

1. ВВЕДЕНИЕ К РАБОТАМ С РЕНТГЕНОВСКИМИ ЛУЧАМИ (ВВЕДЕНИЕ В РЕНТГЕН).

1.1. Рентгеновские лучи и конструкция рентгеновских трубок.

Рентгеновские лучи представляют собою электромагнитное излучение, занимающее широкий диапазон длин волн, от нескольких сотых долей ангстрема до сотен ангстрем. Рентгеновские лучи возникают в результате двух различных процессов, происходящих при падении пучка быстрых электронов на поверхность твердого тела и состоят поэтому из двух компонент, имеющих различный спектральный состав.

Одна компонента, называемая тормозным излучением, возникает в результате взаимодействия падающих электронов с ядрами атомов. Когда электрон проходит вблизи ядра, то он испытывает ускорение, направленное к ядру и искривляющее его путь. Согласно законам классической электродинамики электрон, движущийся с ускорением, излучает электромагнитную энергию (в данном случае рентгеновское излучение). Так как на это расходуется часть кинетической энергии электрона, то в процессе излучения электрон тормозится и после прохождения ядра движется с меньшей скоростью.

Спектральный состав излучения, испускаемого при торможении, не может быть объяснен на основе классической электродинамики. Сделать это можно только на основе квантовомеханических представлений, согласно которым в акте торможения испускается один квант излучения. Энергия кванта $\hbar v$ не может превышать энергии тормозящегося электрона, поэтому частота испускаемых квантов имеет верхний предел, определяемый из соотношения:

$$\hbar v_{\max} = eU \quad (1.1)$$

где eU есть начальная энергия электронов, e - заряд электрона, U - разность потенциалов, которой ускорялся пучок электронов.

Вследствие этого в распределении интенсивности излучения по длинам волн имеется нижний предел - λ_0 (так называемая коротковолновая граница тормозного спектра). Очевидно:

$$\lambda_0 = \frac{c}{v_{\max}} = \frac{\hbar c}{eU} \approx \frac{12,4}{U(\text{кВ})} \text{ } \overset{\circ}{A} \quad (1.2)$$

Интенсивность тормозного спектра приближенно описывается формулой:

$$J_\lambda = C \frac{\lambda - \lambda_0}{\lambda^3 \lambda_0} \quad \lambda \geq \lambda_0, \quad J_\lambda = 0 \quad \lambda \leq \lambda_0 \quad (1.3)$$

Рассчитанные по этой формуле кривые распределения интенсивности представлены на рис.1.1. Как видно из рисунка, интенсивность тормозного спектра вначале быстро возрастает с увеличением длины волны, достигая максимума при $\lambda = \frac{3}{2}\lambda_0$, а затем постепенно спадает.

Интегральная интенсивность тормозного спектра, согласно этой формуле,

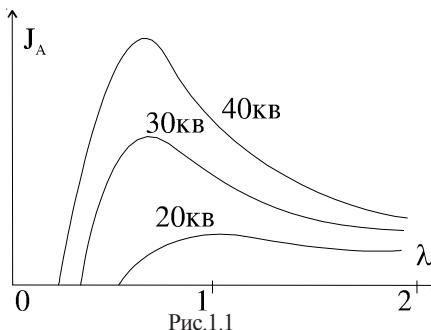


Рис.1.1

обратно пропорциональна λ_0^2 и, следовательно, пропорциональна квадрату ускоряющего напряжения.

Вторая компонента излучения, называемая характеристическим излучением, возникает при взаимодействии быстрых электронов с электронной оболочкой атома.

Электроны, входящие в атом, имеют различные энергии связи

определенные квантовыми числами n , l и s . В основном энергия определяется главным квантовым числом n . В состоянии с $n=1$ находятся два электрона, образующие K -оболочку атома, семь электронов с $n=2$ образуют L -оболочку. Электроны, для которых $n=3$, входят в состав M -оболочки и т.д.

Электрон, входящий в состав одной из оболочек, может быть выбит падающим на анод быстрым электроном. Образующаяся при этом вакансия заполняется путем перехода электрона с другой оболочки. При переходе испускается квант энергии, равный разности энергий начального и конечного состояний. Излучение, возникающее при таком переходе, очень близко к монохроматичному и образует в спектральном распределении узкую и интенсивную линию.

Рассмотрим в качестве примера излучение, возникающее при ионизации K -оболочки. Вакансия на K -оболочке может быть заполнена, во-первых, переходами из L -оболочки. Восемь электронов, входящих в эту оболочку, в свою очередь, подразделяются по величине энергии связи на три подгруппы, образующие L_1 , L_2 и L_3 подоболочки.

