

Глушкова Т.М.

Задача № 164

Дифракция рентгеновских лучей на поликристаллах

Рецензенты: Васильев Е.И., Митин И.В.

Настоящее описание задачи лабораторного практикума по общей физике является переработкой соответствующего описания, подготовленного в 1961 году В.П.Тарасовой как пособие для студентов заочных и вечерних отделений государственных университетов.

## Задача 164

### ДИФРАКЦИЯ РЕНТГЕНОВСКИХ ЛУЧЕЙ НА ПОЛИКРИСТАЛЛАХ

#### Введение

Целью данной лабораторной работы является знакомство с явлением дифракции рентгеновских лучей на трехмерной пространственной решетке с использованием в качестве такой решетки поликристалла кубической структуры.

#### 1. Рентгеновское излучение

**Рентгеновские лучи** — это такие же электромагнитные волны, как и видимый свет, но со значительно более короткими длинами волн. Они занимают спектральную область между ультрафиолетовым и  $\gamma$ -излучением. При рентгенографических методах исследования строения твердых тел применяются рентгеновские лучи с длинами волн от  $0.2 \text{ \AA}$  до  $\sim 2.5 \text{ \AA}$ , т.е. примерно в  $10^4$  раз более короткими, чем длины волн видимого света. Энергия же рентгеновских квантов  $E = h\nu$  ( $\nu = c/\lambda$  — частота,  $\lambda$  — длина волны,  $c$  — скорость электромагнитных волн) во столько же раз выше. В силу этого рентгеновские лучи обладают уникальным свойством: они проходят через вещества, непрозрачные для видимого света. По характеру проникающей способности рентгеновские лучи делятся на мягкие (большие  $\lambda$  — малая проникающая способность) и жесткие (малые  $\lambda$  — большая проникающая способность).

Спектр рентгеновского излучения так же, как и видимого света, может быть сплошным или линейчатым. По аналогии рентгеновское излучение со сплошным спектром называют белым, а с линейчатым — характеристическим.

Для получения рентгеновского излучения используют установку, основной частью которой является **рентгеновская трубка**. Рентгеновская трубка представляет собой вакуумированный сосуд с 2-мя электродами: катодом (накаливаемая вольфрамовая нить, обеспечивающая термоэмиссию электронов) и анодом. Между электродами создается большое электрическое поле, под действием которого электроны ускоряются, с большой скоростью подлетают к аноду и резко тормозятся при столкновении с ним. При торможении электрона его кинетическая энергия превращается в энергию излучения и тепловую энергию. Этот процесс можно описать следующим равенством:

$$eV = \frac{mu^2}{2} = h\nu + \varepsilon, \quad (1)$$

где  $V$  — разность потенциалов между анодом и катодом;  $u$  — скорость,  $mu^2/2$  — кинетическая энергия электрона перед соударением;  $h\nu$  — энергия рентгеновского кванта;  $\varepsilon$  — потери энергии при неупругом соударении.

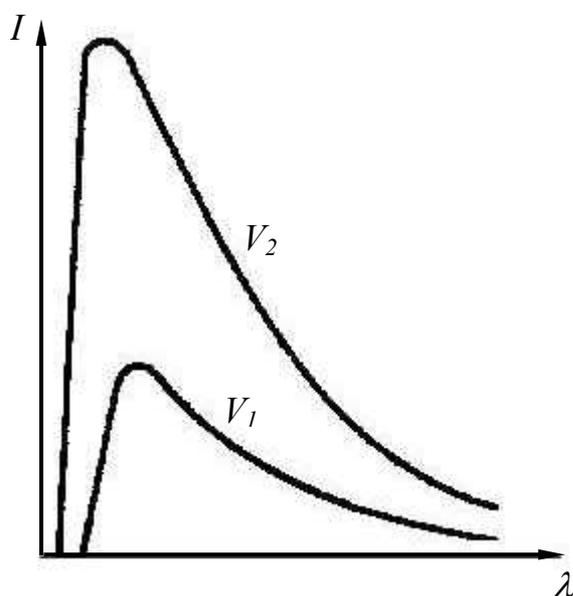
Соотношение между величинами энергий  $h\nu$  и  $\varepsilon$  зависит от условий торможения каждого конкретного электрона: при торможении одного получается квант большей величины, при торможении другого — меньшей. Т.к. электронов в пучке — великое множество, то и в излучении присутствуют кванты

самых разных величин  $h\nu$ , т.е. возникает **непрерывный (сплошной) спектр** рентгеновского излучения, называемого в этом случае **тормозным**. Схематически сплошной спектр рентгеновского излучения изображен на рис. 1. Как можно видеть, распределение интенсивности излучения по длинам волн подобно некому статистическому распределению.

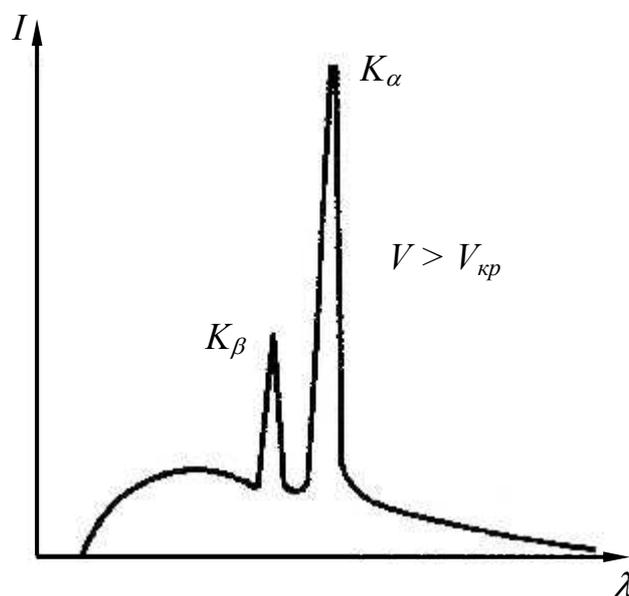
Если энергия электрона переходит в энергию кванта полностью (без тепловых потерь), т.е. когда  $\varepsilon = 0$ , возникает рентгеновское излучение максимальной частоты (или – минимальной длины волны)

$$h\nu_{max} = \frac{hc}{\lambda_{min}} = eV. \quad (2)$$

Т.о., минимальная длина волны  $\lambda_{min}$  рентгеновского излучения в сплошном спектре определяется величиной приложенного к электродам трубки напряжения  $V$ . Граница сплошного спектра со стороны длинных волн зависит от



**Рис. 1.** Сплошной спектр рентгеновского излучения; напряжения на трубке  $V_2 > V_1$



**Рис. 2.** Характеристический спектр рентгеновского излучения на фоне сплошного

величины поглощения излучения веществом окошек, через которые рентгеновские лучи выходят из трубки.

Следует отметить, что кпд рентгеновской трубки очень невысок. В энергию рентгеновского излучения переходит менее 1% затраченной энергии. Энергия электронов переходит, главным образом, в тепловую энергию. Поэтому анод рентгеновской трубки необходимо хорошо и бесперебойно охлаждать.

