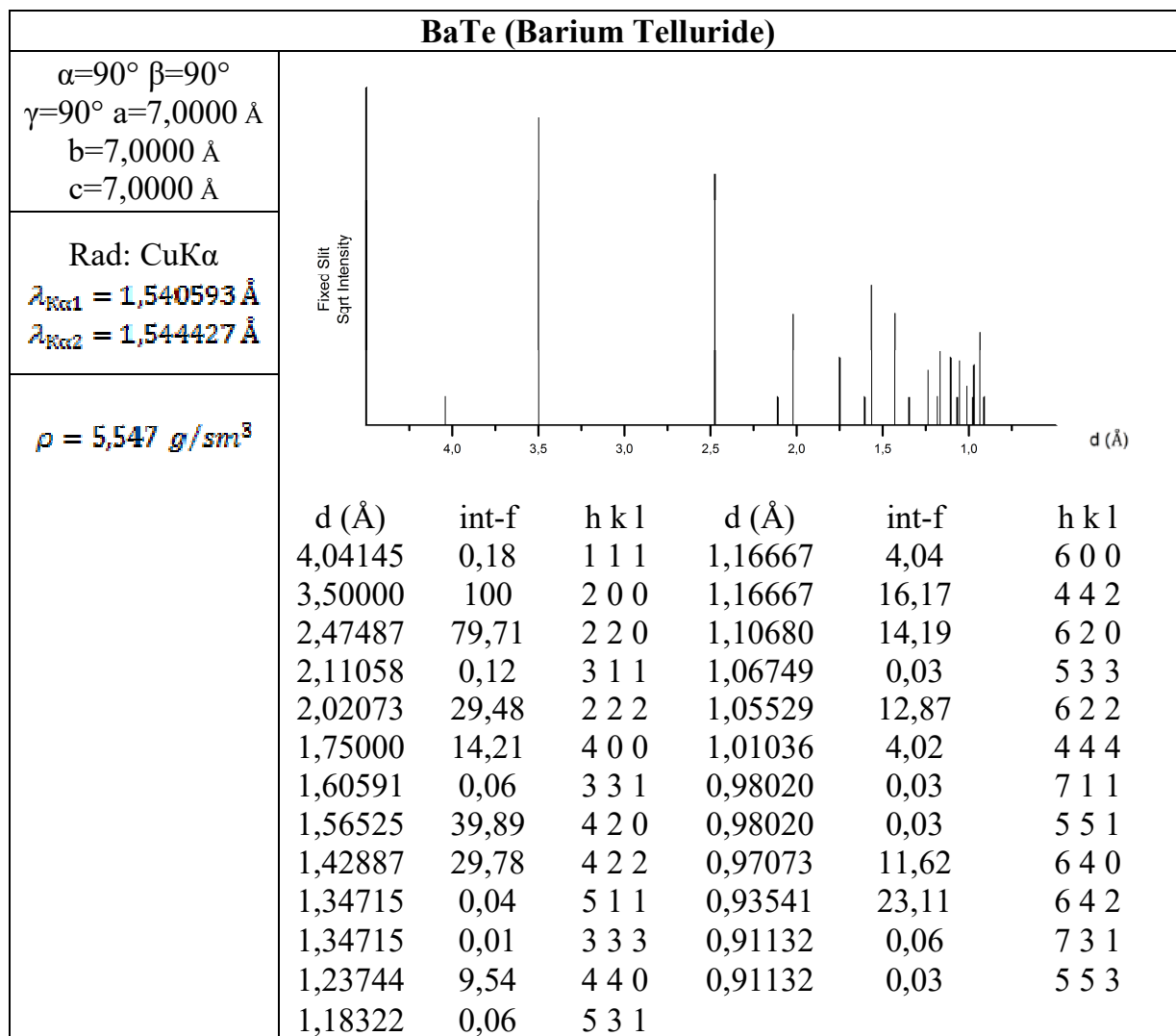
## Приложение 2

<b>AgBr (Silver Bromide)</b>						
$\alpha=90^\circ \beta=90^\circ$ $\gamma=90^\circ$ $a=5,7800 \text{ \AA}$ $b=5,7800 \text{ \AA}$ $c=5,7800 \text{ \AA}$						
Rad: CuK $\alpha$ $\lambda_{K\alpha 1} = 1,540593 \text{ \AA}$ $\lambda_{K\alpha 2} = 1,544427 \text{ \AA}$						
$\rho = 6,476 \text{ g/sm}^3$						
	d (Å)	int-f	h k l	d (Å)	int-f	h k l
	3,33708	5,77	1 1 1	1,17984	25,30	4 2 2
	2,89000	100	2 0 0	1,11236	0,62	5 1 1
	2,04354	73,44	2 2 0	1,11236	0,21	3 3 3
	1,74274	2,73	3 1 1	1,02177	9,15	4 4 0
	1,66854	25,69	2 2 2	0,97700	1,05	5 3 1
	1,44500	11,98	4 0 0	0,96333	4,32	6 0 0
	1,32602	1,04	3 3 1	0,96333	17,27	4 4 2
	1,29245	33,31	4 2 0	0,91390	17,38	6 2 0

<b>AgCl (Silver Chloride)</b>						
$\alpha=90^\circ \beta=90^\circ$ $\gamma=90^\circ$ a=5,5500 Å $b=5,5500 \text{ \AA}$ $c=5,5500 \text{ \AA}$						
Rad: CuK $\alpha$ $\lambda_{K\alpha 1} = 1,540593 \text{ \AA}$ $\lambda_{K\alpha 2} = 1,544427 \text{ \AA}$						
$\rho = 5,571 \text{ g/sm}^3$						
	d (Å)	int-f	h k l	d (Å)	int-f	h k l
	3,204	48,99	1 1 1	1,13289	24,19	4 2 2
	2,775	100	2 0 0	1,06810	5,88	5 1 1
	1,962	70,55	2 2 0	1,06810	1,96	3 3 3
	1,673	23,82	3 1 1	0,98111	9,46	4 4 0
	1,602	24,11	2 2 2	0,93812	10,19	5 3 1
	1,387	11,15	4 0 0	0,92500	4,71	6 0 0
	1,273	9,6	3 3 1	0,92500	18,85	4 4 2
	1,241	31,22	4 2 0			



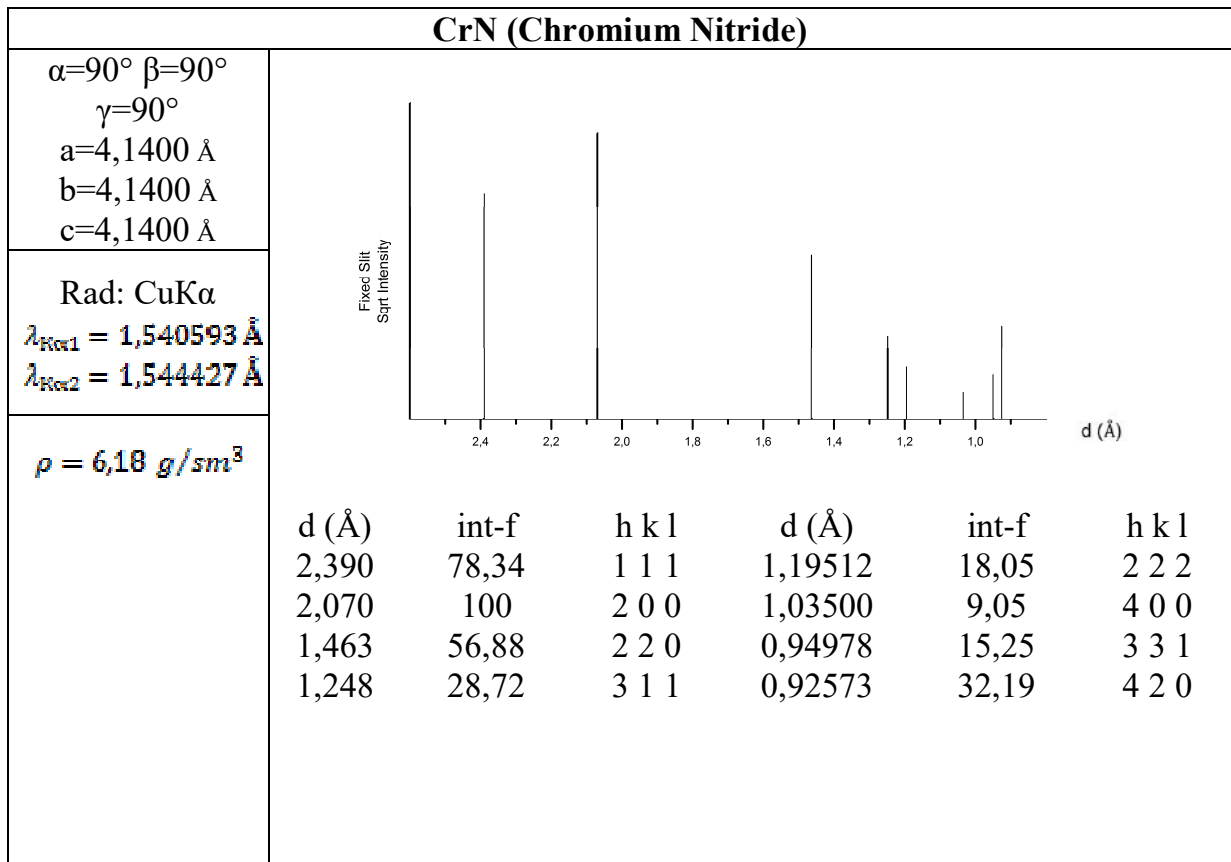
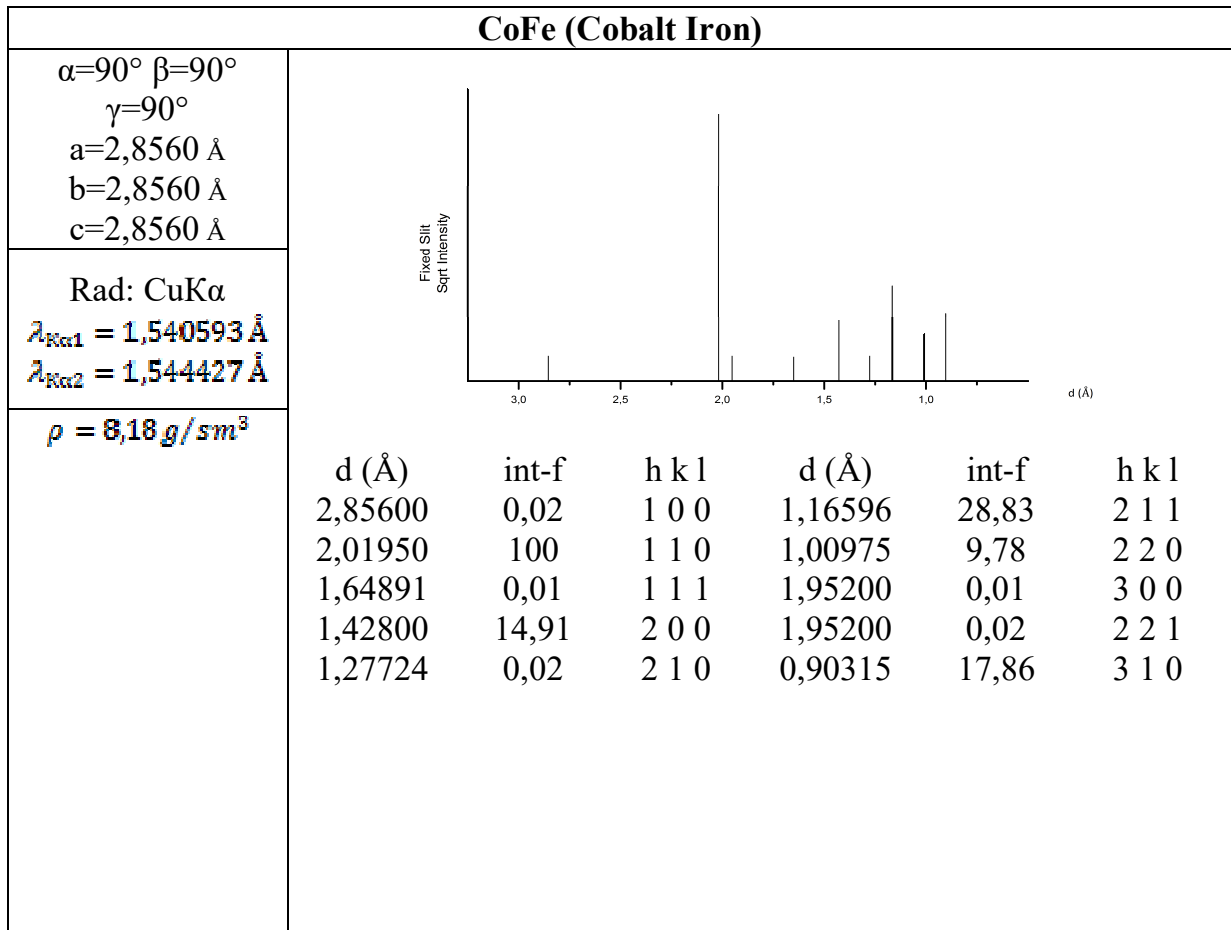