Переход $L_1 - K$ запрещен так называемыми правилами отбора. Два других перехода $L_2 - K$ и $L_3 - K$ разрешены и приводят к возникновению линий K_{α_1} и K_{α_2} (см. рис.1.2). Так как состояния L_3 и L_2 различаются лишь направлением спина, то пара линий K_{α_1} и K_{α_2}

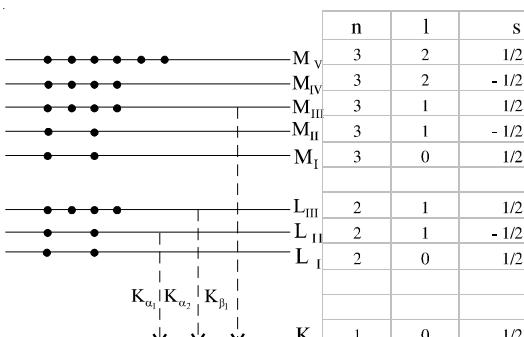


Рис.1.2

называется спин-дублетом. Следует отметить, что рис.1.2 выполнен не в масштабе.

В действительности расстояние по энергетической шкале между подуровнями L_{II} и L_{III} (тем более $M_1 - M_V$ подуровнями) в сотни раз меньше расстояния от этих подуровней до K -уровня.

Переходы электронов с M -оболочки на вакантное место в K -оболочке значительно менее вероятны и поэтому соответствующие им линии слабы. Наиболее интенсивная из этих линий возникает при переходе $M_{III} - K$ и называется K_{β_1} .

Вся совокупность линий, возникающих в результате ионизации K -оболочки, называется K -серий, а упомянутые выше линии K_{α_1} , K_{α_2} и K_{β_1} являются самыми интенсивными линиями этой серии. Только эти линии и будут наблюдаться при выполнении лабораторных работ, приведенных в этом описании.

Для того, чтобы падающие электроны могли произвести ионизацию K -оболочки, их энергия должна быть больше энергии связи K -электронов с ядром. Эта энергия связи, выраженная в электрон-вольтах, называется потенциалом ионизации K -оболочки. Эксперимент показывает, что потенциалы ионизации так же как и длины волн характеристических линий зависят от порядкового номера элемента z . Для того чтобы дать представление о потенциалах ионизации и о длинах волн линий K -серии, их величины приведены в таблице I для элементов, наиболее часто используемых в качестве рентгеновских трубок.

Таблица I.

Вещество	Fe	Co	Ni	Cu	Mo	W
Порядковый номер	26	27	28	29	42	74
Потенциал возбужд. (кв)	7,1	7,71	8,29	8,89	20	69,3
K_{α_1}, A	1,936	1,789	1,658	1,541	0,709	0,209
K_{α_2}, A	1,94	1,793	1,662	1,544	1,714	0,219
K_{β_1}, A	1,757	1,621	1,5	1,392	0,632	0,185

Разность потенциалов между катодом и анодом работающей рентгеновской трубки обычно составляет несколько десятков киловольт. При таком напряжении интенсивность характеристических линий в максимуме в тысячи раз превышает интенсивность тормозного спектра под ними. Однако характеристические линии очень узки, поэтому их интегральная интенсивность есть величина того же порядка, что и интегральная интенсивность тормозного спектра. Опишем теперь вкратце

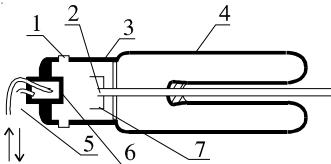


Рис.1.3

эмиссию. Против катода укрепляется анод, изготовленный обычно из медной трубы с массивным дном, на которое наваривается металлическое зеркало из того или иного металла. Как катод, так и анод покрыты специальными колпачками. Форма этих колпачков такова, что при подаче на них напряжения они образуют электростатическую линзу, сжимающую исходящие из нити катода электроны в узкий пучок поверхности зеркала анода. Так как при торможении электронов выделяется большое количество тепла, то анод работающей трубы непрерывно охлаждается изнутри приточной водой. Чтобы упростить задачу охлаждения, анод трубы заземляется, а высокое напряжение отрицательной полярности подается на катод.

Для выхода из трубы рентгеновского излучения в металлическом колпачке, окружающем анод, сделаны четыре отверстия (окна), закрытые тонкими пластинками из бериллия, который поглощает рентгеновское излучение очень слабо. Рентгеновские лучи выходят из этих окон четырьмя узкими пучками.

Для питания рентгеновской трубы необходимы два источника: один из них обеспечивает нагрев катода трубы, второй создает разность потенциалов между анодом и катодом.