Кроме описанного выше процесса торможения электронов, возможен и другой механизм взаимодействия катодных лучей с веществом анода рентгеновской трубки. Атомы анода, поглощая энергию, могут возбуждаться, электроны с внутренних оболочек – вырваться за пределы атома или переходить на внешние незаполненные орбиты. Но состояние возбуждения неустойчиво, и атом будет стремиться вернуться в исходное положение. При переходе

атома в нормальное, невозбужденное состояние испускается **характеристическое излучение**, длина волны которого определяется условием Бора

$$E_N - E_K = h\nu = \frac{hc}{\lambda}, \quad (3)$$

где  $E_N$  и  $E_K$  – энергия электрона на оболочках  $N$  и  $K$ , соответственно. Излучение рентгеновского диапазона соответствует переходам электронов на внутренние, более близкие к ядру оболочки:  $K$  (излучение  $K$ -серии),  $L$  (излучение  $L$ -серии). Характеристический рентгеновский спектр, как и линейчатый спектр видимого диапазона, состоит, как правило, из нескольких узких линий. Длины волн характеристических рентгеновских линий зависят от вещества, из которого сделан анод рентгеновской трубки. Наиболее часто в этом качестве используются железо, медь, молибден. Характеристический спектр элемента возникает только в том случае, когда напряжение  $V$ , приложенное к рентгеновской трубке, превышает некоторую критическую величину  $V_{кр}$ , при которой скорость, а следовательно, и энергия тормозящегося электрона, достаточны для того, чтобы возбудить атомы вещества анода.

Так как и при напряжениях выше критического нельзя избежать процесса торможения пучка электронов при его столкновении с анодом, получить чисто характеристическое излучение непосредственно из рентгеновской трубки невозможно. В этом случае излучение рентгеновской трубки смешанное (рис. 2). Для выделения монохроматического излучения используются селективно поглощающие фильтры, ослабляющие (но не поглощающие полностью) фон тормозного излучения, равно как и интенсивность неиспользуемых характеристических линий. Сплошной же рентгеновский спектр в чистом виде можно получить при работе рентгеновской трубки на напряжениях ниже критического.

## 2. Кристаллы

**Кристалл** – это анизотропное однородное твердое тело, характеризующееся строго определенным трехмерно-периодическим порядком в расположении образующих его частиц (атомов, ионов, молекул). Совокупность таких периодически расположенных частиц (в дальнейшем – атомов) образует периодическую структуру, называемую **кристаллической решеткой**. Точки, в которых расположены сами атомы (отвлекаемся от тепловых колебаний частиц) называются **узлами** кристаллической решетки.

Правильная периодичность строения кристалла позволяет не рассматривать решетку в целом, а характеризовать ее при помощи некоторого элементарного объема – **элементарной ячейки**, отражающей черты всей совокупности таких ячеек, т.е. всей решетки. Элементарной ячейкой кристалла называют параллелепипед, построенный на трех осях координат, начало которых берется в каком-либо узле решетки, а направления совпадают с направлениями выбранных рядов атомов. За длины ребер ( $a$ ,  $b$ ,  $c$ ) элементарной ячейки берутся **периоды повторяемости** (основные **трансляции**), т.е. расстояния между 2-мя структурно эквивалентными атомами. Общепринято в качестве

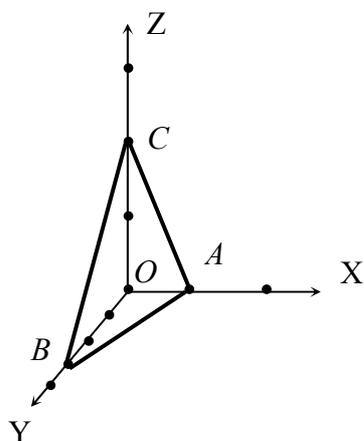
элементарной ячейки выбирать ячейку с наименьшими величинами  $a$ ,  $b$ ,  $c$  и с углами между ребрами, наиболее близкими к  $90^\circ$ . В соответствии с формой элементарной ячейки различают семь типов кристаллических систем. Мы будем знакомиться с самой простой – **кубической структурой**; элементарная ячейка в ней имеет форму куба ( $a = b = c$ ).

Очень важным свойством кристаллов является их **симметрия**. Она проявляется как во внутреннем строении, так и во внешней форме. Под симметрией понимается способность кристалла совмещаться с самим собой в результате каких-либо геометрических операций. Следует различать элементы симметрии (геометрические образы: точки, линии, плоскости) и соответствующие им операции симметрии (или симметрические преобразования) – (см. табл. 1).

Таблица 1.

Элементы симметрии	Операции симметрии
Плоскость симметрии	Отражение в плоскости (по законам плоского зеркала)
Ось симметрии $n$ -го порядка ( $n = 2\pi/\alpha$ )	Поворот (на угол $\alpha$ )
Центр симметрии	Инверсия (отражение в точке)

Перечисленные элементы и операции симметрии ввиду бесконечной протяженности кристаллической решетки являются трансляционными, т.е. могут быть перенесены на величину периода повторяемости (трансляции) и соответствуют целым семействам параллельных плоскостей, определенных направлений в кристалле и т.д., а не просто конкретной плоскости, линии или точке (как в случае симметричной геометрической фигуры).



**Рис. 3.** К понятию кристаллографической плоскости

Существенным для описания строения кристаллов является понятие **кристаллографической плоскости**, т.е. плоскости (геометрический образ), проходящей через узлы пространственной решетки. Положение плоскости может быть задано тремя отрезками  $OA$ ,  $OB$  и  $OC$ , отсекаемыми этой плоскостью на осях координат, построенных на векторах  $a$ ,  $b$ ,  $c$  вдоль ребер элементарной ячейки (см. рис. 3). Эти отрезки принято измерять в периодах повторяемости по соответствующим осям:  $\frac{OA}{a}$ ,  $\frac{OB}{b}$ ,  $\frac{OC}{c}$ .

Для определения плоскости в кристаллографии принято брать величины, обратные этим отрезкам; при этом дробные величины приводятся к общему знаменателю, а плоскость характеризуется тремя

числителями. Они называются **миллеровскими индексами**, обозначаются буквами  $h, k, l$  и записываются в круглых скобках, без запятых, например, “плоскость  $(hkl)$ ”. Миллеровские индексы, как правило, – небольшие целые числа.

Рассмотрим пример. Плоскость, представленная на рис. 3, отсекает по осям отрезки:  $\frac{OA}{a} = 1, \frac{OB}{b} = 3, \frac{OC}{c} = 2$ . Обратные им значения:  $1, \frac{1}{3}, \frac{1}{2}$ , или, приведенные к общему знаменателю:  $\frac{6}{6}, \frac{2}{6}, \frac{3}{6}$ . Отбрасываем знаменатель и получаем миллеровские индексы рассматриваемой плоскости в виде  $(623)$ .

Если плоскость параллельна какой-либо оси (т.е. “пересекает” ее в бесконечности), то соответствующий миллеровский индекс равен нулю. Если плоскость пересекает какую-либо ось в точке, имеющей отрицательную координату, соответствующий индекс также имеет отрицательное значение (знак “минус” располагают над цифрой).