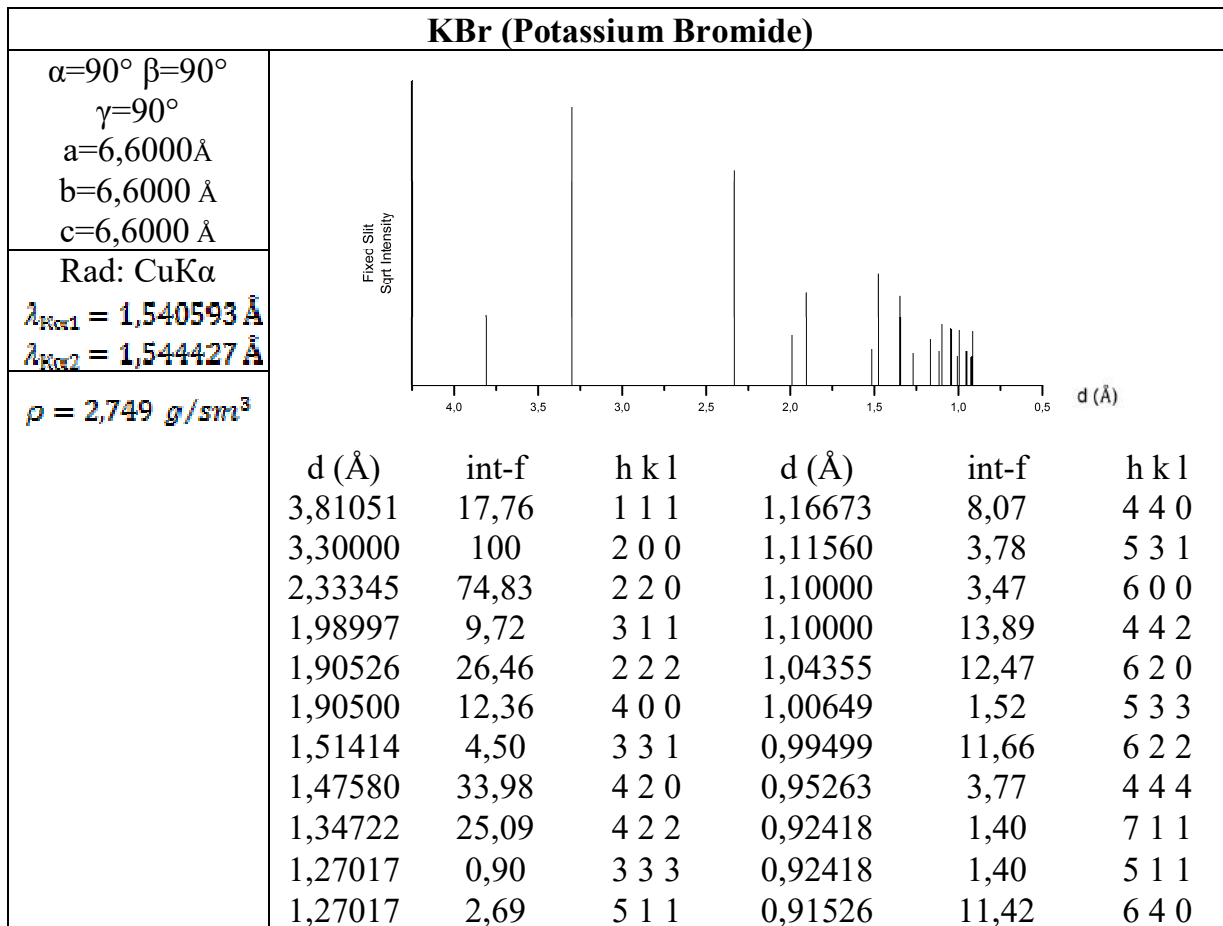
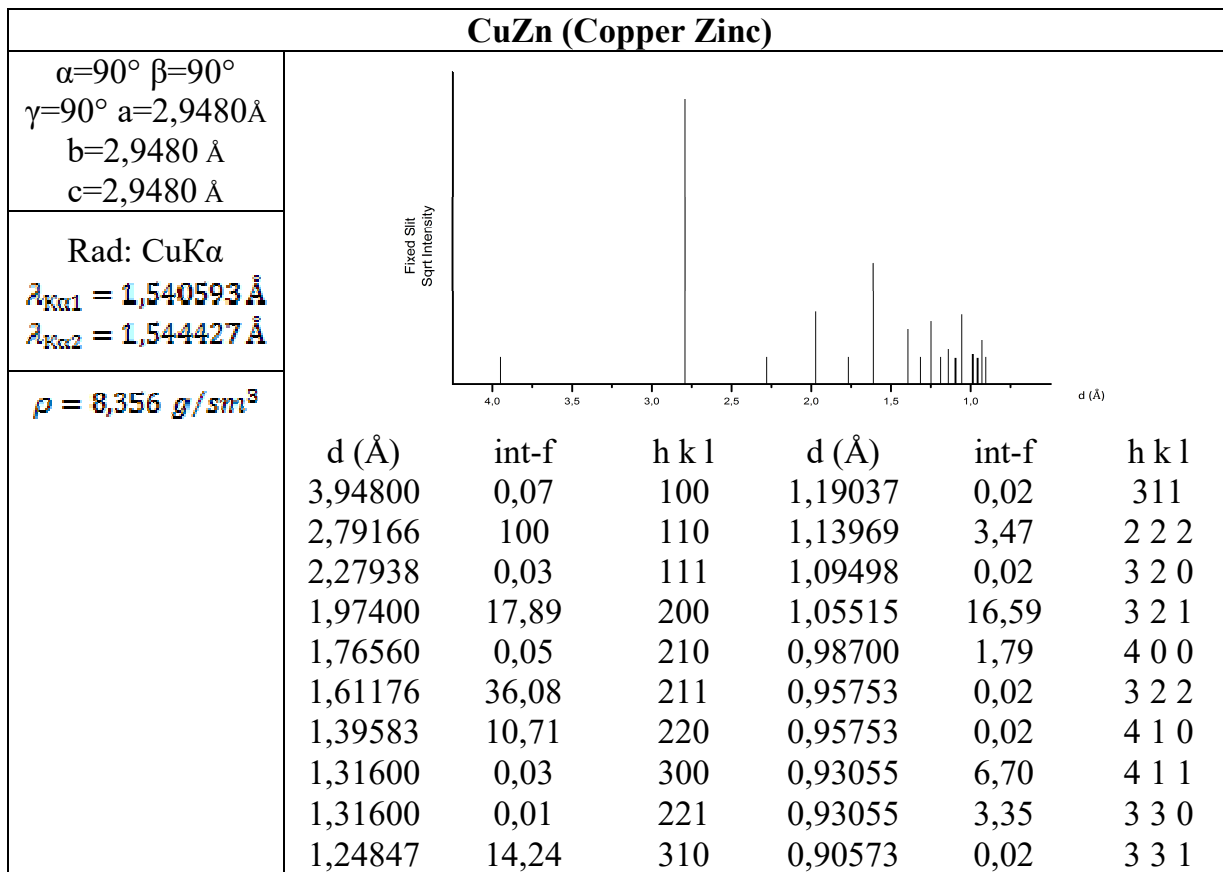
CaTe (Calcium Telluride)						
$\alpha=90^\circ$ $\beta=90^\circ$ $\gamma=90^\circ$ $a=6,3500 \text{ \AA}$ $b=6,3500 \text{ \AA}$ $c=6,3500 \text{ \AA}$						
Rad: CuK $\alpha$ $\lambda_{K\alpha 1} = 1,540593 \text{ \AA}$ $\lambda_{K\alpha 2} = 1,544427 \text{ \AA}$						
$\rho = 4,36 \text{ g/sm}^3$						
$d \text{ (\AA)}$	int-f	h k l	$d \text{ (\AA)}$	int-f	h k l	
3,66329	42,82	1 1 1	1,22110	1,98	3 3 3	
3,17250	100	2 0 0	1,12165	8,70	4 4 0	
2,24330	76,14	2 2 0	1,07250	8,63	5 3 1	
1,91309	22,65	3 1 1	1,05750	3,82	6 0 0	
1,83164	27,29	2 2 2	1,05750	15,28	4 4 2	
1,58625	12,85	4 0 0	1,00323	14,09	6 2 0	
1,45564	10,03	3 3 1	0,96760	3,75	5 3 3	
1,41879	35,54	4 2 0	0,95654	13,60	6 2 2	
1,29517	26,42	4 2 2	0,91582	4,58	4 4 4	
1,22110	5,95	5 1 1				

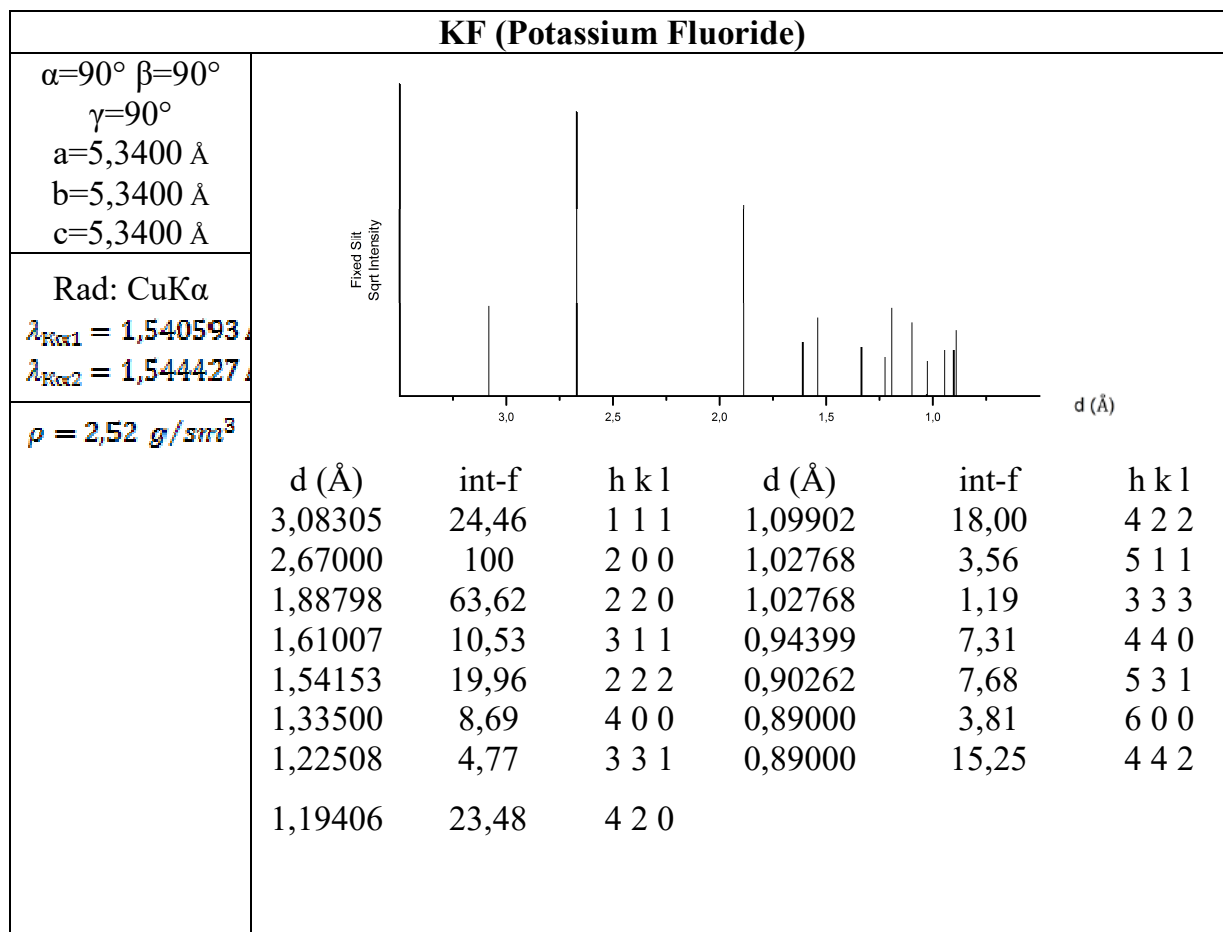
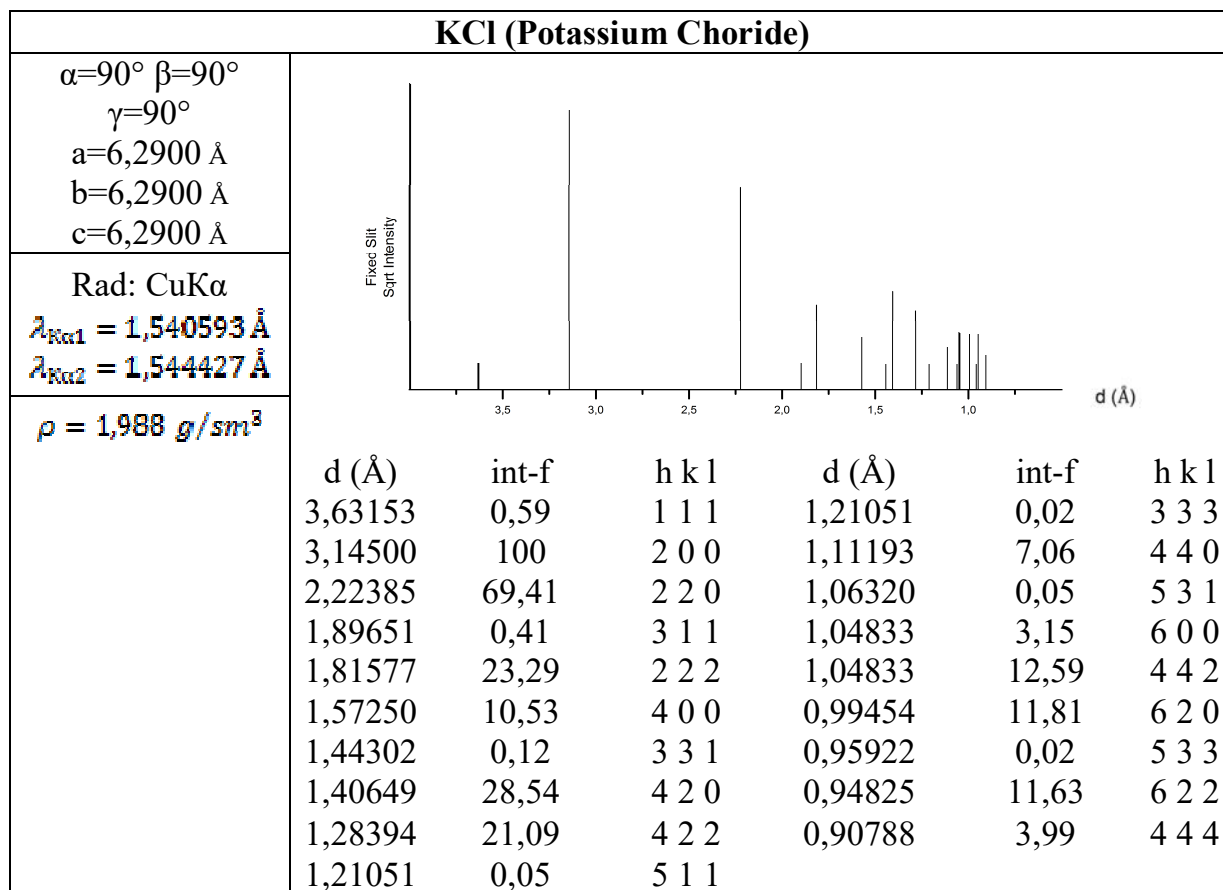
CoAl (Aluminum Cobalt)						
$\alpha=90^\circ$ $\beta=90^\circ$ $\gamma=90^\circ$ $a=2,8620 \text{ \AA}$ $b=2,8620 \text{ \AA}$ $c=2,8620 \text{ \AA}$						
Rad: CuK $\alpha$ $\lambda_{K\alpha 1} = 1,540593 \text{ \AA}$ $\lambda_{K\alpha 2} = 1,544427 \text{ \AA}$						
$\rho = 6,086 \text{ g/sm}^3$						
$d \text{ (\AA)}$	int-f	h k l	$d \text{ (\AA)}$	int-f	h k l	
2,86200	17,07	100	1,16841	30,12	211	
2,02374	100	110	1,01187	10,19	220	
1,65238	3,83	111	0,95400	0,48	300	
1,43100	15,35	200	0,95400	1,92	221	
1,27993	4,24	210	0,9050	18,34	310	