Сила тока, проходящего через трубку, а, следовательно, и интенсивность рентгеновского пучка может регулироваться изменением тока накала катода. Устройство рентгеновской трубы изображено на рис.1.3. Напряжение между анодом и катодом трубы регулируется изменением напряжения, подаваемого на первичную обмотку высоковольтного трансформатора, во вторичную цепь которого включена трубка. Элементом, выпрямляющим ток во вторичной цепи, может служить как сама трубка, так и включенный специально для этой цели высоковольтный кенотрон. Оба возможных способа включения трубы изображены

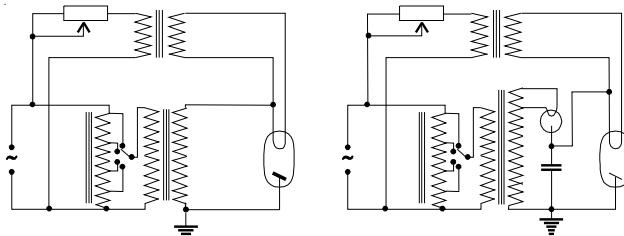


Рис.1.4

на рис.1.4.

Перед выполнением работы на рентгеновской установке необходимо ознакомиться с правилами техники безопасности!

1.2. Кристаллическая решетка и ее трансляционная симметрия.

Кристаллические тела характерны упорядоченностью своего внутреннего строения. Их атомы закономерно расположены в пространстве и обрадуют правильную кристаллическую решетку.

Всякой кристаллической решетке свойственна трансляционная симметрия, проявляющаяся в том, что она может быть совмещена сама с собой путем параллельного переноса по определенным направлениям и на определенные расстояния. Конечно, строго говоря, такое совмещение может быть выполнено только лишь для бесконечной решетки, но размеры кристаллов обычно столь велики по сравнению с межатомными расстояниями, что мы можем считать их кристаллические решетки бесконечными.

В каждой кристаллической решетке можно выделить группу атомов или ионов, которая периодически повторяется в пространстве. Эта группа является как бы элементарным “кирпичиком”, из которого сложена кристаллическая решетка. Всю решетку можно построить повторением одной группы, путем ее параллельного переноса. Для того чтобы лучше изучить закон, по которому та группа повторяется в пространстве, можно каждую такую группу обозначить только одной точкой. Совокупность таких точек, называемых узлами, образует трансляционную решетку кристалла.

В отличие от реальной кристаллической решетки трансляционная решетка есть абстрактный геометрический образ, отражающий только трансляционные свойства кристалла. Все особенности конкретной группы атомов, связанной с узлом трансляционной решетки (число атомов, их взаимное расположение и т.д.) отброшены нами при построении трансляционной решетки для того, чтобы они не мешали изучению трансляционной симметрии кристалла. В качестве примера на рис.1.5 показано построение трансляционной решетки для $NaCl$.

Чтобы упростить рисунок, построение сделано лишь для одного слоя решетки, образованного ионами Na^+ и Cl^- , расположенными в шахматном порядке. В группу ионов, связанную с одним узлом, в решетке типа $NaCl$ входят только два иона, как это показано на рисунке. В кристаллах других более сложных веществ и группа может быть более сложной, в нее могут входить десятки и даже сотни атомов. В то же время у более простых веществ группа может состоять всего лишь из одного атома.

Все узлы трансляционной

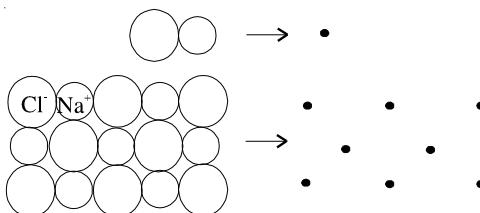


Рис.1.5

решетки совершенно эквивалентны. Если через любые два узла провести прямую, то на этой прямой будет расположено также бесконечное множество других узлов, лежащих друг от друга на равных расстояниях. Такая прямая называется узловой прямой, а расстояние между соседними узлами называется трансляцией вдоль данной узловой прямой. Если решетку сместить вдоль узловой прямой параллельным переносом на целое число трансляций, то она совпадет сама с собой.

Проведем теперь плоскость через две узловые прямые, проходящие через один общий узел. На этой плоскости будет расположено также бесчисленное множество других узловых прямых, параллельных двум начальным и образующих сетку. Ячейкой этой сетки будет параллелограмм, построенный на трансляциях вдоль начальных прямых. Такая плоскость называется узловой плоскостью.

Через узлы трансляционной решетки, которые не вошли в построенную нами узловую плоскость, можно провести другие, параллельные ей плоскости, которые также будут узловыми плоскостями. Все множество узлов трансляционной решетки окажется размещенным на системе параллельных плоскостей. Расстояние между двумя соседними плоскостями системы называется межплоскостным расстоянием и обозначается символом d . Совершенно очевидно, что описанным выше способом можно построить бесконечное множество систем плоскостей, дающих различные межплоскостные расстояния.