В структуре кристалла существует множество кристаллографически эквивалентных плоскостей, например, симметричные грани простой формы кристалла (в качестве примера таких простых форм можно назвать пирамиду, призму, тетраэдр, куб и др.). Совокупность таких плоскостей обозначается индексами типичной плоскости, заключенными в фигурные скобки. Так, например, все семейство плоскостей, образующих огранку куба:  $(100), (010), (001), (\bar{1}00), (0\bar{1}0), (00\bar{1})$ , обозначается  $\{100\}$ .

Любая система параллельных плоскостей с миллеровскими индексами  $h, k, l$  характеризуется **межплоскостным расстоянием  $d$** . Для каждой кристаллографической системы существует соотношение между величиной  $d$  и параметрами элементарной ячейки  $a, b, c$ . В случае кубической решетки (предмета наших исследований) это соотношение имеет вид

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} = \frac{\sum h_i^2}{a^2}. \quad (4)$$

### 3. Дифракция рентгеновских лучей

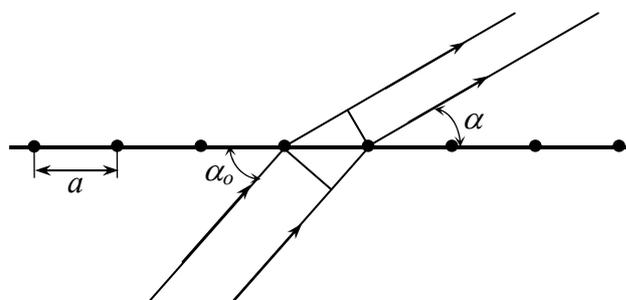
Самым общим случаем дифракции электромагнитных волн является дифракция в среде с трехмерным распределением неоднородностей. Когда система неоднородностей имеет правильный периодический характер, среда представляет собой пространственную решетку, и дифракционная картина сравнительно легко может быть рассчитана. На практике такую ситуацию мы имеем в случае дифракции рентгеновских лучей в кристаллах.

Рентгеновские лучи, падающие на кристалл, рассеиваются электронами атома. Каждый электрон атома становится источником сферической электромагнитной волны. Частота этих волн равна частоте первичного рентгеновского излучения, их вызвавшего (т.к. колебания электронов являются вынужденными колебаниями). Таким образом, после встречи, скажем, плоской рентгеновской волны с атомами кристалла в пространство посылаются вто-

ричные волны уже во всех направлениях, атомы «рассеивают» упавшее на них рентгеновское излучение. Волны, рассеянные различными атомами, интерферируют между собой, в результате чего в одних направлениях они гасят друг друга, а в других усиливают. Для данной задачи нет надобности в полном анализе явления рассеяния рентгеновских лучей решеткой кристалла, нас интересуют лишь условия, при которых получаются дифракционные максимумы.

### 3а. Метод Лауэ

Атомы (или ионы) в кристалле образуют трехмерную решетку, причем периоды ее сравнимы с длинами волн рентгеновских лучей. Рассмотрим для простоты дифракционный эффект сначала на атомном ряде (рис. 4). Будем считать, что атомы не совершают тепловых колебаний, а все электроны атома сосредоточены в одной точке. Пусть монохроматический пучок (плоская волна) рентгеновских лучей с длиной волны  $\lambda$  падает под углом  $\alpha_0$  (угол скольжения) на ряд атомов, расположенных на прямой линии через одинаковые промежутки  $a$ . Под воздействием падающего рентгеновского излучения каждый атом ряда становится источником сферических волн.



**Рис. 4.** К выводу уравнения Лауэ для одномерной дифракционной структуры

Разность хода лучей, рассеянных двумя соседними атомами в произвольном направлении (зададим это направление углом скольжения  $\alpha$ ) будет определяться как  $a \cdot \cos \alpha - a \cdot \cos \alpha_0 = a(\cos \alpha - \cos \alpha_0)$ . Интерферирующие волны, складываясь, будут усиливать друг друга в случае, если разность хода будет равна целому числу длин волн. Следовательно, условие возникновения максимума интерференции выполняется для углов рассеяния  $\alpha$ , подчиняющихся соотношению

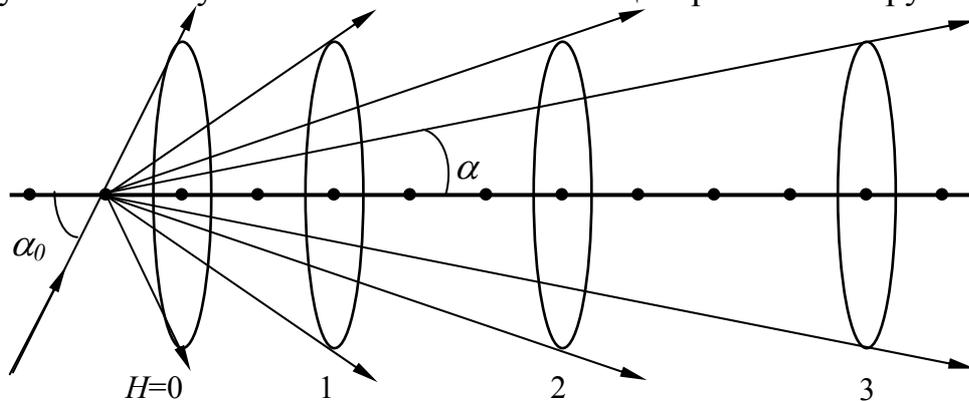
Разность хода лучей, рассеянных двумя соседними атомами в произвольном направлении (зададим это направление углом скольжения  $\alpha$ ) будет определяться как  $a \cdot \cos \alpha - a \cdot \cos \alpha_0 = a(\cos \alpha - \cos \alpha_0)$ . Интерферирующие волны, складываясь, будут усиливать друг друга в случае, если разность хода будет равна целому числу длин волн. Следовательно, условие возникновения максимума интерференции выполняется для углов рассеяния  $\alpha$ , подчиняющихся соотношению

$$a(\cos \alpha - \cos \alpha_0) = H\lambda, \quad (5)$$

где  $H$  – целое число. Равенство (5) представляет собой уравнение образующей круглого конуса, осью которого является ряд атомов с расстоянием  $a$ , а угол полураствора конуса равен  $\alpha$ . Для каждого значения  $H = 0, \pm 1, \pm 2, \pm 3$  и т.д. имеется свой конус, по направлениям образующей которого будут получаться максимумы интерференции. Таким образом, каждому углу падения первичного пучка рентгеновских лучей (в рассматриваемом случае – углу  $\alpha_0$ ) соответствует целый ряд коаксиальных дифракционных конусов с различными углами полураствора  $\alpha_i$ , окружающих атомный ряд, причем каждый конус соответствует своему определенному значению  $H_i = 0, \pm 1, \pm 2, \dots$  (см. рис. 5).

Если бы в действительности можно было осуществить такой атомный ряд и зарегистрировать дифракционную картину на фотопластинке, то мы увидели бы на ней семейство линий второго порядка – следов пересечения ди-

фракционных конусов с плоскостью пластинки. При параллельности пластинки атомному ряду следами пересечения с ней дифракционных конусов были бы гиперболы. При расположении пластинки перпендикулярно атомному ряду на ней получилось бы семейство концентрических окружностей.