CsBr (Cesium Bromide)																																																																																		
$\alpha=90^\circ \beta=90^\circ$ $\gamma=90^\circ$ $a=4,2960 \text{ \AA}$ $b=4,2960 \text{ \AA}$ $c=4,2960 \text{ \AA}$																																																																																		
Rad: CuK $\alpha$ $\lambda_{K\alpha 1} = 1,540593 \text{ \AA}$ $\lambda_{K\alpha 2} = 1,544427 \text{ \AA}$																																																																																		
$\rho = 4,457 \text{ g/sm}^3$																																																																																		
	<table border="1"> <thead> <tr> <th>d (Å)</th> <th>int-f</th> <th>h k l</th> <th>d (Å)</th> <th>int-f</th> <th>h k l</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td>4,29600</td><td>6,61</td><td>1 0 0</td><td>1,19150</td><td>0,82</td><td>3 2 0</td></tr> <tr><td>3,03773</td><td>100</td><td>1 1 0</td><td>1,14815</td><td>21,75</td><td>3 2 1</td></tr> <tr><td>2,48030</td><td>2,28</td><td>1 1 1</td><td>1,07400</td><td>2,33</td><td>4 0 0</td></tr> <tr><td>2,14800</td><td>18,78</td><td>2 0 0</td><td>1,04193</td><td>0,64</td><td>3 2 2</td></tr> <tr><td>1,92123</td><td>3,32</td><td>2 1 0</td><td>1,04193</td><td>0,64</td><td>4 1 0</td></tr> <tr><td>1,75383</td><td>40,24</td><td>211</td><td>1,01258</td><td>8,44</td><td>4 1 1</td></tr> <tr><td>1,51887</td><td>12,71</td><td>220</td><td>1,01258</td><td>4,22</td><td>3 3 0</td></tr> <tr><td>1,43200</td><td>0,34</td><td>300</td><td>0,98557</td><td>0,61</td><td>3 3 1</td></tr> <tr><td>1,43200</td><td>1,37</td><td>221</td><td>0,96061</td><td>8,05</td><td>4 2 0</td></tr> <tr><td>1,35851</td><td>17,80</td><td>310</td><td>0,93746</td><td>1,22</td><td>4 2 1</td></tr> <tr><td>1,29529</td><td>1,03</td><td>3 1 1</td><td>0,91591</td><td>8,10</td><td>3 3 2</td></tr> <tr><td>1,24015</td><td>4,49</td><td>2 2 2</td><td></td><td></td><td></td></tr> </tbody> </table>	d (Å)	int-f	h k l	d (Å)	int-f	h k l	4,29600	6,61	1 0 0	1,19150	0,82	3 2 0	3,03773	100	1 1 0	1,14815	21,75	3 2 1	2,48030	2,28	1 1 1	1,07400	2,33	4 0 0	2,14800	18,78	2 0 0	1,04193	0,64	3 2 2	1,92123	3,32	2 1 0	1,04193	0,64	4 1 0	1,75383	40,24	211	1,01258	8,44	4 1 1	1,51887	12,71	220	1,01258	4,22	3 3 0	1,43200	0,34	300	0,98557	0,61	3 3 1	1,43200	1,37	221	0,96061	8,05	4 2 0	1,35851	17,80	310	0,93746	1,22	4 2 1	1,29529	1,03	3 1 1	0,91591	8,10	3 3 2	1,24015	4,49	2 2 2						
d (Å)	int-f	h k l	d (Å)	int-f	h k l																																																																													
4,29600	6,61	1 0 0	1,19150	0,82	3 2 0																																																																													
3,03773	100	1 1 0	1,14815	21,75	3 2 1																																																																													
2,48030	2,28	1 1 1	1,07400	2,33	4 0 0																																																																													
2,14800	18,78	2 0 0	1,04193	0,64	3 2 2																																																																													
1,92123	3,32	2 1 0	1,04193	0,64	4 1 0																																																																													
1,75383	40,24	211	1,01258	8,44	4 1 1																																																																													
1,51887	12,71	220	1,01258	4,22	3 3 0																																																																													
1,43200	0,34	300	0,98557	0,61	3 3 1																																																																													
1,43200	1,37	221	0,96061	8,05	4 2 0																																																																													
1,35851	17,80	310	0,93746	1,22	4 2 1																																																																													
1,29529	1,03	3 1 1	0,91591	8,10	3 3 2																																																																													
1,24015	4,49	2 2 2																																																																																