Введем теперь в трансляционной решетке систему координат, поместив ее начало в произвольный узел решетки и направив ее оси по трем некомпланарным узловым прямым. Построим параллелепипед, ребрами которого являются трансляции вдоль этих прямых. Этот параллелепипед называется элементарной ячейкой. Координатные оси мы всегда можем провести в направлении трех ближайших узлов решетки. Элементарная ячейка при этом будет иметь узлы только в вершинах. Такая элементарная ячейка называется примитивной и в большинстве случаев обладает низкой симметрией. Однако очень часто оказывается возможным повысить симметрию ячейки (например, сделать ее кубической), если провести оси через более удаленные узлы решетки. При этом самые близкие к началу координат узлы окажутся или внутри ячейки или в центрах граней ячейки.

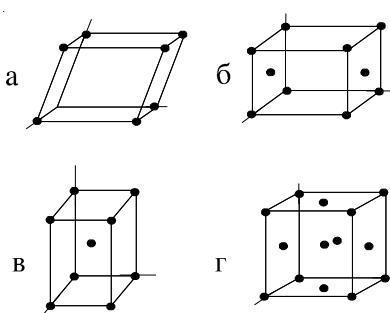


Рис.1.6

В первом случае элементарная ячейка называется объемоцентрированной, во втором - гранецентрированной или базоцентрированной (см. рис.1.6: здесь а - примитивная ячейка, б - базоцентрированная, в - объемоцентрированная и г - гранецентрированная).

Введение координатных осей позволяет обозначить различные системы параллельных плоскостей, о которых говорилось выше, специальными символами, называемыми

индексами Миллера. Вводятся они следующим образом: взяв произвольную плоскость из системы плоскостей, пишут ее уравнение в отрезках на осях координат

$$\frac{x}{A} + \frac{y}{B} + \frac{z}{C} = 1 \quad (1.4)$$

где A, B и C есть отрезки, отсекаемые плоскостью на осях (см. рис. 1.7). Уравнение плоскости, написанное в этой форме, справедливо и в косоугольной системе координат.

Для измерения отрезков A, B и C удобно ввести для каждой координатной оси специальную единицу длины, равную трансляции вдоль этой оси. Единицы длины для осей x, y и z обозначаются соответственно буквами a, b и c. Эти единицы в общем случае различны, но могут быть равными в частном случае, например, в случае кубической элементарной ячейки. Уравнение (1.4) остается справедливым и после введения новых единиц длины, т.к. каждая из дробей, входящих в левую часть уравнения, не изменится при переходе к новым единицам.

Можно показать, что длины отрезков A, B и C, измеренные в новых единицах, будут выражаться рациональными числами. Поэтому всегда можно найти такое целое число r, что частные от его деления на A, B и C будут взаимно несократимыми целыми числами.

$$h = \frac{r}{A} \quad k = \frac{r}{B} \quad l = \frac{r}{C} \quad (1.5)$$

Уравнение (1.4) следовательно можно переписать в виде: $hx + ky + lz = r$ (1.6)

Переход от данной узловой плоскости к другой узловой плоскости, параллельной данной, приводит к одновременному сокращению или увеличению всех отрезков A, B и C, а это вызывает соответствующее изменение r, числа же h, k и l остаются неизменными. Поэтому числами h, k и l можно характеризовать всю систему параллельных узловых плоскостей. Именно эти числа и называются индексами плоскостей или индексами Миллера. Записываются они всегда в круглых скобках (h, k, l); если один или несколько индексов отрицательны, то знак “-” пишется над цифрой, например (1, -2, 0). Целочисленный множитель r, как можно показать, является номером плоскости, если нумерацию вести от начала координат, приспав плоскости, проходящей через начало, нулевой индекс.

Пример 1.

Плоскость отсекает на осях отрезки: A=2 периода, B=1 период, C=1,5 периода (см.рис.1.7). Определить индексы Миллера.

Решение: $h = \frac{r}{2}, \quad k = \frac{r}{1}, \quad l = \frac{r}{3/2}$.

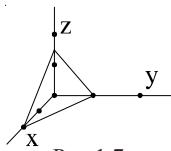


Рис.1.7

Минимальное значение r, обеспечивающее целочисленность всех индексов равно шести, индексы плоскости (3, 6, 4).

Пример 2.

Определить индексы плоскостей, образующих грани куба.