**Рис. 5.** Схематическое изображение хода лучей при дифракции на атомном ряде

Переходя последовательно от атомного ряда (период  $a$ , угол падения  $\alpha_0$ ) к плоской атомной сетке (периоды  $a$  и  $b$ , углы  $\alpha_0$  и  $\beta_0$ ), а затем к трехмерной атомной решетке ( $a, b, c$ ;  $\alpha_0, \beta_0, \gamma_0$ ), немецкий физик **Лауэ** сформулировал условия возникновения дифракционных максимумов при прохождении рентгеновских лучей через кристаллы:

$$\begin{aligned} a (\cos \alpha - \cos \alpha_0) &= H\lambda, \\ b (\cos \beta - \cos \beta_0) &= K\lambda, \\ c (\cos \gamma - \cos \gamma_0) &= L\lambda. \end{aligned} \quad (6)$$

Одновременное выполнение равенств (6) означает, что дифракционные максимумы от трехмерной решетки (т.е. кристалла, точнее – монокристалла) будут наблюдаться только в направлениях пересечения по одной линии трех конусов с некопланарными осями  $a, b, c$ . В случае постоянной длины волны  $\lambda$  (монохроматическое излучение) пересечение конусов по одной линии возможно только при специальном подборе углов раствора конусов, т.е. при соответствующем угле падения первичного пучка рентгеновских лучей на кристалл. Этого можно добиться, например, вращая или покачивая монокристалл, т.е. изменяя углы падения. При неподвижном кристалле, постоянном направлении первичного пучка и монохроматическом излучении дифракционная картина может или вовсе не наблюдаться, или состоять из очень малого числа максимумов. Чтобы получить полную дифракционную картину при стационарном положении монокристалла пользуются рентгеновским излучением сплошного спектра. В этом случае всегда найдутся такие длины волн, которые обеспечат возможность пересечения по одной линии трех конусов разных систем.

К трем уравнениям Лауэ (6) необходимо добавить четвертое, связывающее углы дифракции, т.к. направления осей атомных рядов в кристалле не являются независимыми. Для ортогональной кристаллической решетки (в том числе – кубической) это четвертое условие имеет следующий вид:

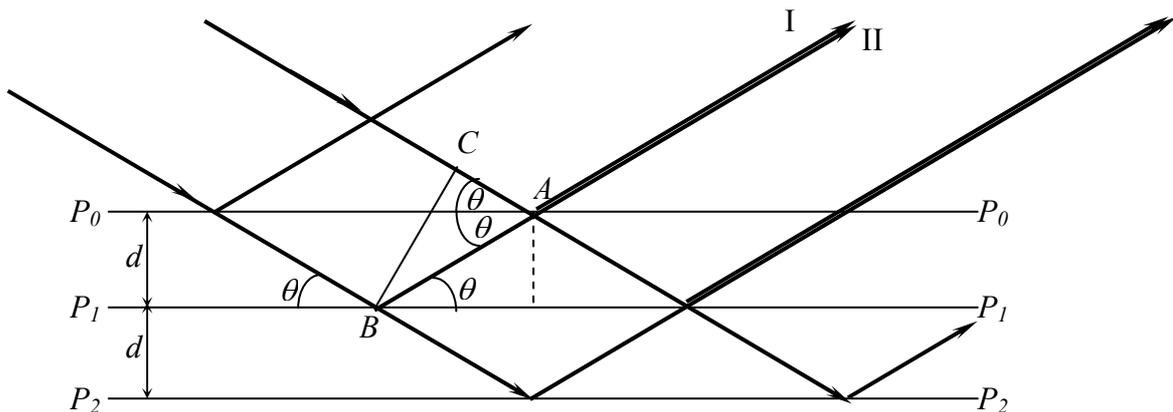
$$\cos^2 \alpha + \cos^2 \beta + \cos^2 \gamma = 1. \quad (7)$$

Математические законы утверждают, что система 4-х уравнений имеет определенное (единственное) решение при наличии 4-х переменных; т.е. и с этой, математической, точки зрения, для получения реальной дифракционной картины к трем переменным – углам  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$ , следует добавить четвертую, в данном случае –  $\lambda$ , что на практике означает использование «белого» рентгеновского излучения.

### 3б. Подход Вульфа–Брэггов

Для описания явления дифракции рентгеновских лучей в кристаллах русским ученым **Ю.В. Вульфom** и английскими физиками **Брэггами** осуществлен иной подход. Они показали, что дифрагированный рентгеновский пучок можно рассматривать как результат отражения падающего пучка от некоторой системы параллельных кристаллографических плоскостей. Отраженные по законам зеркального отражения лучи будут интерферировать между собой и в зависимости от разности хода гасить или усиливать друг друга.

Рассмотрим рис. 6. На систему параллельных плоскостей  $P_0P_0$ ,  $P_1P_1$  и т.д.



**Рис. 6.** Избирательное отражение рентгеновских лучей от системы кристаллографических плоскостей

с межплоскостным расстоянием  $d$  под углом  $\theta$  (угол скольжения) падает пучок рентгеновских лучей. Из рисунка видно, что разность хода отраженных лучей (например, лучей I и II)  $\Delta l = AB - AC$ ; при этом  $AB = \frac{d}{\sin \theta}$ ;

$$AC = AB \cdot \cos 2\theta = \frac{d}{\sin \theta} \cdot \cos 2\theta; \text{ тогда } \Delta l = AB - AC = \frac{d}{\sin \theta} \cdot (1 - \cos 2\theta) = 2d \cdot \sin \theta.$$

Отраженные лучи усилят друг друга, если их разность хода будет кратна длине волны, т.е.

$$2d \cdot \sin \theta = n\lambda, \quad (8)$$

$n$  – целое число, называемое порядком отражения.

Объяснение явления дифракции рентгеновских лучей, предложенное Вульфom и Брэггами, называют **избирательным (селективным) отражени-**

**ем.** Рентгеновский луч встречает на своем пути в кристалле множество семейств различных плоскостей (разные  $d_i$  и  $\theta_i$ ) и от каждой (по законам физики) претерпевает отражение. Но из всей совокупности отраженных лучей лишь те, которые приобретают разность хода, кратную длине волны рентгеновского излучения, т.е. соответствующую условию Вульфа-Брэггов (8), усиливают друг друга. При всех других случаях отражения лучи ослабляют или вовсе гасят друг друга, т.е. этих отражений как будто бы и не возникает. Это можно рассматривать так, как будто рентгеновский луч сам “избрал” подходящие плоскости для отражения.

Как указывалось выше в разделе **Кристаллы**, система кристаллографических плоскостей задается миллеровскими индексами  $h, k, l$ , с которыми связано и межплоскостное расстояние  $d$  [см. формулу (4)]. Ниже будет показано, что целочисленные коэффициенты  $H, K, L$  уравнений Лауэ (индексы интерференции) совпадают с индексами  $h, k, l$  отражающей плоскости с точностью до общего множителя  $n$  – порядка отражения. Этот факт можно рассматривать как обоснование геометрической эквивалентности уравнений Лауэ (6) и Вульфа-Брэггов (8).

**Итак**, из сказанного выше ясно, что если пучок рентгеновских лучей направить на кристалл, то в пространстве вокруг кристалла можно обнаружить закономерную интерференционную картину, которую сравнительно легко зарегистрировать, например, на рентгеновской пленке, помещенной на небольшом (порядка нескольких сантиметров) расстоянии от кристалла. По полученной на рентгенограмме дифракционной картине можно определять как строение кристаллической решетки, так и, зная закономерности расположения атомов в кристалле, решать чисто оптические задачи, например, определять длины волн рентгеновского излучения.