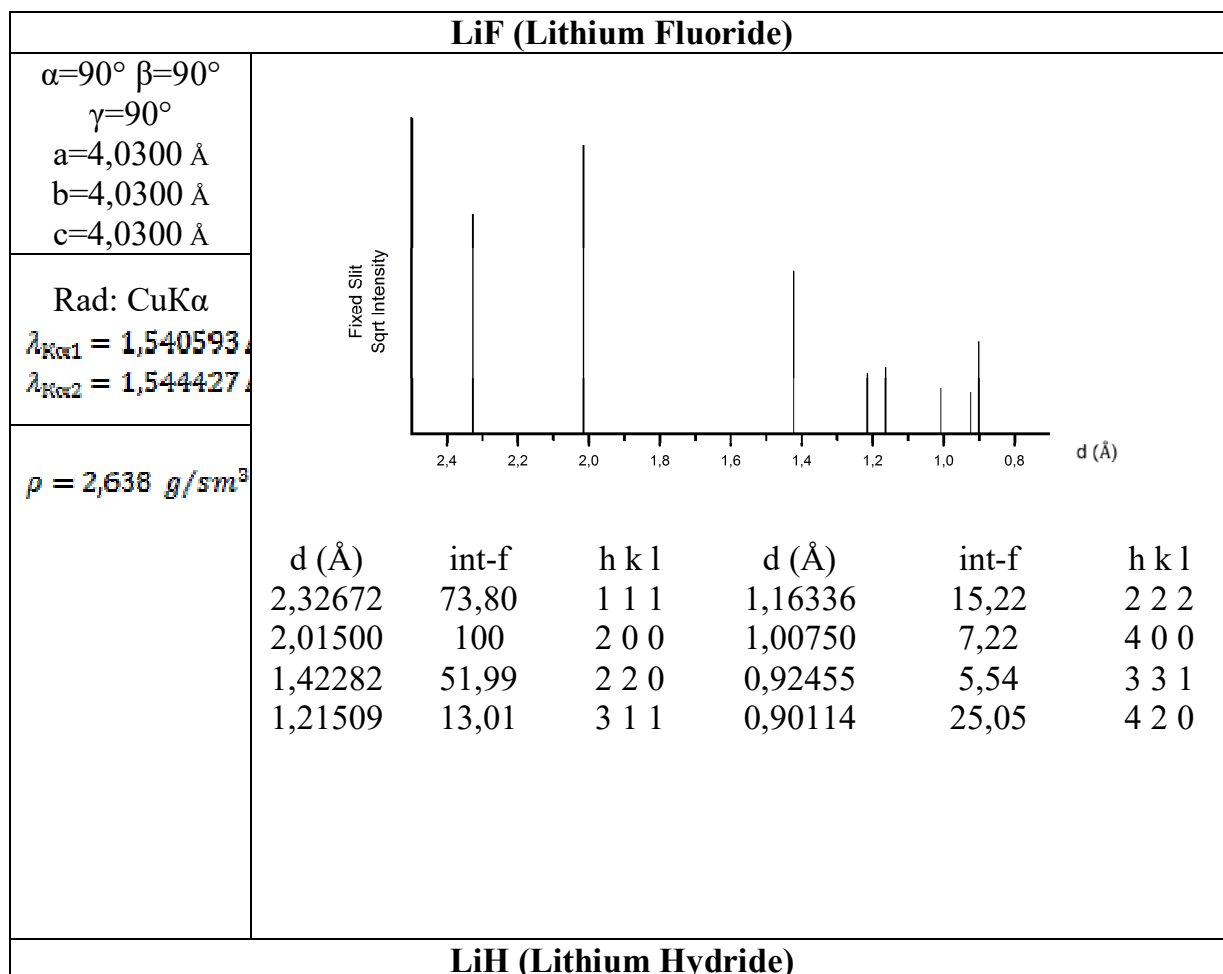
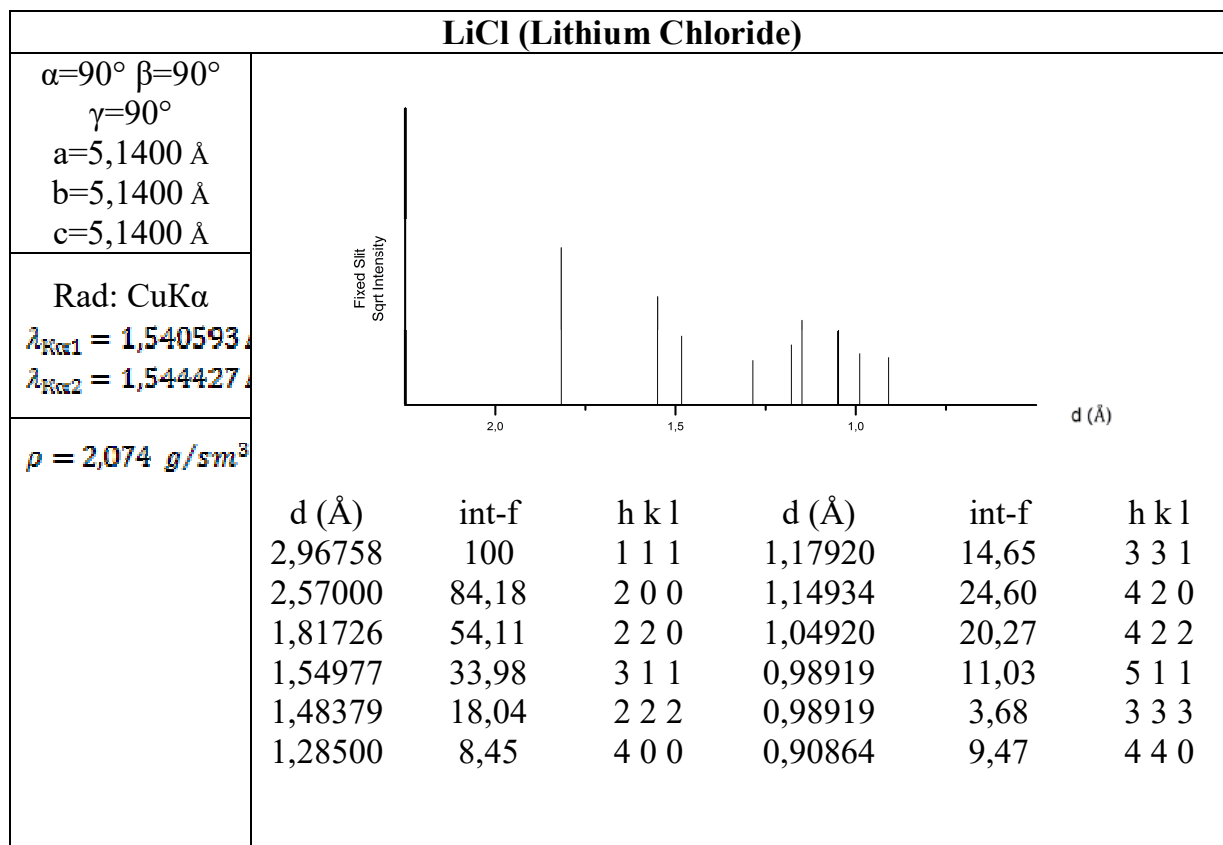
CsCl (Cesium Chloride)																																																																												
$\alpha=90^\circ \beta=90^\circ$ $\gamma=90^\circ$ $a=4,1230 \text{ \AA}$ $b=4,1230 \text{ \AA}$ $c=4,1230 \text{ \AA}$																																																																												
Rad: CuK $\alpha$ $\lambda_{K\alpha 1} = 1,540593 \text{ \AA}$ $\lambda_{K\alpha 2} = 1,544427 \text{ \AA}$																																																																												
$\rho = 3,989 \text{ g/sm}^3$																																																																												
	<table border="1"> <thead> <tr> <th>d (Å)</th> <th>int-f</th> <th>h k l</th> <th>d (Å)</th> <th>int-f</th> <th>h k l</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td>4,12300</td><td>35,15</td><td>1 0 0</td><td>1,19021</td><td>4,33</td><td>2 2 2</td></tr> <tr><td>2,91540</td><td>100</td><td>1 1 0</td><td>1,14351</td><td>4,14</td><td>3 2 0</td></tr> <tr><td>2,38042</td><td>11,93</td><td>1 1 1</td><td>1,10192</td><td>21,48</td><td>3 2 1</td></tr> <tr><td>1,06150</td><td>18,17</td><td>2 0 0</td><td>1,03075</td><td>2,38</td><td>4 0 0</td></tr> <tr><td>1,84386</td><td>17,28</td><td>2 1 0</td><td>0,99997</td><td>3,21</td><td>3 2 2</td></tr> <tr><td>1,68321</td><td>38,26</td><td>211</td><td>0,99997</td><td>3,21</td><td>4 1 0</td></tr> <tr><td>1,45770</td><td>12,02</td><td>220</td><td>0,97180</td><td>8,96</td><td>4 1 1</td></tr> <tr><td>1,37433</td><td>1,75</td><td>300</td><td>0,97180</td><td>4,48</td><td>3 3 0</td></tr> <tr><td>1,37433</td><td>7,02</td><td>221</td><td>0,94588</td><td>3,11</td><td>3 3 1</td></tr> <tr><td>1,30381</td><td>16,92</td><td>310</td><td>0,92193</td><td>8,99</td><td>4 2 0</td></tr> <tr><td>1,24313</td><td>5,19</td><td>3 1 1</td><td>0,89971</td><td>6,40</td><td>4 2 1</td></tr> </tbody> </table>	d (Å)	int-f	h k l	d (Å)	int-f	h k l	4,12300	35,15	1 0 0	1,19021	4,33	2 2 2	2,91540	100	1 1 0	1,14351	4,14	3 2 0	2,38042	11,93	1 1 1	1,10192	21,48	3 2 1	1,06150	18,17	2 0 0	1,03075	2,38	4 0 0	1,84386	17,28	2 1 0	0,99997	3,21	3 2 2	1,68321	38,26	211	0,99997	3,21	4 1 0	1,45770	12,02	220	0,97180	8,96	4 1 1	1,37433	1,75	300	0,97180	4,48	3 3 0	1,37433	7,02	221	0,94588	3,11	3 3 1	1,30381	16,92	310	0,92193	8,99	4 2 0	1,24313	5,19	3 1 1	0,89971	6,40	4 2 1			
d (Å)	int-f	h k l	d (Å)	int-f	h k l																																																																							
4,12300	35,15	1 0 0	1,19021	4,33	2 2 2																																																																							
2,91540	100	1 1 0	1,14351	4,14	3 2 0																																																																							
2,38042	11,93	1 1 1	1,10192	21,48	3 2 1																																																																							
1,06150	18,17	2 0 0	1,03075	2,38	4 0 0																																																																							
1,84386	17,28	2 1 0	0,99997	3,21	3 2 2																																																																							
1,68321	38,26	211	0,99997	3,21	4 1 0																																																																							
1,45770	12,02	220	0,97180	8,96	4 1 1																																																																							
1,37433	1,75	300	0,97180	4,48	3 3 0																																																																							
1,37433	7,02	221	0,94588	3,11	3 3 1																																																																							
1,30381	16,92	310	0,92193	8,99	4 2 0																																																																							
1,24313	5,19	3 1 1	0,89971	6,40	4 2 1																																																																							

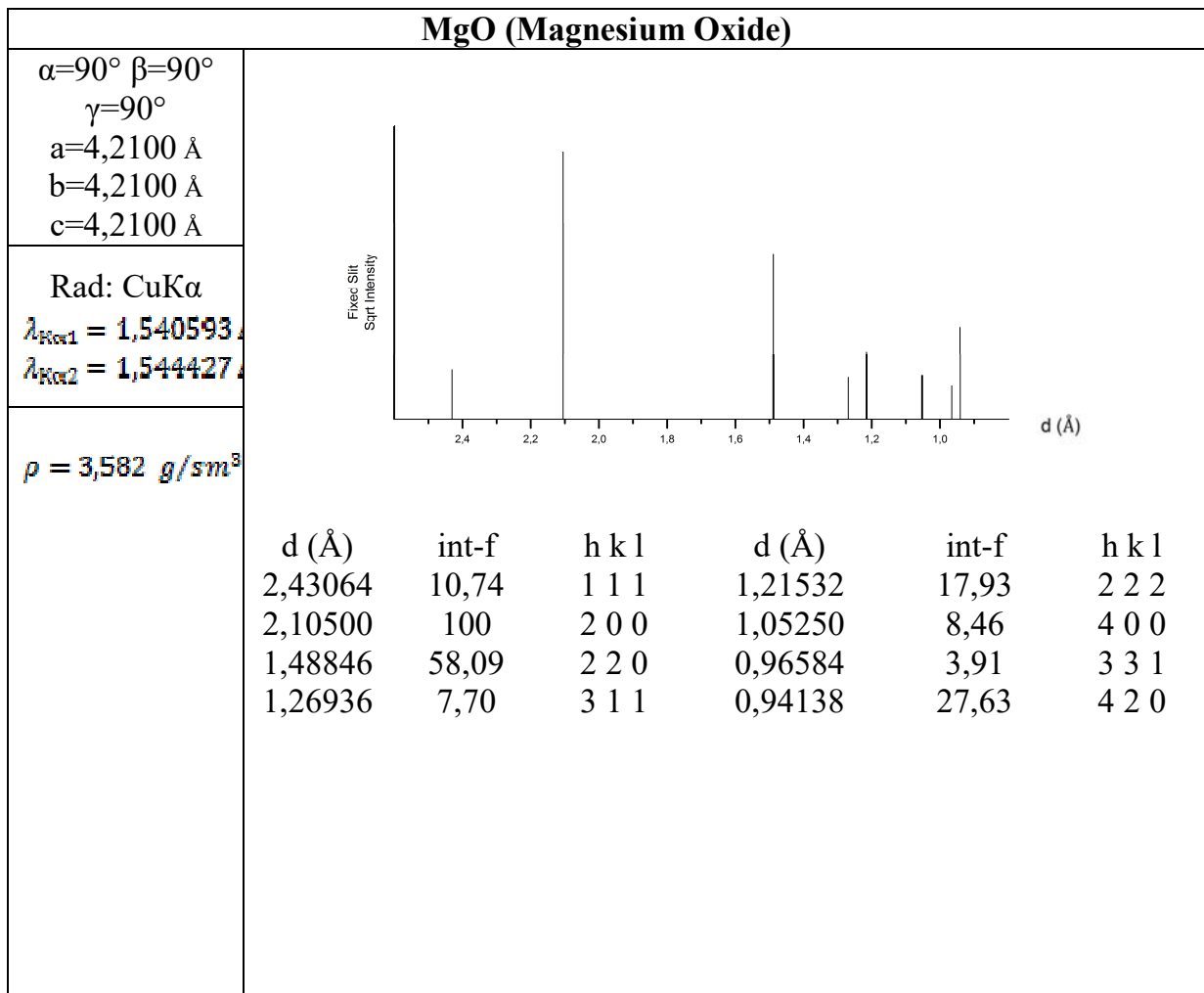
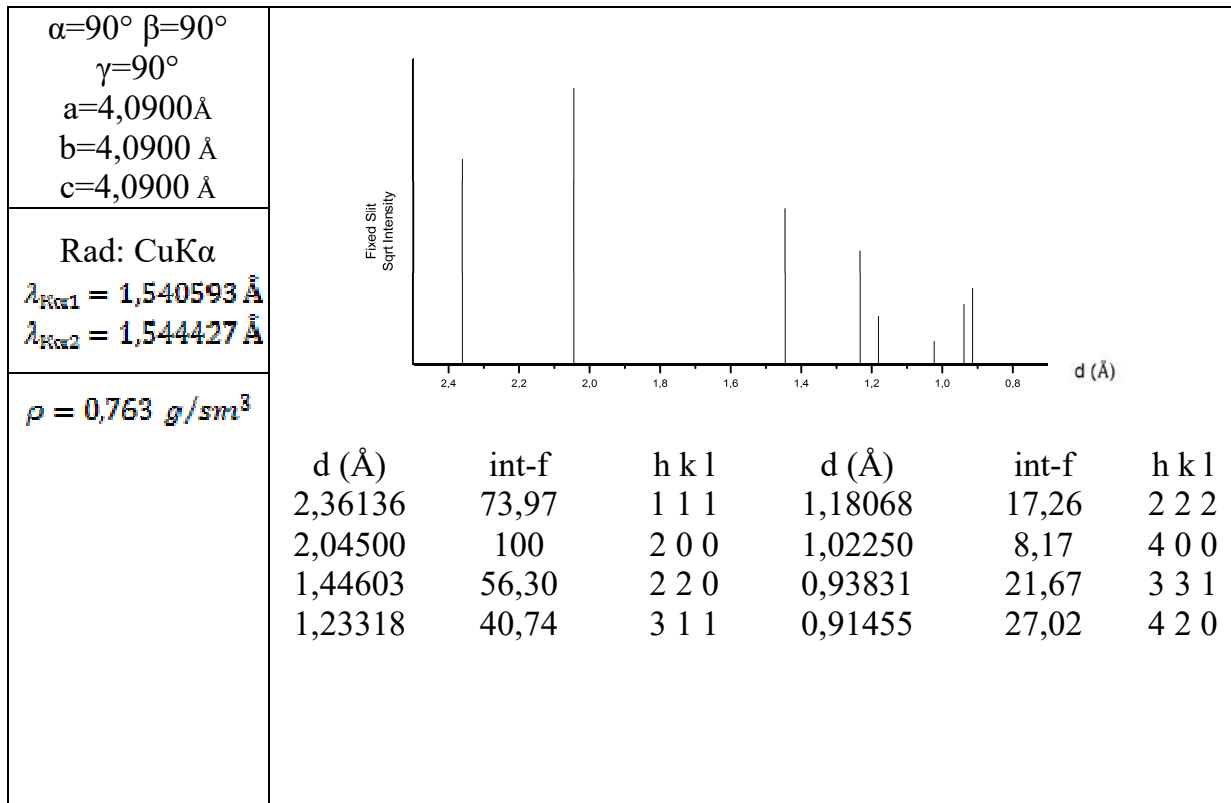