Решение:

Как следует из определения индексов Миллера., параллельность плоскости какой-либо координатной оси означает, что эта плоскость имеет индекс 0 для соответствующей оси. Так как каждая грань куба параллельна двум координатным осям, то два ее индекса равны нулю, а третий равен единице. Индексы граней суть $(1, 0, 0), (0, 1, 0), (0, 0, 1)$.

При исследовании кристаллов очень часто возникает необходимость определить межплоскостное расстояние для системы параллельных плоскостей с индексами (h, k, l) .

В общем случае это расстояние d является сложной функцией основных трансляций решетки a, b, c , индексов (h, k, l) и углов между координатными осями. Однако применительно к трансляционным решеткам кубической симметрии, для которых $a = b = c$ и углы между координатными осями равны 90° , выражение для межплоскостного расстояния упрощается и может быть дано в виде:

$$d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (1.7)$$

Эту формулу следует запомнить, т.к. она потребуется в дальнейшем при расшифровке рентгенограммы.

1. 3. Дифракция рентгеновских лучей в объемной кристаллической решетке.

При движении в кристаллической решетке электромагнитная волна рассеивается на атомах, составляющих эту решетку. Каждый атом становится центром сферической вторичной волны. Поставим перед собой задачу отыскания тех направлений, в которых вторичные волны усиливают друг друга. Прежде всего всю рассеивающую способность группы атомов, представленной узлом в трансляционной решетке, мы приписываем этому узлу. Для этого мы складываем волны, рассеянные различными атомами группы, с учетом разности фаз между ними и эту суммарную волну считаем распространяющейся из узла трансляционной решетки. Конечно, такая волна будет иметь неодинаковую интенсивность в различных направлениях, но вопросы интенсивности нас пока не интересуют. В дальнейшем мы будем говорить о рассеянии рентгеновской волны узлами трансляционной решетки.

Вернемся к определению направлений, в которых вторичные волны, совпадая по фазе, усиливают друг друга. Прежде всего можно показать, что волны, рассеянные узлам одной узловой плоскости, усиливают друг друга в направлении зеркального отражения. На рис.1.8 прямая MN представляет собою сечение плоскости (h, k, l) с

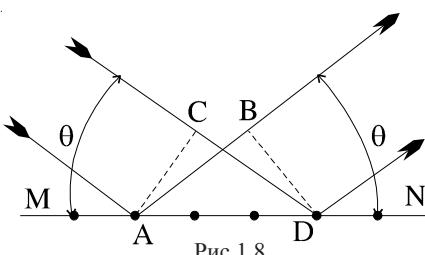


Рис.1.8

плоскостью чертежа. Сама плоскость проходит через перпендикулярно плоскости чертежа. Пусть на плоскость (h, k, l) падает плоская волна под углом скольжения θ . Нетрудно заметить, что в направлении зеркального отражения разность хода двух волн рассеянных любыми двумя узлами данной плоскости, равна нулю. Действительно, разность хода равна разности отрезков \overline{AB} и \overline{CD} , которые равны в силу симметрии построения. Это утверждение справедливо для произвольного угла θ и произвольного размещения узлов на данной плоскости.

Приведенное выше рассуждение можно в равной степени применить к любой плоскости из системы параллельных плоскостей (h, k, l) . Следовательно, каждая плоскость системы (h, k, l) , образует в направлении зеркального отражения вторичную волну, однако разность хода этих волн будет уже отлична от нуля.

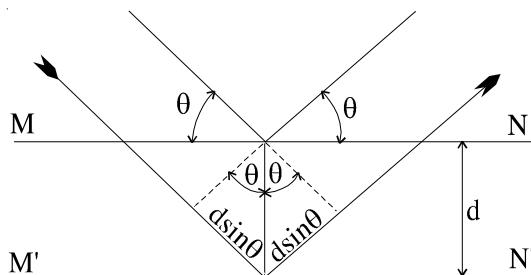


Рис.1.9

Очевидно, что эти волны усилият друг друга, если разность хода равна целому числу длин волн. Как непосредственно видно из рис.1.9, разность между волнами, отраженными от двух соседних равна $2d \sin \theta$. Следовательно, условие отражения рентгеновских лучей от кристалла можно записать в виде:

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (1.8)$$

Это условие было одновременно получено Вульфом и Брэггом и называется поэтому условием Вульфа-Брэгга. Используя приведенное ранее выражение d для кристаллов кубической сингонии (1.7), можно написать:

$$\frac{2a \sin \theta}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} = n\lambda \quad \text{или} \quad \frac{2a \sin \theta}{\sqrt{n^2 h^2 + n^2 k^2 + n^2 l^2}} = 1 \quad (1.9)$$

Произведения nh , nk и nl обозначаются символами h^* , k^* и l^* называются индексами интерференции. В отличие от индексов Миллера они могут иметь общий множитель, больший единицы.