### Экспериментальная часть

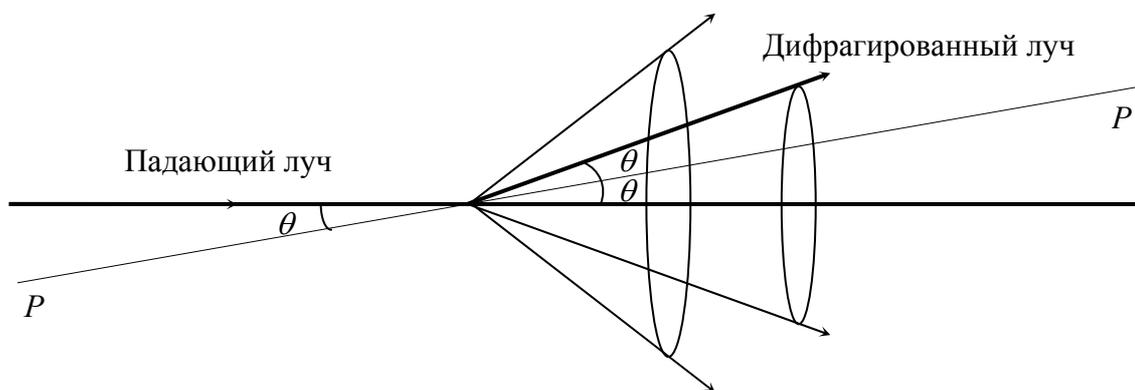
*В данной работе объектом исследования является поликристалл кубической системы. По полученной рентгенограмме должен быть рассчитан размер элементарной ячейки; определены индексы плоскостей, давших отражения; установлен тип кубической структуры; вычислено число атомов, приходящихся на элементарную ячейку.*

**Поликристаллы** представляют собой конгломерат большого числа отдельных, беспорядочно ориентированных, мелких кристалликов. От такого поликристаллического образца, также как и от монокристалла, можно получить отчетливую дифракционную картину, анализ которой позволяет решить ряд вопросов, касающихся строения кристаллической решетки исследуемого образца.

Класс кристаллов с кубической решеткой состоит из трех типов структур: простая кубическая (атомы расположены в вершинах куба); кубическая объемноцентрированная – добавочный атом в центре куба; кубическая гранецентрированная – добавляются атомы в центр каждой грани куба.

Для описания дифракционной картины от поликристалла используется подход Вульфа-Брэггов с условием максимумов интерференции, определяемых формулой (8). При использовании рентгеновского излучения с определенной длиной волны  $\lambda$ , это соотношение будет выполняться для некоторой системы кристаллографических плоскостей  $\{hkl\}_j$  с определенным межплоскостным расстоянием  $d_j$ , если эти плоскости будут находиться в отражающем положении, т.е. составлять с направлением падающего пучка лучей угол  $\theta_j$ , удовлетворяющий уравнению Вульфа-Брэггов, – так называемый **угол отражения**.

Для монокристалла в этом случае дифракционного эффекта, связанного с наличием плоскостей в положении отражения, может не возникнуть. (Эта ситуация уже отмечалась выше при обсуждении возможности получения дифракционной картины от неподвижного монокристалла при использовании монохроматического рентгеновского излучения и подхода Лауэ.) В случае же поликристалла, падающий рентгеновский луч встречает множество произ-



**Рис. 7.** Схематическое изображение дифракционных конусов при дифракции рентгеновских лучей на поликристалле ( $PP$  – отражающая плоскость  $\{hkl\}$ )

вольно ориентированных кристаллографических плоскостей  $\{hkl\}_j$ ; при этом углы  $\theta_j$ , определяющие положение этих плоскостей по отношению к направлению первичного рентгеновского луча, пробегают сплошь весь диапазон значений от  $0^\circ$  до  $90^\circ$ . И всегда найдутся такие, которые соответствуют брэгговскому углу  $\theta$ . Дифракционные лучи, полученные отражением от кристаллографически идентичных плоскостей  $\{hkl\}$  различных кристалликов, будут располагаться по поверхности конуса, угол при вершине которого будет равен  $4\theta$ , а осью будет направление падающего пучка лучей (см. рис. 7).

Некоторые другие семейства плоскостей в поликристалле со своими наборами миллеровских индексов  $\{hkl\}_j$  и межплоскостным расстоянием  $d_j$  могут также оказаться в положении отражения, т.е. в согласии с уравнением (8), но при других углах  $\theta_j$ . Отраженные от них рентгеновские волны также усилят друг друга, и возникнет серия конусов дифрагированных лучей (рис. 7). Если пленку расположить перпендикулярно первичному лучу, на ней будет зафиксировано семейство концентрических колец. Съемка рентгенограммы поликристаллов на плоскую пленку применяется только при некоторых специальных исследованиях. Как правило, рентгенограммы поликристаллов снимают-

ся на пленку, расположенную по поверхности цилиндра, ось которого перпендикулярна падающему на образец пучку рентгеновских лучей.

Подчеркнем, что дифракционная картина от **поликристалла** получается при использовании **монохроматического рентгеновского излучения**. Вспомним, что уравнение Вульфа-Брэггов (8), будучи идентично трем уравнениям Лауэ (6) с добавочным условием (7), содержит в себе три переменные – углы  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$ , а в качестве четвертой переменной, вместо длины волны  $\lambda$ , как в случае монокристалла, в поликристалле выступает угол скольжения  $\theta$ . При использовании сплошного спектра рентгеновских лучей для любой длины волны найдется своя серия плоскостей  $\{hkl\}$  в положении отражения; дифракционные картины наложатся друг на друга, и на рентгенограмме возникнет сплошное темное поле.