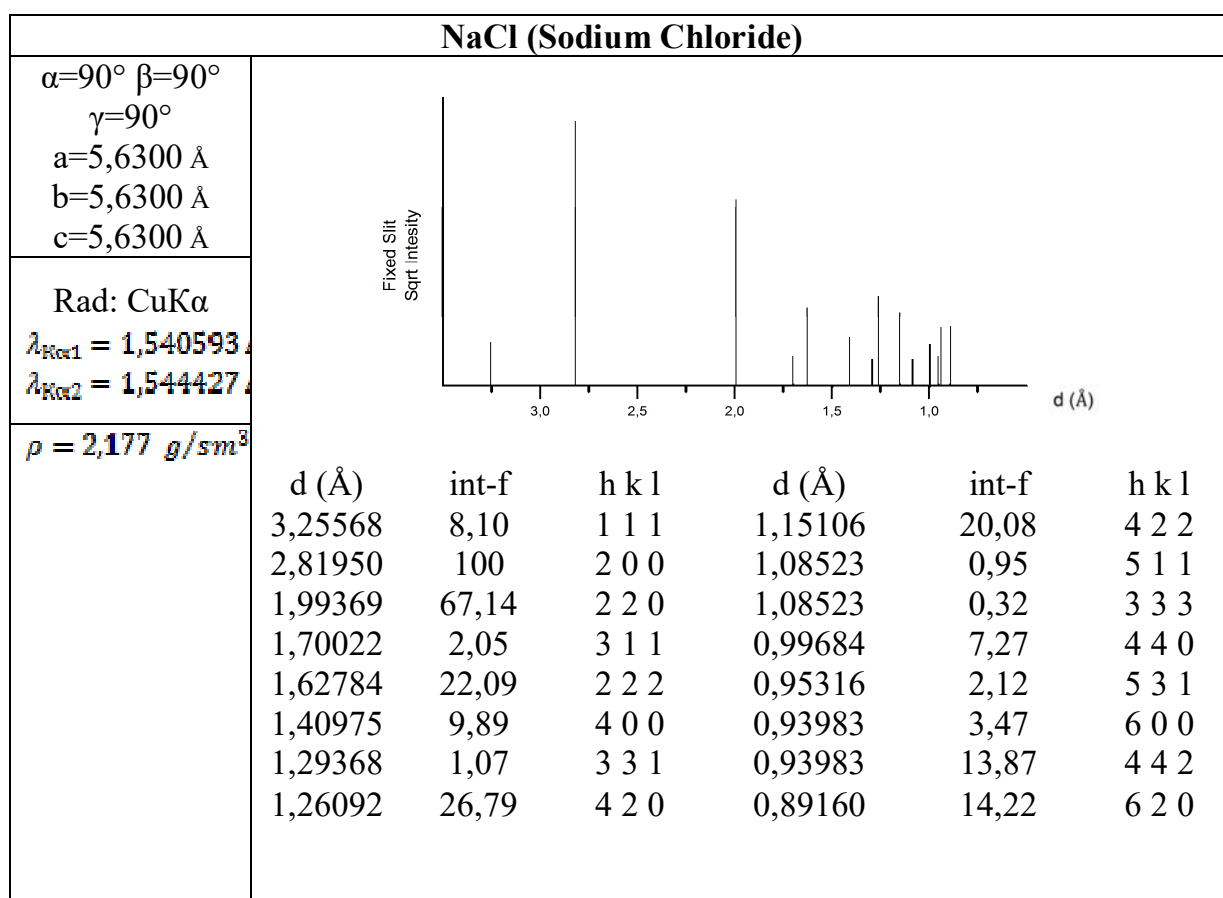
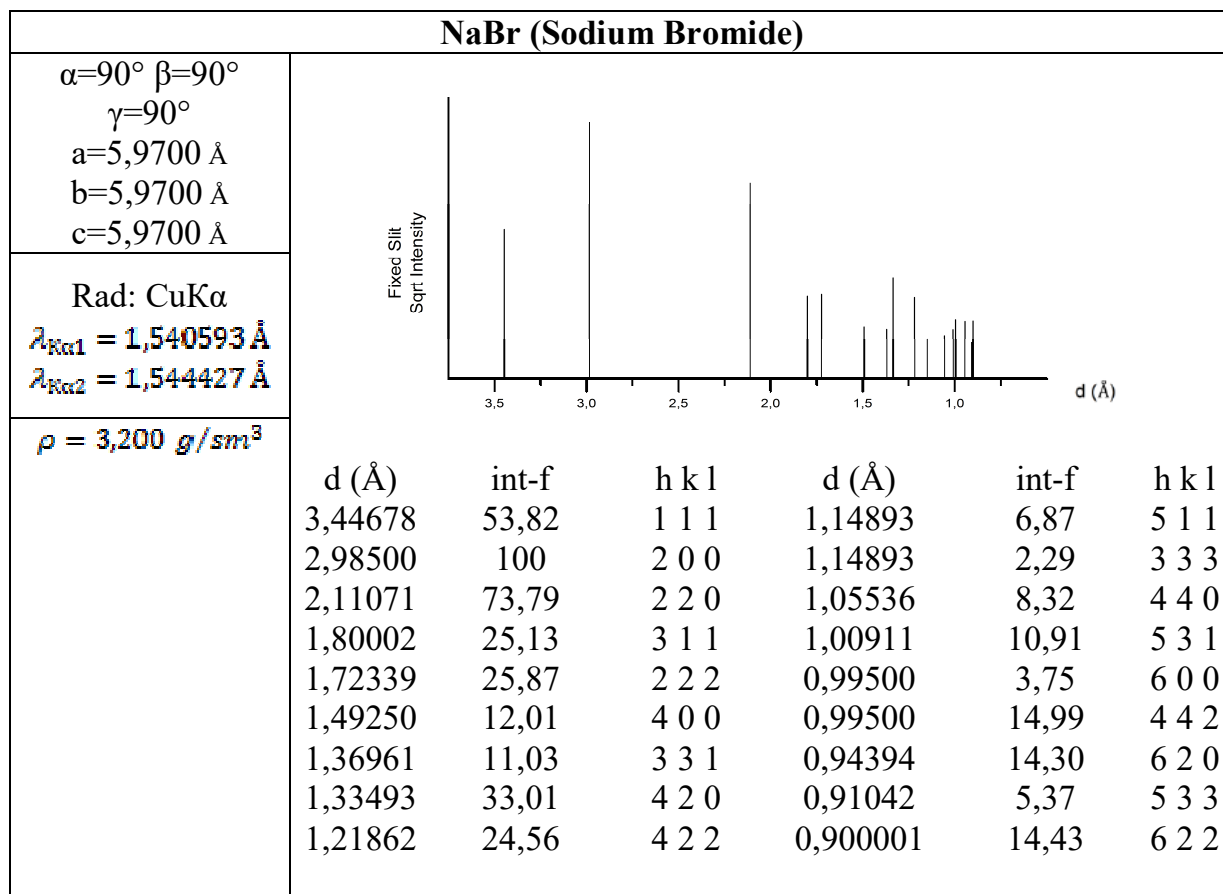
KH (Potassium Hydride)																																																											
$\alpha=90^\circ \beta=90^\circ$ $\gamma=90^\circ$ $a=5,7100\text{\AA}$ $b=5,7100\text{\AA}$ $c=5,7100\text{\AA}$																																																											
Rad: CuK $\alpha$ $\lambda_{K\alpha 1} = 1,540593\text{\AA}$ $\lambda_{K\alpha 2} = 1,544427\text{\AA}$																																																											
$\rho = 1,428\text{ g/sm}^3$																																																											
	<table border="1"> <thead> <tr> <th>d (Å)</th> <th>int-f</th> <th>h k l</th> <th>d (Å)</th> <th>int-f</th> <th>h k l</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>3,29667</td> <td>100</td> <td>1 1 1</td> <td>1,16555</td> <td>11,36</td> <td>4 2 2</td> </tr> <tr> <td>2,85500</td> <td>58,62</td> <td>2 0 0</td> <td>1,09889</td> <td>9,36</td> <td>5 1 1</td> </tr> <tr> <td>2,01879</td> <td>28,89</td> <td>2 2 0</td> <td>1,09889</td> <td>3,12</td> <td>3 3 3</td> </tr> <tr> <td>1,72163</td> <td>40,39</td> <td>3 1 1</td> <td>1,00939</td> <td>4,21</td> <td>4 4 0</td> </tr> <tr> <td>1,64833</td> <td>12,59</td> <td>2 2 2</td> <td>0,96517</td> <td>15,79</td> <td>5 3 1</td> </tr> <tr> <td>1,42750</td> <td>5,58</td> <td>4 0 0</td> <td>0,95167</td> <td>2,03</td> <td>6 0 0</td> </tr> <tr> <td>1,30996</td> <td>15,51</td> <td>3 3 1</td> <td>0,95167</td> <td>8,13</td> <td>4 4 2</td> </tr> <tr> <td>1,27679</td> <td>15,09</td> <td>4 2 0</td> <td>0,90283</td> <td>8,43</td> <td>6 2 0</td> </tr> </tbody> </table>	d (Å)	int-f	h k l	d (Å)	int-f	h k l	3,29667	100	1 1 1	1,16555	11,36	4 2 2	2,85500	58,62	2 0 0	1,09889	9,36	5 1 1	2,01879	28,89	2 2 0	1,09889	3,12	3 3 3	1,72163	40,39	3 1 1	1,00939	4,21	4 4 0	1,64833	12,59	2 2 2	0,96517	15,79	5 3 1	1,42750	5,58	4 0 0	0,95167	2,03	6 0 0	1,30996	15,51	3 3 1	0,95167	8,13	4 4 2	1,27679	15,09	4 2 0	0,90283	8,43	6 2 0				
d (Å)	int-f	h k l	d (Å)	int-f	h k l																																																						
3,29667	100	1 1 1	1,16555	11,36	4 2 2																																																						
2,85500	58,62	2 0 0	1,09889	9,36	5 1 1																																																						
2,01879	28,89	2 2 0	1,09889	3,12	3 3 3																																																						
1,72163	40,39	3 1 1	1,00939	4,21	4 4 0																																																						
1,64833	12,59	2 2 2	0,96517	15,79	5 3 1																																																						
1,42750	5,58	4 0 0	0,95167	2,03	6 0 0																																																						
1,30996	15,51	3 3 1	0,95167	8,13	4 4 2																																																						
1,27679	15,09	4 2 0	0,90283	8,43	6 2 0																																																						

LiBr (Lithium Bromide)																																																											
$\alpha=90^\circ \beta=90^\circ$ $\gamma=90^\circ$ $a=5,5000\text{\AA}$ $b=5,5000\text{\AA}$ $c=5,5000\text{\AA}$																																																											
Rad: CuK $\alpha$ $\lambda_{K\alpha 1} = 1,540593\text{\AA}$ $\lambda_{K\alpha 2} = 1,544427\text{\AA}$																																																											
$\rho = 3,46\text{ g/sm}^3$																																																											
	<table border="1"> <thead> <tr> <th>d (Å)</th> <th>int-f</th> <th>h k l</th> <th>d (Å)</th> <th>int-f</th> <th>h k l</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>3,17543</td> <td>100</td> <td>1 1 1</td> <td>1,12268</td> <td>16,99</td> <td>4 2 2</td> </tr> <tr> <td>2,75000</td> <td>65,56</td> <td>2 0 0</td> <td>1,05848</td> <td>11,68</td> <td>5 1 1</td> </tr> <tr> <td>1,94454</td> <td>47,26</td> <td>2 2 0</td> <td>1,05848</td> <td>3,89</td> <td>3 3 3</td> </tr> <tr> <td>1,65831</td> <td>44,00</td> <td>3 1 1</td> <td>0,97227</td> <td>6,55</td> <td>4 4 0</td> </tr> <tr> <td>1,58771</td> <td>16,55</td> <td>2 2 2</td> <td>0,92967</td> <td>20,52</td> <td>5 3 1</td> </tr> <tr> <td>1,37500</td> <td>7,78</td> <td>4 0 0</td> <td>0,91667</td> <td>3,23</td> <td>6 0 0</td> </tr> <tr> <td>1,26179</td> <td>18,40</td> <td>3 3 1</td> <td>0,91667</td> <td>12,93</td> <td>4 4 2</td> </tr> <tr> <td>1,22994</td> <td>21,92</td> <td>4 2 0</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	d (Å)	int-f	h k l	d (Å)	int-f	h k l	3,17543	100	1 1 1	1,12268	16,99	4 2 2	2,75000	65,56	2 0 0	1,05848	11,68	5 1 1	1,94454	47,26	2 2 0	1,05848	3,89	3 3 3	1,65831	44,00	3 1 1	0,97227	6,55	4 4 0	1,58771	16,55	2 2 2	0,92967	20,52	5 3 1	1,37500	7,78	4 0 0	0,91667	3,23	6 0 0	1,26179	18,40	3 3 1	0,91667	12,93	4 4 2	1,22994	21,92	4 2 0							
d (Å)	int-f	h k l	d (Å)	int-f	h k l																																																						
3,17543	100	1 1 1	1,12268	16,99	4 2 2																																																						
2,75000	65,56	2 0 0	1,05848	11,68	5 1 1																																																						
1,94454	47,26	2 2 0	1,05848	3,89	3 3 3																																																						
1,65831	44,00	3 1 1	0,97227	6,55	4 4 0																																																						
1,58771	16,55	2 2 2	0,92967	20,52	5 3 1																																																						
1,37500	7,78	4 0 0	0,91667	3,23	6 0 0																																																						
1,26179	18,40	3 3 1	0,91667	12,93	4 4 2																																																						
1,22994	21,92	4 2 0																																																									