Допустим теперь, что на монокристалл падает монохроматическое рентгеновское излучение с длиной волны λ , причем ориентация монокристалла относительно рентгеновского пучка совершенно случайна. Поставим вопрос: найдется ли в этом монокристалле хотя бы одна система параллельных плоскостей (h, k, l) , которая

была бы ориентирована таким образом, что уравнение (1.8) выполнялось бы. (В дальнейшем для краткости вместо слов “система параллельных плоскостей (h, k, l) ” мы будем говорить “плоскость (h, k, l) ”, понимая под этим всю систему). Легко заметить, что далеко не всякая плоскость (h, k, l) способна отражать излучение

данной длины волны. В самом деле, если $d < \frac{\lambda}{2}$, то даже при максимальном

значении $\sin \theta$, равном единице, левая часть уравнения (1.8) будет меньше правой и условие Вульфа-Брегга не может быть выполнено. Поэтому из бесконечного множества мыслимых плоскостей отражать излучение способно только конечное

и обычно небольшое число плоскостей, для которых $d > \frac{\lambda}{2}$. Как следует из равенства (1.7) это есть плоскости с малыми индексами h, k и l .

Очевидно, нельзя ожидать, чтобы среди таких плоскостей с дискретными наборами фиксированных углов θ и межплоскостных расстояний d нашлась хотя бы одна плоскость, для которой условие (1.8) выполнялось бы при определенном значении λ . Таким образом отражение монохроматических рентгеновских лучей от монокристалла при его фиксированной ориентации, вообще говоря не должно наблюдаваться.

Для того чтобы обеспечить возникновение рентгеновских отражений, применяются три способа.

Первый способ применен в так называемом методе Лауз и предполагает использование сплошного спектра вместо монохроматического рентгеновского излучения. В сплошном спектре всегда найдутся длины волн, удовлетворяющие уравнению (1.8).

Второй способ применен в методе Дебая-Шерера, называемом иначе методом порошков. Этот способ предполагает использование монохроматического излучения и поликристаллического образца, т.е образца, состоящего из множества маленьких кристалликов, ориентированных беспорядочным образом. Всегда найдется кристаллик, в котором плоскость (h, k, l) , способная отражать излучение данной волны, попадает в отражающее положение.

Наконец, третий способ обеспечить возникновение рентгеновских отражений состоит в том, что монокристалл, на который падает монохроматический рентгеновский пучок, вращают вокруг оси, не совпадающей с рентгеновским пучком. При этом угол падения пучка на каждую плоскость (h, k, l) непрерывно изменяется и при некоторых положениях кристалла удовлетворяет условию Вульфа-Брегга.

В настоящем описании приведен только первый и второй способы получения рентгенограмм, т.к. третий способ более сложен.

3. Лабораторная работа: ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОРИЕНТАЦИИ МОНОКРИСТАЛЛОВ С ПОМОЩЬЮ ЛАУЭГРАММЫ. (МЕТОД Лауэ).

Перед чтением настоящего описания читать Гл.1 “Введение в рентген”.

3.1. Способы изображения кристаллических решеток.

Многие естественные кристаллы обладают хорошей внешней огранкой, которая выявляет симметрию кристалла. Определение ориентировки таких кристаллов можно вести на гониометре путем измерения углов между гранями. Однако, часто случается, что кристаллы не имеют правильной внешней формы. Так, например, внешняя форма искусственно выращенных металлических монокристаллов зависит от метода их получения и не связана с расположением кристаллических осей в образце. В таком случае способы определения ориентировки основаны на анизотропии кристалла (оптические методы, метод фигур травления и т.д.).

Наиболее совершенным является рентгеновский метод, основанный на изучении картины, возникающей при дифракции рентгеновских лучей на пространственной решетке кристалла. Чаще всего дифракционную картину исследуют с помощью лаузграмм. Целью описанной ниже работы является ознакомление со способом получения и методикой расшифровки лаузграмм.

Однако прежде чем изложить сам метод Лауэ, необходимо дать способ изображения на плоскости пространственных кристаллических решеток, так как предварительных данных, изложенных во введении, недостаточно.

Такое изображение содержит все сведения об индексах плоскостей, об углах между ними и об углах между плоскостями и падающим рентгеновским пучком и чрезвычайно облегчает расшифровку лаузграмм. Ниже описан способ построения плоскостного изображения кристаллической решетки.

Прежде всего, условимся из каждой системы плоскостей оставить только плоскость, проходящую через начало координат, а остальные плоскости этой системы просто отбросить. Мы получим веер плоскостей, проходящих через начало координат, причем каждая плоскость в этом веере будет представителем целой системы параллельных плоскостей.