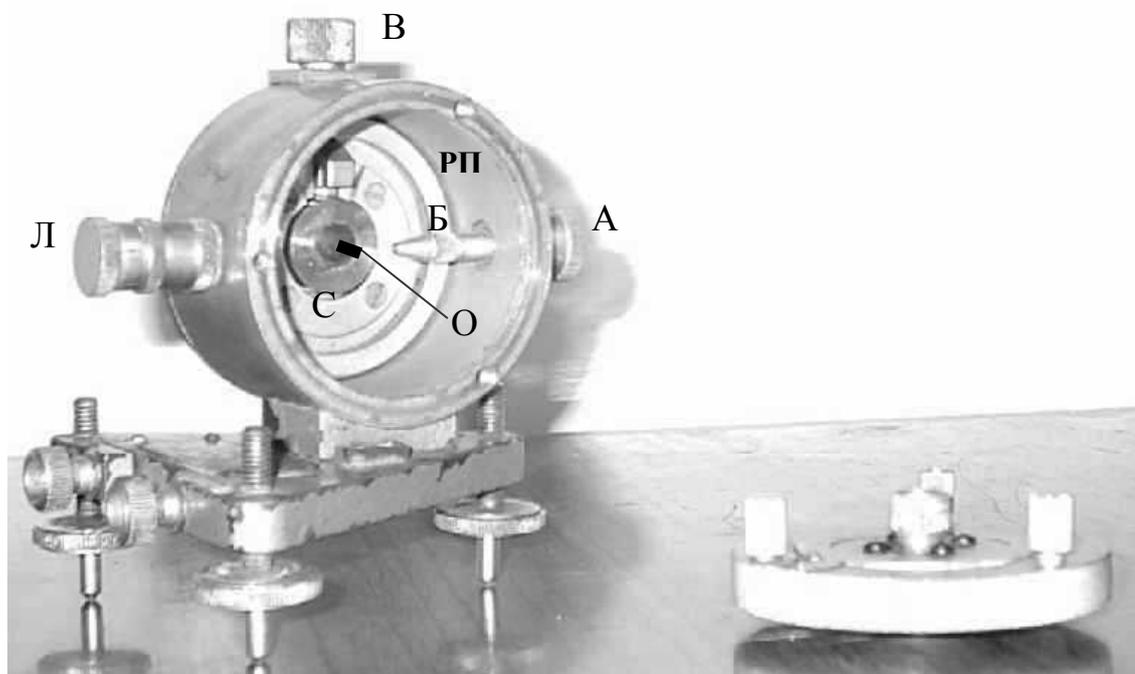
### 1. Особенности эксперимента

Работа выполняется на рентгеновском аппарате УРС-70. Основными его частями являются: рентгеновская трубка, описанная выше; кенотрон, назначение которого – пропускать на трубку ток только одного направления; высоковольтный трансформатор; трансформаторы накала трубки и кенотрона. Регулировочные устройства для управления работой установки и измерительные приборы смонтированы в пульте управления. Включение рентгеновского аппарата производится дежурным лаборантом. Как мы только что обсудили, при работе с **поликристаллами** установка работает в режиме получения **монохроматического** рентгеновского излучения. Анод рентгеновской трубки – медный; используется  $\alpha$ -линия  $K$ -серии атома  $Cu$ , имеющая длину волны  $\lambda = 1,542 \text{ \AA}$ ; интенсивность сопутствующей  $\beta$ -линии ослаблена фильтрами.

Для получения рентгенограмм поликристаллов существует много различных типов камер. В данной задаче применяется камера РКД, приспособленная для съемки на цилиндрическую пленку. Фотография камеры приведена на рис. 8, рентгенограмма в этом случае называется **дебаеграммой**.

Камера устанавливается на трех винтах, положение которых фиксируется зажимными винтами. Корпус камеры имеет две крышки. Одна крышка – съемная, другая привинчена к корпусу наглухо и несет в себе механизм крепления, центрировки и вращения образца. С одной стороны корпус камеры имеет входное цилиндрическое отверстие для коллиматора  $AB$  – устройства, формирующего узкий пучок рентгеновских лучей; с противоположной стороны – отверстие, в которое вставляется ловушка  $L$  для перехватывания первичного рентгеновского пучка, прошедшего через образец. Образец  $O$ , обычно цилиндрической формы (металлическая проволока), прикрепляется воском, пластилином и т.п. к съемному столику  $C$  по возможности вертикально. Специальным винтом  $B$  можно перемещать столик с образцом по магнитной подставке. Образец центрируют, наблюдая его вращение через лупу, надетую на коллиматор. Вращение осуществляется барабаном, ось которого совпадает с осью камеры и магнита. Барабан расположен с внешней стороны несни-

маемой крышки и на рис.8 не виден. Образец отцентрирован, т.е. расположен в центре камеры строго перпендикулярно поверхности столика, когда при вращении барабана он кажется неподвижным или смещается не более чем на



**Рис. 8.** Камера РКД для снятия дебаегграмм

$\frac{1}{4}$  диаметра. После этого в камеру вставляется рентгеновская пленка *РП*, она плотно прижимается к внутренней, тщательно обработанной, цилиндрической поверхности корпуса. Эта операция осуществляется в фотокабине при красном свете. Корпус камеры при закрытых крышках и вставленных коллиматоре и ловушке светонепроницаем.

Далее камера ставится к рентгеновской трубке. Под руководством дежурного лаборанта производится проверка положения образца в камере, осуществляемая при включенном рентгеновском аппарате. Если кристалл во время зарядки камеры пленкой не был сбит, экспозиция продолжается в течение примерно получаса, после чего пленка вынимается из камеры, проявляется и сушится.

## 2. Работа с рентгенограммой

На рентгенограмме поликристалла, полученной на пленке *РП*, изогнутой по цилиндрической поверхности, ось которой совпадает с осью образца (см. схематическое изображение камеры РКД на рис. 9а), могут быть зарегистрированы дифракционные максимумы в широком интервале углов  $\theta$  – практически от  $0^\circ$  до  $90^\circ$ . Следы пересечения дифракционных конусов с цилиндрической поверхностью пленки будут представлять собой попарно симметричные дуги, расстояния между которыми  $2S$  пропорциональны соответствующим углам отражений (рис. 9б).

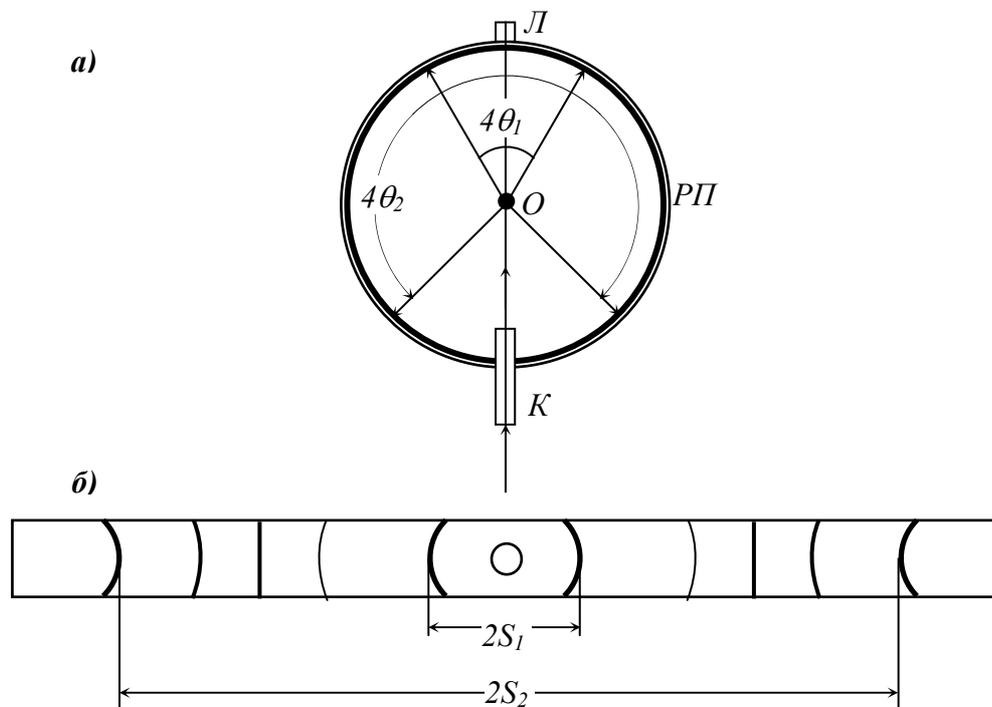
Дуга окружности  $2S$  связана с измеренным в радианах углом при вершине дифракционного конуса  $4\theta$  следующим соотношением:

$$2S = R \cdot 4\theta,$$

где  $R$  – радиус цилиндра, по которому изогнута пленка. Отсюда угол отражения  $\theta$ , выраженный в радианах или градусах, определяется формулами:

$$\theta_{рад} = S/2R, \quad \theta_{град} = 57.3 \cdot S/2R.$$

В камере РКД диаметр цилиндрической поверхности, по которой ложится



**Рис. 9.** а) Схематическое изображение камеры РКД; б) вид дебаеграммы

рентгеновская пленка,  $D = 2R = 57.3$  мм; т.е.

$$\theta_{град} = S_{мм}. \quad (9)$$

Т.о., измеряя расстояния между симметричными дугами дебаеграммы в мм, можно сразу же получить значения углов отражения  $\theta$ , входящих в условие дифракции Вульфа-Брэггов (8).