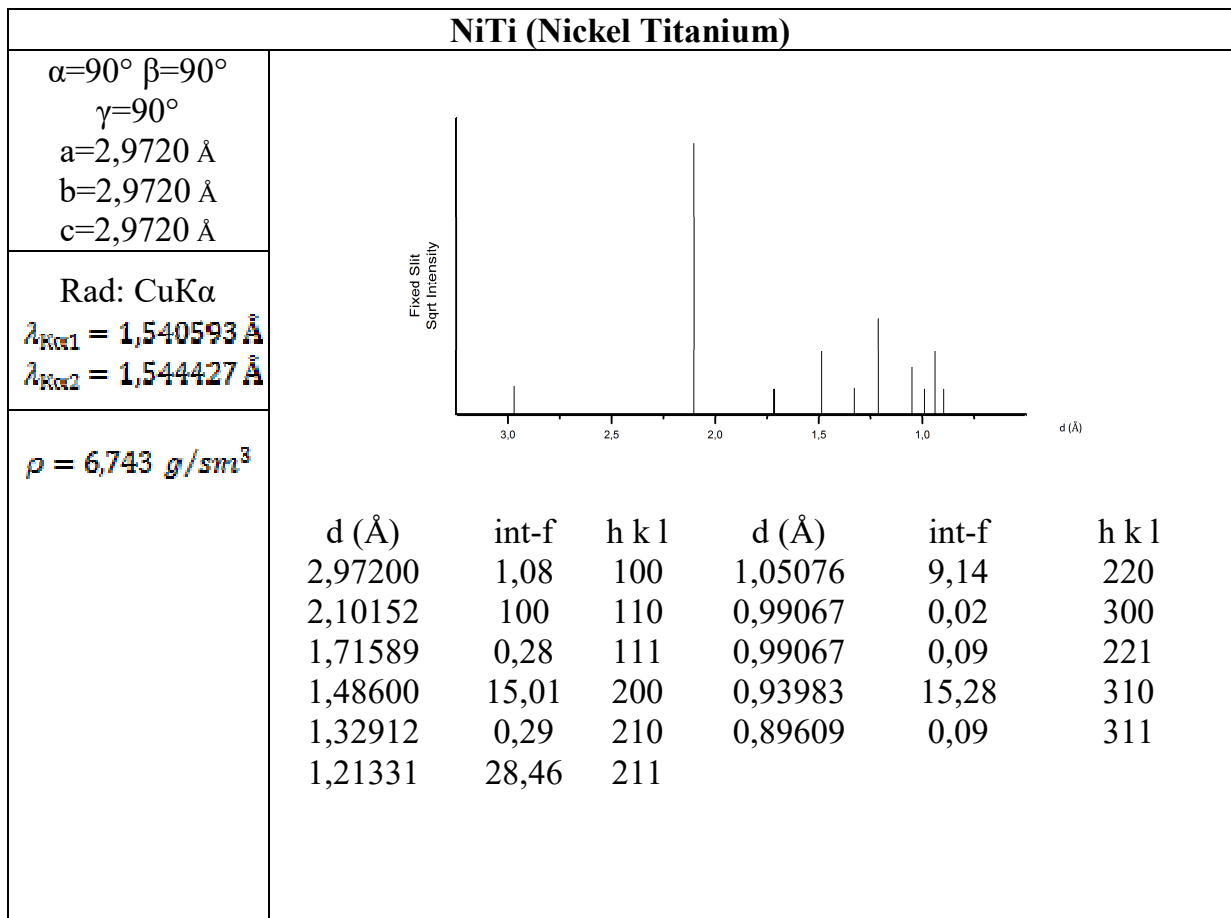
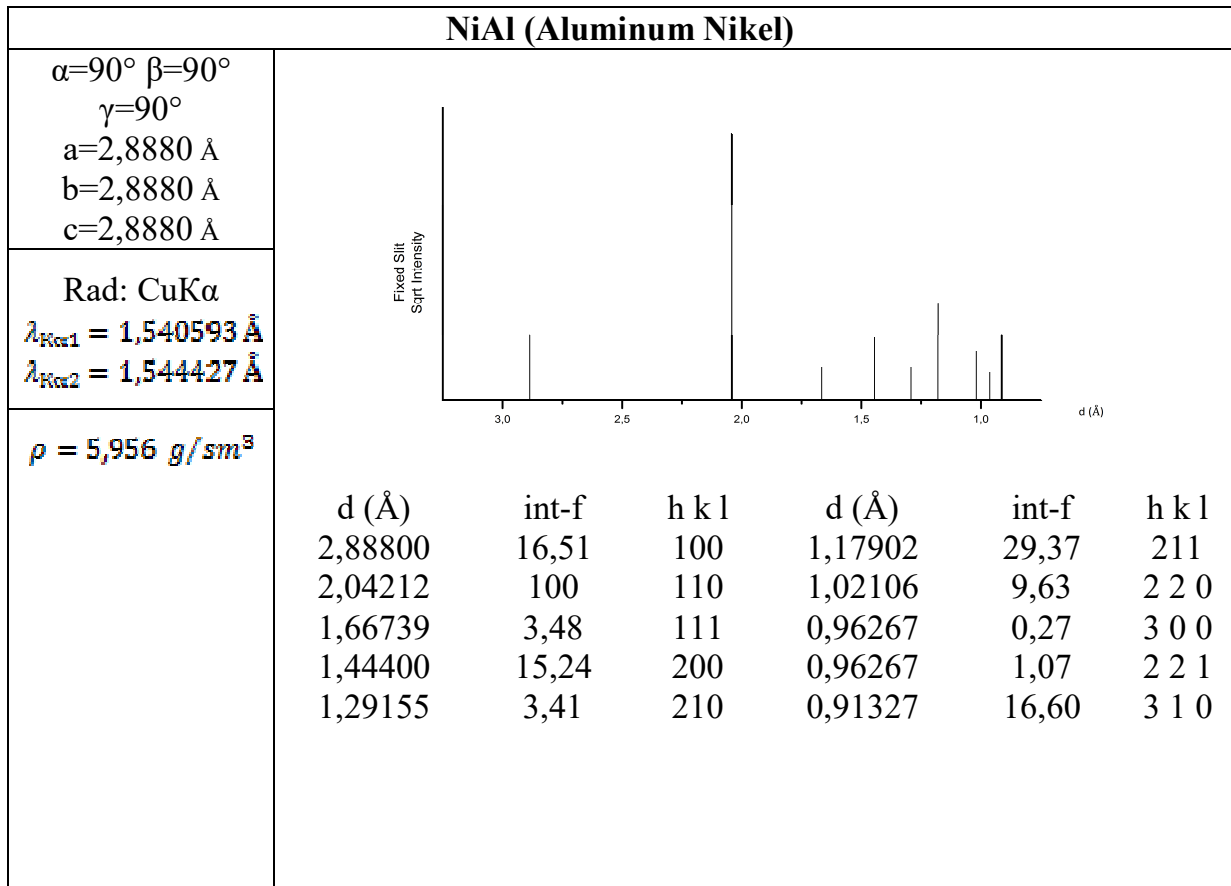


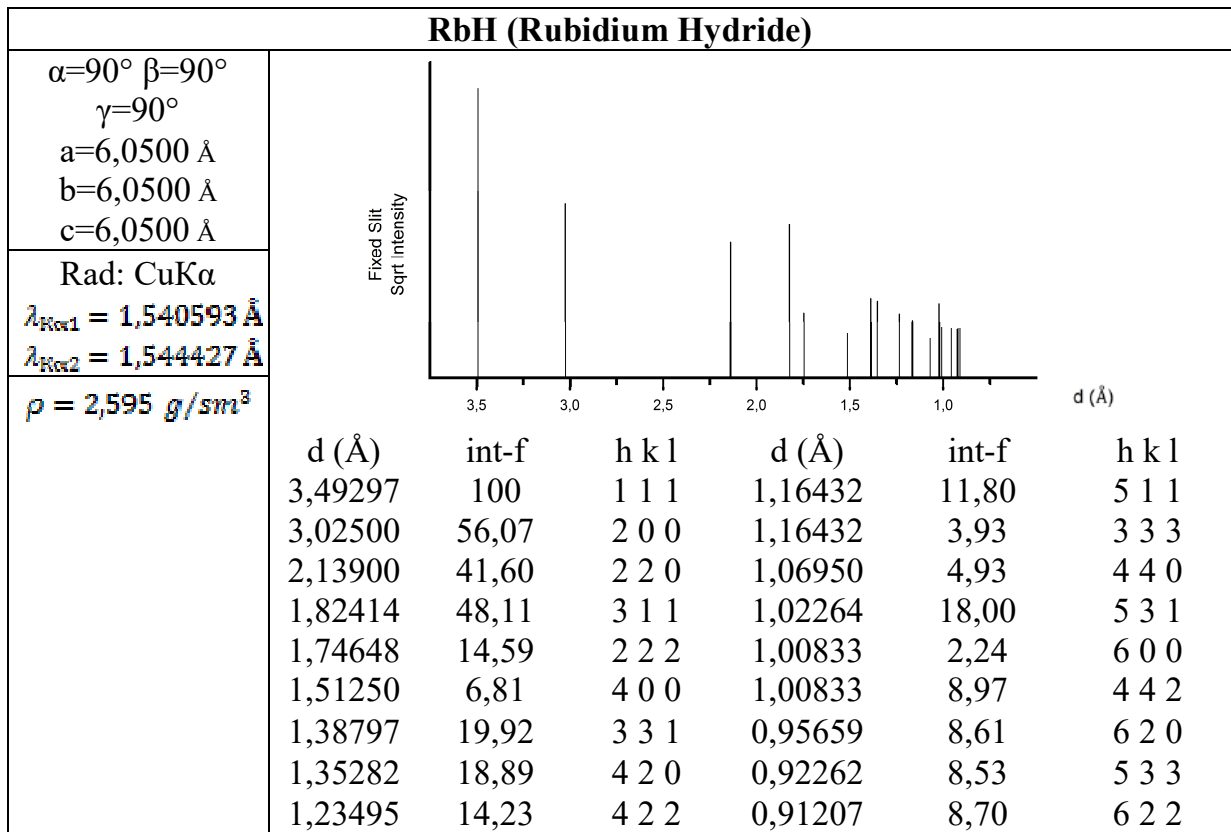
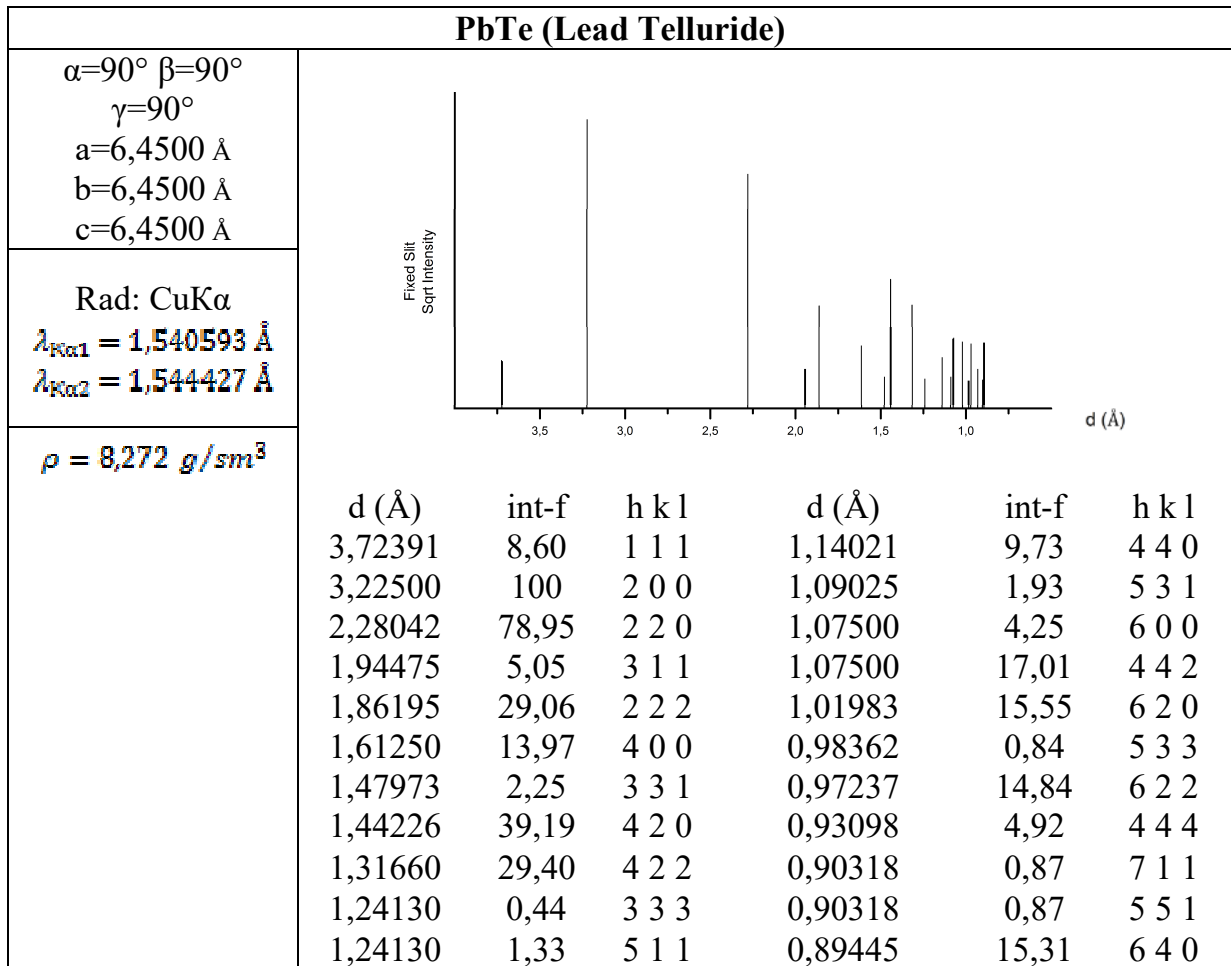