Теперь опишем вокруг начала координат сферу произвольного радиуса. Из каждой плоскости, входящей в веер, восстановим перпендикуляр до пересечения со сферой. Условимся точки пересечения перпендикуляра со сферой считать изображениями данной плоскости. После всех этих построений мы получим, своего рода, “глобус”, на котором каждая плоскость (h, k, l) будет изображаться двумя точками. Рядом с точками мы можем написать индексы этой плоскости.

Так же, как на глобусе, мы можем построить на сфере сетку меридианов и параллелей и с ее помощью определить двугранные углы между плоскостями, которые будут равны, очевидно, дуговым углам между изображениями плоскостей.

Построенный нами “глобус” позволяет решать все задачи, связанные с нахождением рентгеновских отражений от монокристалла. Однако он обладает

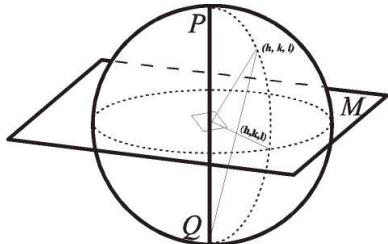


Рис.3.1

(Рис.3.1). Одну из этих точек, допустим точку Q , назовем полюсом проекции. Изображения плоскостей, расположенные на той половине сферы, которая удалена от полюса проекции, переносятся на плоскость M . Перенос осуществляется по прямым, соединяющим полюс проекции с изображениями плоскостей (h, k, l) . Полученная после переноса на плоскость M точка называется гномостереографической проекцией плоскости (h, k, l) , а вся совокупность полученных таким образом точек называется гномостереографической проекцией кристалла или просто полюсной фигурой. Пользуясь тем же методом, можно построить проекцию координатной сетки из меридианов и параллелей, о которой говорилось ранее.

Меридианы и параллели проводятся через 2° и проектируются на плоскость M . Построенная таким образом сетка называется сеткой Вульфа. Построение сетки Вульфа сильно облегчается двумя замечательными свойствами и стереографического проектирования:

1) Угол между двумя линиями на сфере равен углу между их проекциями на плоскость M , т.е. при стереографическом проектировании углы сохраняются.

2) Окружность, проведенная на сфере, проектируется в виде окружности или дуги окружности на плоскость M . Вследствие этих свойств меридианы и параллели проектируются в виде двух семейств окружностей, пересекающихся под прямыми углами (рис.3.2).

3.2. Дифракционные картины, возникающие в непрерывном спектре, и их геометрические свойства.

В веере узловых плоскостей, проходящих через начало координат, можно выделить отдельные группы плоскостей, называемые зонами. К одной зоне принадлежат плоскости, проходящие через одну узловую прямую, называемую осью зоны.

большим недостатком - он не является плоским. Поэтому, его нельзя построить на бумаге и работать с ним неудобно. Для построения плоского изображения используют метод стереографической проекции, применяемый при построении географических карт.

Через центр сферы проведем плоскость M и из него же восстановим перпендикуляр к этой плоскости, который пересечет сферу в двух точках P и Q

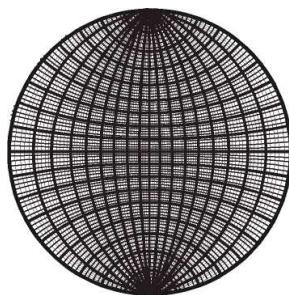


Рис.3.2

Зону плоскостей можно сравнить с полураскрытым книжком, причем прямая, проходящая вдоль корешка, будет изображать ось зоны, а листы книги - изображать плоскости, принадлежащие зоне. Направление оси зоны обозначается координатами ближайшего узла, через который она проходит. Индексы направления пишутся в квадратных скобках. Например, направление, проходящее через узел $x = 1, y = 0, z = 0$, обозначается $[1, 0, 1]$. Знак “минус” у индексов направления так же, как и у индексов Миллера, пишется над цифрой, например $[1, \bar{1}, 1]$. Те зоны, оси которых являются осью симметрии кристаллической решетки, например, $[1, 0, 0]$, $[1, 1, 0]$ и $[1, 1, 1]$ имеют наибольшее число отражающих плоскостей и являются наиболее важными зонами.

Допустим, что на зону плоскостей падает рентгеновский луч с непрерывным спектром. От каждой плоскости зоны возникнут отражения, и отраженные лучи будут расходиться таким образом, что через них можно провести конус, причем ось зоны будет в то же время осью этого конуса. Это можно показать следующим образом.