## 2а. Промер дебаеграммы

Внимательно (вместе с преподавателем) рассмотреть высохшую рентгенограмму. Отметить линии, подлежащие дальнейшему анализу, поровну с обеих сторон от центра пленки, отбраковав лишние  $\beta$ -линии. Прочертить так называемый “экватор” дебаеграммы, т.е. линию, проходящую через вершины всех дуг по центральной части пленки.

Для промера положения рентгеновских линий используется компаратор СТЛ (описание его выдается в лаборатории). Уложив пленку на столик компаратора так, чтобы линия “экватора” совпадала с горизонтальной линией столика, произвести измерения координат вершин дуг рентгенограммы (с точностью до 0,1 мм) от одного конца пленки до другого и записать их в заранее заготовленную таблицу 2 в два столбца: в первый – сверху вниз до середины пленки, далее во второй – снизу вверх, так чтобы координаты симметричных линий оказались рядом.

Таблица 2

$N$ слева к центру	$X_i$	$N$ от центра вправо	$X_i$	$2S$ , мм	$\theta$ , град.	$\sin \theta$	$\sin^2 \theta$	$\sum h_i^2$	$hkl$	$a$ , Å
1		14								
2		13								
.		.								
.		.								
7		8								

## 2б. Расчеты

Из измеренных координат линий для каждой пары симметричных дуг дебаеграммы определить величины  $2S$ ,  $\theta$ ,  $\sin \theta$ ,  $\sin^2 \theta$  и занести их в таблицу 2.

Вспоминая, что межплоскостное расстояние  $d$ , индексы плоскости ( $hkl$ ) и период решетки  $a$  для кристаллов кубической системы связаны формулой (4), и объединяя ее с условием дифракции Вульфа–Брэггов (8), можно получить выражение, связывающее угол  $\theta$ , индексы отражающей плоскости ( $hkl$ ), длину волны  $\lambda$  и период решетки  $a$ :

$$\sin^2 \theta = \frac{\lambda^2}{4a^2} \cdot (h^2 + k^2 + l^2) = \frac{\lambda^2}{4a^2} \sum h_i^2, \quad (10)$$

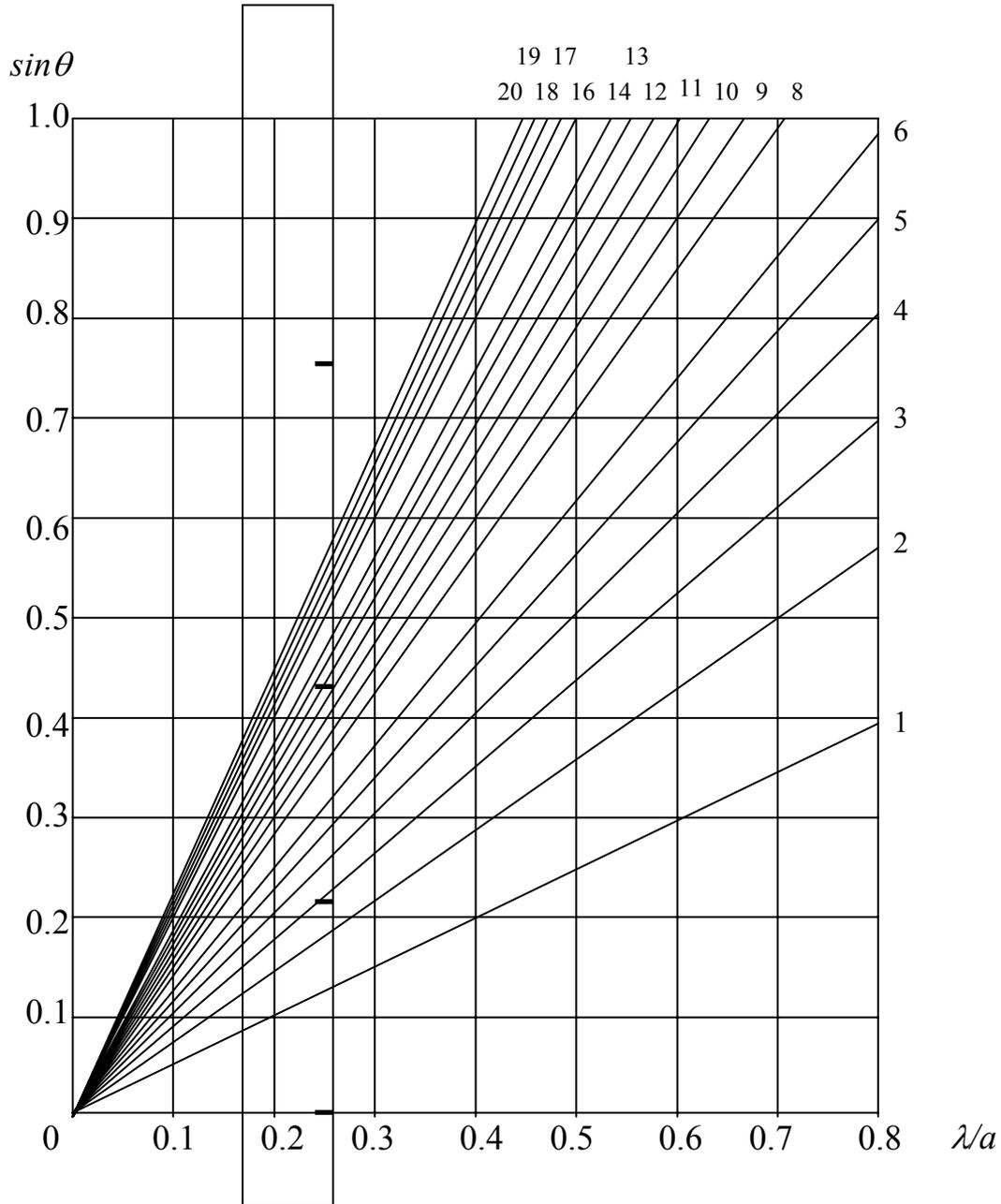
$$\text{или } \sin \theta = \frac{\lambda}{2a} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} = \frac{\lambda}{2a} \sqrt{\sum h_i^2}.$$

Из этих формул видно, что  $\sin^2 \theta$  и миллеровские индексы отражающей плоскости  $\sum h_i^2$  связаны общим множителем  $\lambda^2/4a^2$ . Подбором этого общего для всех пар дебаевских линий, т.е. для всего ряда значений  $\sin^2 \theta_j$ , множителя можно найти и последовательность величин  $(\sum h_i^2)_j$ .