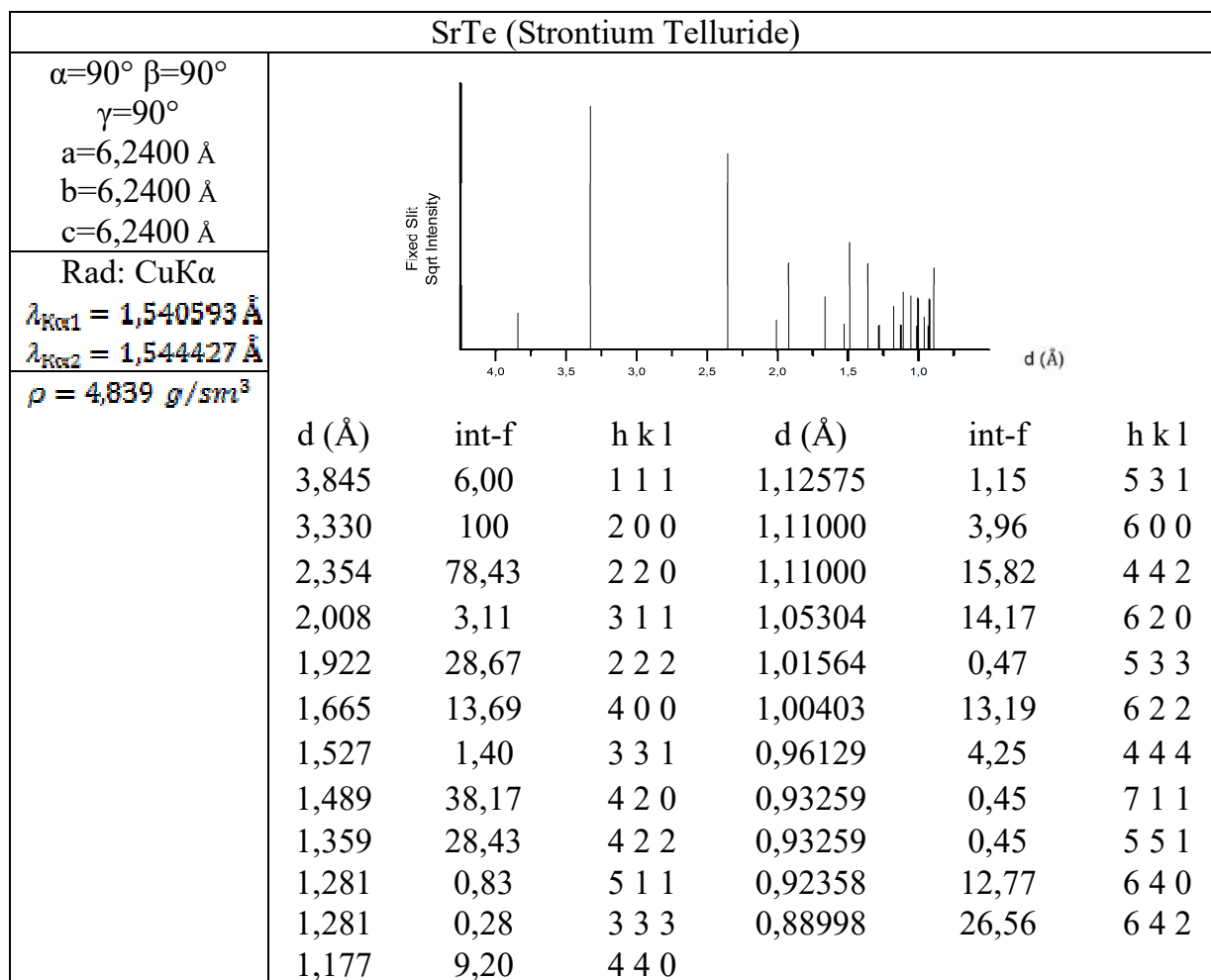
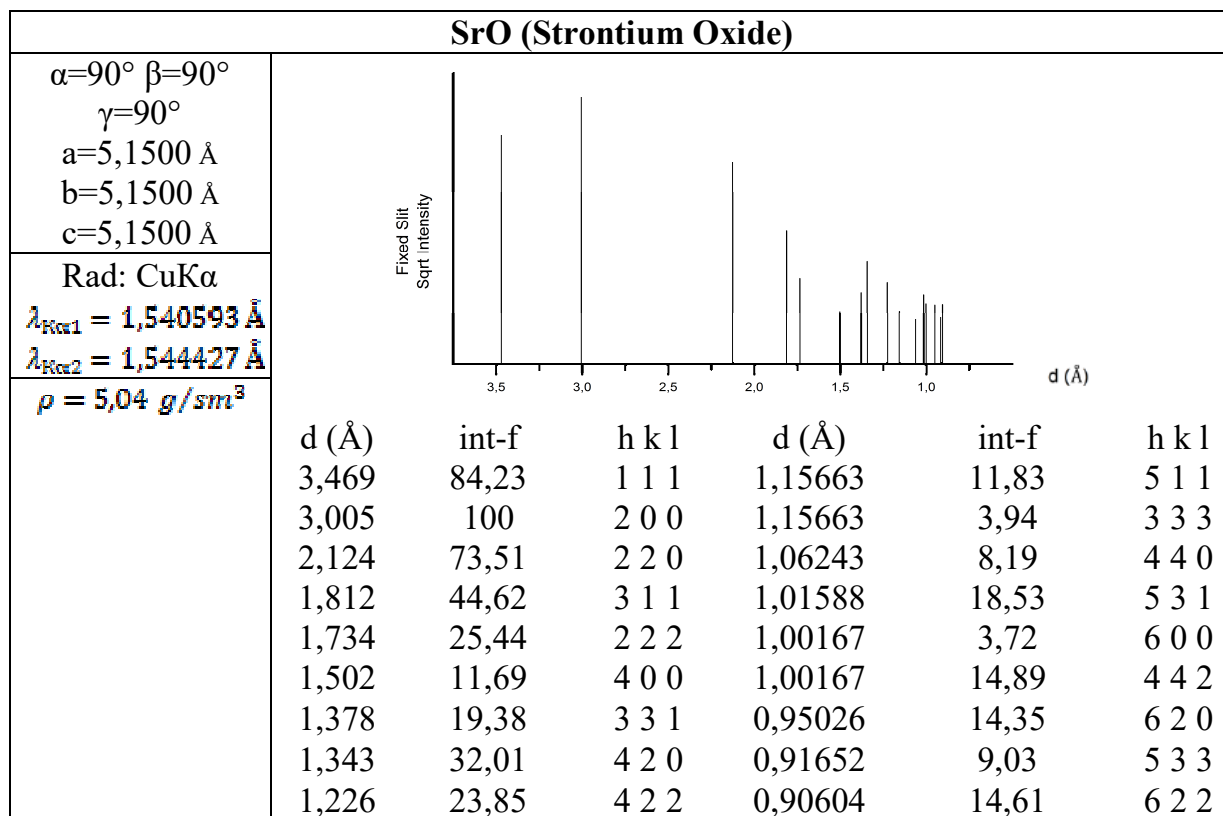