Кроме аналитического на практике часто применяется графический метод. Если взять прямоугольную систему координат и по оси абсцисс откладывать отношение  $\lambda/a$ , а по оси ординат  $\sin \theta$ , то зависимость  $\sin \theta = f(\lambda/a)$  для любой плоскости, т.е. для любой тройки индексов ( $hkl$ ) может быть представлена в виде прямой линии, исходящей из начала координат. Наклон прямой будет определяться суммой квадратов миллеровских индексов плоскости. На рис. 10 изображено семейство таких прямых. Цифры, проставленные около каждой прямой графика, соответствуют значению  $\sum h_i^2$ . Для определения миллеровских индексов отражающих плоскостей наносят на полоску бумаги экспериментально найденные значения  $\sin \theta_j$ , взятые в масштабе графика. Наложив такую линейку на график, как показано на рис. 10, и передвигая ее таким образом, чтобы нуль линейки совпадал с линией  $\sin \theta = 0$ , находят такое положение, при котором все экспериментальные значения  $\sin \theta_j$  совпадают с некоторыми прямыми графика. Цифры при этих прямых определяют ряд  $(\sum h_i^2)_j$ , а точка пересечения полоски с горизонтальной осью – приблизительное значение  $\lambda/a$ . Для практической работы график, приведенный на рис. 10, не пригоден. В лаборатории можно получить график большего масштаба. Так

как индексы могут иметь только целочисленные значения, то некоторая неточность совпадения экспериментальных значений с линиями на графике не скажется на правильности определения индексов.

Зная величины сумм квадратов индексов, можно легко найти и сами миллеровские индексы плоскостей, отражением от которых образованы дифрак-



**Рис. 10.** Семейство прямых  $\sin \theta = f(\lambda/a)$  для различных значений  $\sum h_i^2$

ционные максимумы, зафиксированные на дебаеграмме. Занести полученные данные в таблицу 2.

Анализ последовательности  $(\sum h_i^2)_j$ , реализованной в дебаеграмме, дает возможность определить, к какому типу кубической решетки (простая, объемноцентрированная, гранецентрированная) относится исследуемый кристалл, т.к. отражения возможны от вполне конкретных плоскостей в каждой

из кубических решеток. Так, для простой кубической решетки ряд  $(\sum h_i^2)_j$  представлен последовательностью чисел 1, 2, 3, 4, 5, 6, 8, 9 и т.д., для объемноцентрированной – 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16, 18 и т.д., для гранецентрированной – 3, 4, 8, 11, 12, 16, 19, 20 и т.д. Сравнение экспериментально полученного ряда с тремя теоретическими и определяет выбор. Если ни один из этих рядов не соответствует полученному в эксперименте, то это означает, что структура исследуемого образца не является кубической.

В экспериментальном ряду по сравнению с выбранным теоретическим могут отсутствовать какие-либо члены (или иметься лишние). Это означает, что на дебаеграмме не измерены (пропущены) какие-то линии (или промерены ненужные  $\beta$ -линии рентгеновского спектра). Надо еще раз внимательно проанализировать пленку, выяснить, какие линии не промерены, а какие – лишние. Необходимо внести соответствующие поправки. Это важно для последующего расчета параметра решетки.

Далее, по формуле (10) необходимо вычислить параметр элементарной ячейки  $a$  независимо для каждой пары линий, используя для этого рассчитанные значения  $\sin^2 \theta_j$  и найденные по графику величины  $(\sum h_i^2)_j$ .

Вычислив период  $a$  и взяв из таблиц значение плотности  $\rho$  исследуемого вещества, легко определить число атомов  $N$  в элементарной ячейке. Исходя из определения плотности, можно записать

$$\rho = \frac{Nm_{am}}{a^3},$$

здесь  $m_{am}$  – масса атома исследуемого вещества, причем  $m_{am} = A \cdot u$ , где  $A$  – атомная масса (безразмерная величина),  $u$  – атомная единица массы (а.е.м.):  $u = 1.66 \cdot 10^{-27}$  кг;  $a^3$  – объем кубической элементарной ячейки. Отсюда

$$N = \frac{\rho a^3}{Au} \quad (11)$$

Полученное расчетом по этой формуле значение  $N$  следует округлить до целого числа и сравнить с теоретическим значением, соответствующим выбранному типу решетки.

### 3. Итоги работы

Для отчета по задаче необходимо представить дебаеграмму и привести следующие данные:

- 1) таблицу промеренных координат линий, вычисленных значений углов дифракции и т.д.;
- 2) расчетный и теоретический ряды  $\sum h_i^2$  – для подтверждения выбора типа решетки;
- 3) рассчитанное среднее значение параметра элементарной ячейки  $a$ ;
- 4) число атомов  $N$  в элементарной ячейке (полученное в расчете и округленное).

## Контрольные вопросы

1. Какова природа рентгеновского излучения?
2. В чем различие между белым и характеристическим рентгеновским излучением?
3. Какова связь между проникающей способностью рентгеновских лучей, длиной волны и напряжением на рентгеновской трубке?
4. Что такое пространственная решетка, элементарная ячейка, оси элементарной ячейки в кристаллах?
5. Какие элементы симметрии могут существовать в кристаллах?
6. Что такое кристаллографическая плоскость, миллеровские индексы?
7. Какая физическая модель соответствует лауэвскому выводу закона дифракции рентгеновских лучей?
8. Какая физическая модель соответствует брэгговскому выводу того же закона?
9. Что представляет собой поликристалл?
10. Почему для съемки дебаеграммы требуется монохроматическое излучение?
11. Как устроена камера для получения рентгенограммы поликристалла?
12. Как рассчитать дебаеграмму?
13. Какие типы кубических кристаллических решеток существуют?
14. Какая связь между числом атомов в элементарной ячейке, размером ячейки и плотностью вещества?

## Литература

Основная:

1. Ландсберг Г.С. Оптика. М.: Физматлит, 2003. §§ 52–55; §§ 114–121.
2. Сивухин Д.В. Общий курс физики, т.IV. Оптика. М.: Физматлит, МФТИ; 2002. § 61.

Дополнительная:

1. Жданов Г.С. и Уманский Я.С. Рентгенография металлов, ч.1. М.-Л.: Металлургиздат, 1941.
2. Качанов Н.Н. и Миркин Л.И. Рентгеноструктурный анализ (поликристаллы). М.: Машгиз, 1960.
3. Уманский Я.С., Скаков Ю.А., Иванов А.Н. и Расторгуев Л.Н. Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия. М.: Металлургия, 1982. Гл. 5.

## Оглавление

Введение .....	1
1. Рентгеновское излучение .....	1
2. Кристаллы .....	3
3. Дифракция рентгеновских лучей.....	5
3а. Метод Лауэ.....	6
3б. Подход Вульфа-Брэггов .....	8
Экспериментальная часть.....	9
1. Особенности эксперимента.....	11
2. Работа с рентгенограммой.....	12
2а. Промер дебаеграммы .....	13
2б. Расчеты .....	14
3. Итоги работы .....	16
Контрольные вопросы .....	17
Литература .....	17