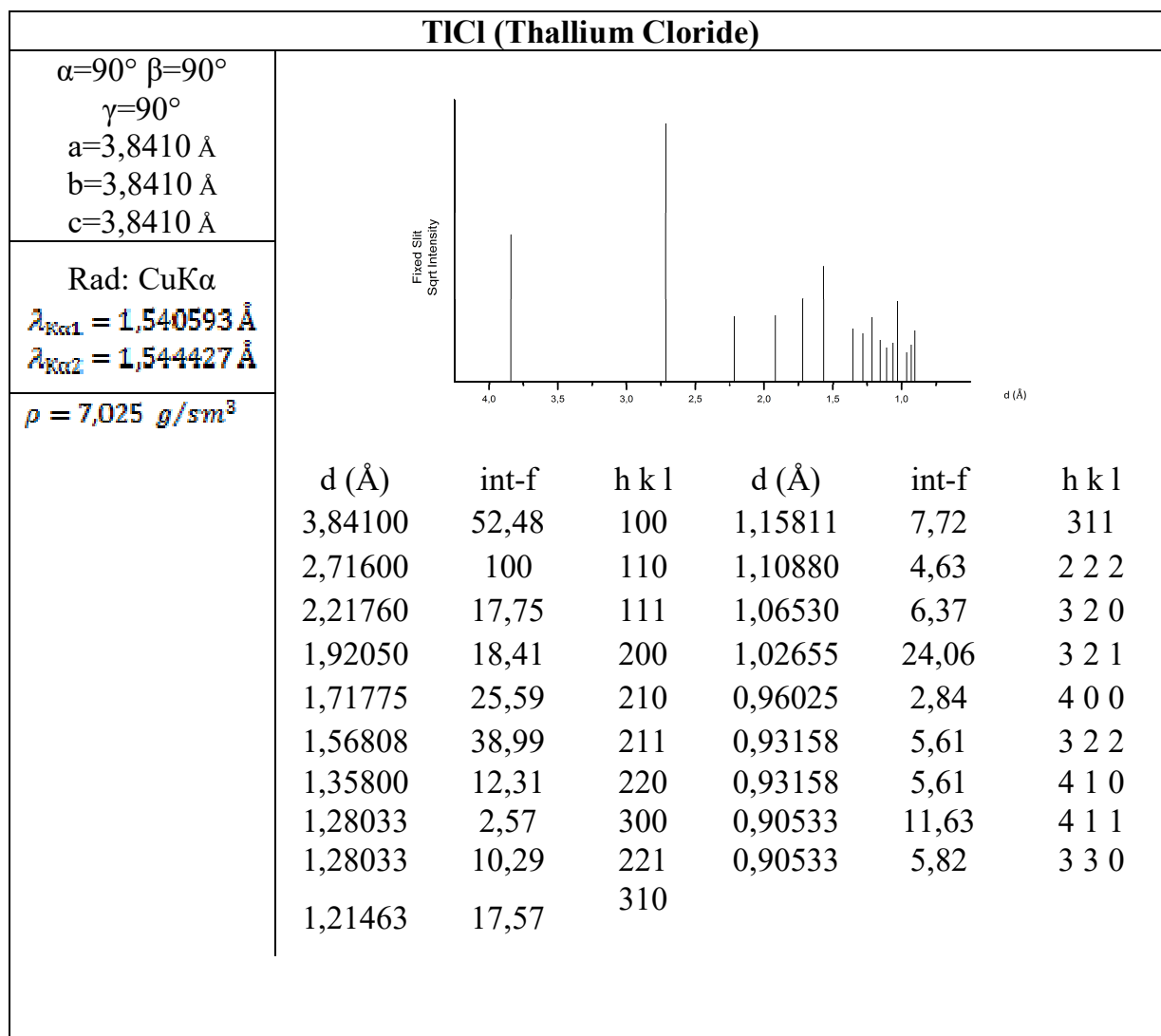
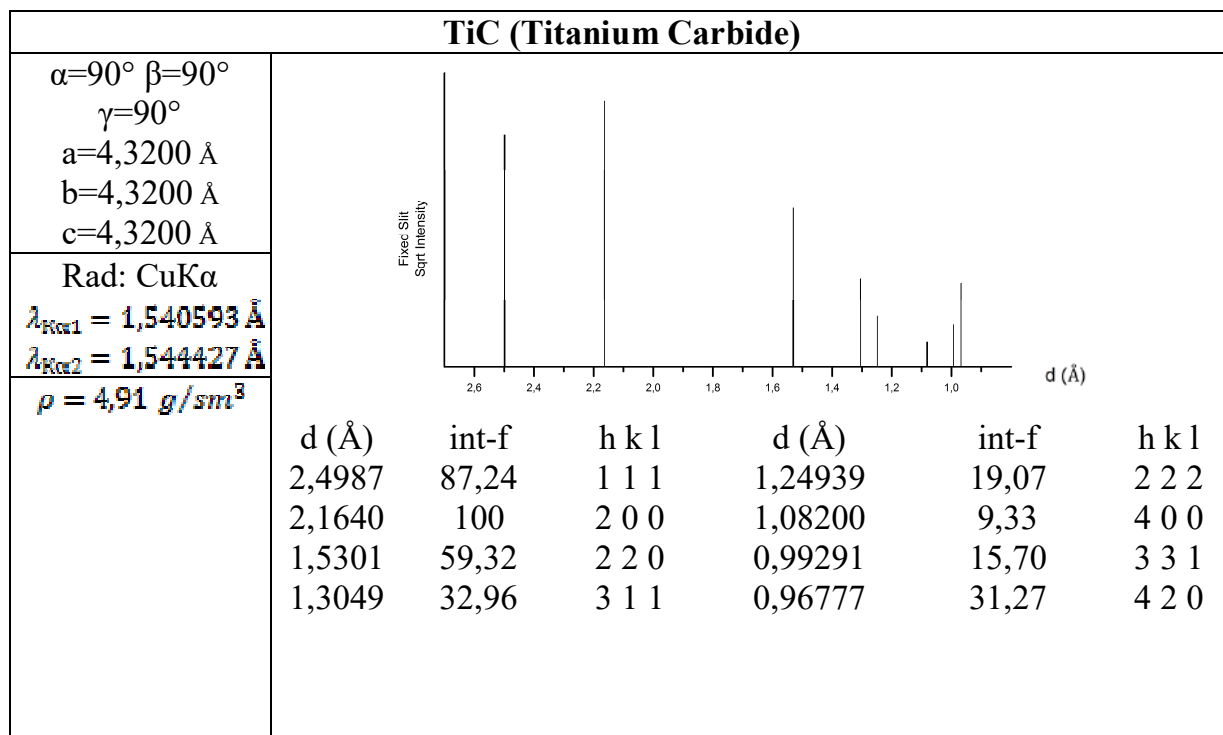
NaF (Sodium Fluoride)																																																
$\alpha=90^\circ$ $\beta=90^\circ$ $\gamma=90^\circ$ $a=4,6300 \text{ \AA}$ $b=4,6300 \text{ \AA}$ $c=4,6300 \text{ \AA}$																																																
Rad: CuK $\alpha$ $\lambda_{K\alpha 1} = 1,540593 \text{ \AA}$ $\lambda_{K\alpha 2} = 1,544427 \text{ \AA}$																																																
$\rho = 2,804 \text{ g/sm}^3$																																																
		<table border="1"> <thead> <tr> <th>d (Å)</th> <th>int-f</th> <th>h k l</th> <th>d (Å)</th> <th>int-f</th> <th>h k l</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>2,67313</td> <td>2,17</td> <td>1 1 1</td> <td>1,06219</td> <td>0,84</td> <td>3 3 1</td> </tr> <tr> <td>2,31500</td> <td>100</td> <td>2 0 0</td> <td>1,03530</td> <td>20,25</td> <td>4 2 0</td> </tr> <tr> <td>1,63695</td> <td>58,9</td> <td>2 2 0</td> <td>0,94509</td> <td>16,77</td> <td>4 2 2</td> </tr> <tr> <td>1,39600</td> <td>1,88</td> <td>3 1 1</td> <td>0,89104</td> <td>0,63</td> <td>5 1 1</td> </tr> <tr> <td>1,33657</td> <td>17,35</td> <td>2 2 2</td> <td>0,89104</td> <td>0,21</td> <td>3 3 3</td> </tr> <tr> <td>1,15750</td> <td>7,34</td> <td>4 0 0</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	d (Å)	int-f	h k l	d (Å)	int-f	h k l	2,67313	2,17	1 1 1	1,06219	0,84	3 3 1	2,31500	100	2 0 0	1,03530	20,25	4 2 0	1,63695	58,9	2 2 0	0,94509	16,77	4 2 2	1,39600	1,88	3 1 1	0,89104	0,63	5 1 1	1,33657	17,35	2 2 2	0,89104	0,21	3 3 3	1,15750	7,34	4 0 0							
d (Å)	int-f	h k l	d (Å)	int-f	h k l																																											
2,67313	2,17	1 1 1	1,06219	0,84	3 3 1																																											
2,31500	100	2 0 0	1,03530	20,25	4 2 0																																											
1,63695	58,9	2 2 0	0,94509	16,77	4 2 2																																											
1,39600	1,88	3 1 1	0,89104	0,63	5 1 1																																											
1,33657	17,35	2 2 2	0,89104	0,21	3 3 3																																											
1,15750	7,34	4 0 0																																														

NaH (Sodium Hydride)																																																
$\alpha=90^\circ$ $\beta=90^\circ$ $\gamma=90^\circ$ $a=4,8900 \text{ \AA}$ $b=4,8900 \text{ \AA}$ $c=4,8900 \text{ \AA}$																																																
Rad: CuK $\alpha$ $\lambda_{K\alpha 1} = 1,540593 \text{ \AA}$ $\lambda_{K\alpha 2} = 1,544427 \text{ \AA}$																																																
$\rho = 1,63 \text{ g/sm}^3$																																																
		<table border="1"> <thead> <tr> <th>d (Å)</th> <th>int-f</th> <th>h k l</th> <th>d (Å)</th> <th>int-f</th> <th>h k l</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>2,823</td> <td>100</td> <td>1 1 1</td> <td>1,12184</td> <td>14,27</td> <td>3 3 1</td> </tr> <tr> <td>2,445</td> <td>63,53</td> <td>2 0 0</td> <td>1,09344</td> <td>14,15</td> <td>4 2 0</td> </tr> <tr> <td>1,728</td> <td>40,42</td> <td>2 2 0</td> <td>0,99817</td> <td>10,97</td> <td>4 2 2</td> </tr> <tr> <td>1,474</td> <td>39,24</td> <td>3 1 1</td> <td>0,94108</td> <td>9,37</td> <td>5 1 1</td> </tr> <tr> <td>1,411</td> <td>12,43</td> <td>2 2 2</td> <td>0,94108</td> <td>3,12</td> <td>3 3 3</td> </tr> <tr> <td>1,222</td> <td>5,29</td> <td>4 0 0</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>	d (Å)	int-f	h k l	d (Å)	int-f	h k l	2,823	100	1 1 1	1,12184	14,27	3 3 1	2,445	63,53	2 0 0	1,09344	14,15	4 2 0	1,728	40,42	2 2 0	0,99817	10,97	4 2 2	1,474	39,24	3 1 1	0,94108	9,37	5 1 1	1,411	12,43	2 2 2	0,94108	3,12	3 3 3	1,222	5,29	4 0 0							
d (Å)	int-f	h k l	d (Å)	int-f	h k l																																											
2,823	100	1 1 1	1,12184	14,27	3 3 1																																											
2,445	63,53	2 0 0	1,09344	14,15	4 2 0																																											
1,728	40,42	2 2 0	0,99817	10,97	4 2 2																																											
1,474	39,24	3 1 1	0,94108	9,37	5 1 1																																											
1,411	12,43	2 2 2	0,94108	3,12	3 3 3																																											
1,222	5,29	4 0 0																																														







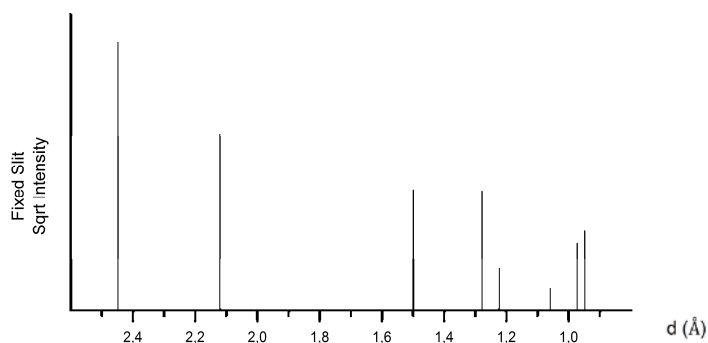


### TIN (Titanium Nitride)

$\alpha=90^\circ$   $\beta=90^\circ$   
 $\gamma=90^\circ$   
 $a=4,2400 \text{ \AA}$   
 $b=4,2400 \text{ \AA}$   
 $c=4,2400 \text{ \AA}$

Rad: CuK $\alpha$   
 $\lambda_{K\alpha 1} = 1,540593 \text{ \AA}$   
 $\lambda_{K\alpha 2} = 1,544427 \text{ \AA}$

$\rho = 5,41 \text{ g/sm}^3$



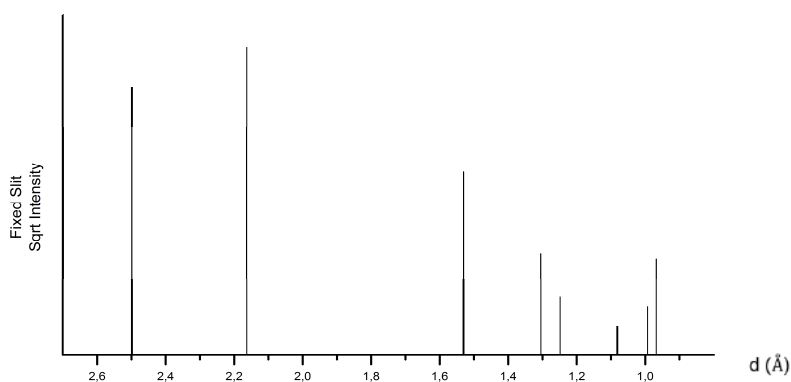
d (Å)	int-f	h k l	d (Å)	int-f	h k l
2,44797	100	1 1 1	1,22398	15,70	2 2 2
2,12000	65,69	2 0 0	1,06000	8,24	4 0 0
1,49907	44,63	2 2 0	0,97272	24,81	3 3 1
1,27841	44,19	3 1 1	0,94809	29,31	4 2 0

### VC (Vanadium Carbide)

$\alpha=90^\circ$   $\beta=90^\circ$   
 $\gamma=90^\circ$   
 $a=4,1600 \text{ \AA}$   
 $b=4,1600 \text{ \AA}$   
 $c=4,1600 \text{ \AA}$

Rad: CuK $\alpha$   
 $\lambda_{K\alpha 1} = 1,540593 \text{ \AA}$   
 $\lambda_{K\alpha 2} = 1,544427 \text{ \AA}$

$\rho = 5,787 \text{ g/sm}^3$



d (Å)	int-f	h k l	d (Å)	int-f	h k l
2,40466	93,08	1 1 1	1,20233	19,05	2 2 2
2,08250	100	2 0 0	1,04125	9,68	4 0 0
1,47255	58,63	2 2 0	0,95552	17,54	3 3 1
1,25579	34,05	3 1 1	0,93132	34,60	4 2 0

## СОДЕРЖАНИЕ

<b>Введение</b> .....	3
<b>Лабораторная работа №1</b>	
Определение параметра элементарной ячейки кристалла кубической сингонии .....	5
<b>Лабораторная работа №2</b>	
Качественный фазовый анализ вещества кубической сингонии .....	15
<b>Лабораторная работа №3</b>	
Визуализация и уточнение кристаллических структур кубической сингонии .....	22
<b>Приложение 1</b> .....	32
<b>Приложение 2</b> .....	52



Учебное издание

МАКАРОВ Андрей Сергеевич, КУЦЕВА Наталья Васильевна,  
КОНЧАКОВ Роман Анатольевич, ХОНИК Виталий Александрович

## ЛАБОРАТОРНЫЕ РАБОТЫ ПО РЕНТГЕНОСТРУКТУРНОМУ АНАЛИЗУ

### Часть 1

*Учебно-методическое пособие по дисциплине  
«Физика конденсированного состояния» для студентов бакалавриата  
физико-математического факультета, обучающихся по направлению  
44.03.05 «Педагогическое образование», профили: «Естествознание / Физика»,  
«Физика / Информатика»*

Редактор *М.В. Бондаренко*  
Изготовление оригинала-макета: *М.В. Бондаренко*

Подписано в печать 31.01.2017. Формат 60 х 84/16. Печать трафаретная.  
Гарнитура «Таймс». Усл.-печ. л. 4,5. Уч.-изд. л. 4,2.  
Тираж 21 экз. Заказ 36.

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение  
высшего образования  
«Воронежский государственный педагогический университет».  
Отпечатано в издательско-полиграфическом центре ВГПУ.  
394043, г. Воронеж, ул. Ленина, 86. Тел. (473) 255-58-32; 255-61-83.