Рассмотрим только одну плоскость, которая, вращаясь вокруг оси зоны, последовательно занимает положение всех плоскостей зоны. Известно, что луч, отраженный от плоскости, можно рассматривать как луч, выходящий из мнимого источника s' , который расположен симметрично действительному источнику s относительно отражающей плоскости. В силу симметрии, расстояние от этих источников до оси равны между собой. Так как при вращении плоскости расстояние от s до оси зоны не изменяется, то, следовательно, не изменяется и расстояние от s' до оси зоны.

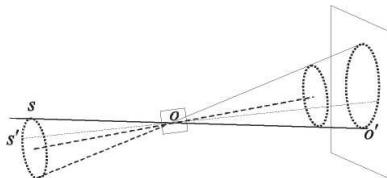


Рис.3.3

Отсюда следует, что мнимый источник s' при вращении плоскости движется по окружности, центр которой расположен на оси зоны, и которая проходит так же через действительный источник s (рис.3.3).

Таким образом, линия, проходящая через мнимый источник и кристалл и совпадающая с направлением отраженного луча, будет при вращении двигаться по поверхности конуса, причем, первичный рентгеновский пучок является одной из образующих этого конуса. На экране, перпендикулярном первичному пучку, отраженный луч вычертит кривую, которая является сечением конуса поверхностью экрана. Как известно, линией пересечения конической поверхности с плоскостью, не перпендикулярной оси конической поверхности, может быть или эллипс, или парабола, или гипербола. Очевидно, луч на экране будет двигаться по одной из этих кривых. В случае отражения от зоны плоскостей мы не имеем непрерывного вращения, а имеем ряд отдельных фиксированных положений, поэтому, лучи, отраженные от зоны, дадут дискретный ряд точек, расположенных на эллипсе, параболе или гиперболе. Так как в кристалле можно выделить много зон, то из совокупности отраженных точек можно выделить много эллипсов, парабол и

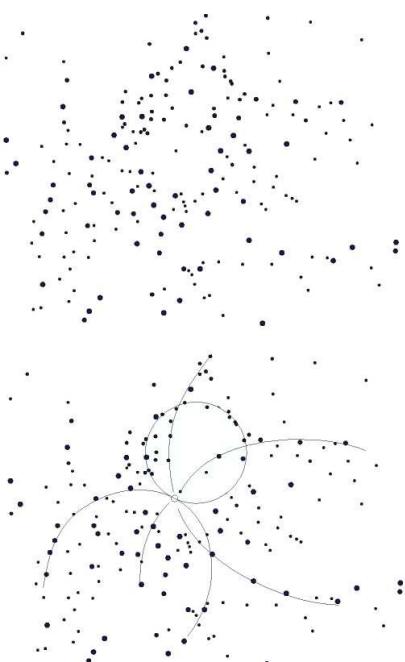


Рис. 3.4

Лауэграмма, собственно говоря, есть так же изображение на плоскости рентгеновской пленки отражающих плоскостей кристалла, т.к. каждая ее точка однозначно связана с одной из отражающих плоскостей. Однако, это изображение далеко не такое удобное, как ГСП, поэтому, для определения ориентации кристалла нам необходимо перейти от лауэграммы к ГСП.

Условимся, что плоскость проекции M мы проводим через кристалл, перпендикулярно рентгеновскому пучку и, следовательно, параллельно рентгеновской пленке, расположенной за кристаллом. Полюсом проекции мы выбираем место входа рентгеновского пучка в сферу, описанную вокруг кристалла. Радиус сферы делаем равным радиусу сетки Вульфа, так что круг, который сфера вырезает на плоскости M , будет совпадать при наложении с сеткой Вульфа.

Проведем еще одну плоскость H , проходящую через первый луч и один из отраженных лучей. По закону отражения она будет проходить также и через нормаль к отражающей плоскости (h, k, l) . На рис.3.5 показано сечение сферы этой плоскостью H (плоскость H совпадает с плоскостью чертежа).

И, наконец, установим на сфере координатную сетку, так чтобы ее экватор совпадал с плоскостью H . Таким образом, окружность на рис.3.5 есть экватор

гипербол. Они обладают следующими свойствами:

1) Все они проходят через точку пересечения первичного пучка с экраном.

2) Большая ось эллипса или ось симметрии параболы или гиперболы должны проходить через точку падения на экран первичного пучка. При съемке лауэграмм в качестве экрана используется фотографическая пленка, на которой отраженные лучи оставляют темные точки. Первой задачей после обработки фотопленки является выделения на ней эллипсов, парабол и гипербол (рис.3.4).

3.3. Переход от лауэграмм к гномостереографической проекции кристалла.

Как мы установили ранее гномостереографическая проекция (будем обозначать ее в дальнейшем ГСП) является изображением на плоскости M всей совокупности отражающих плоскостей кристалла.

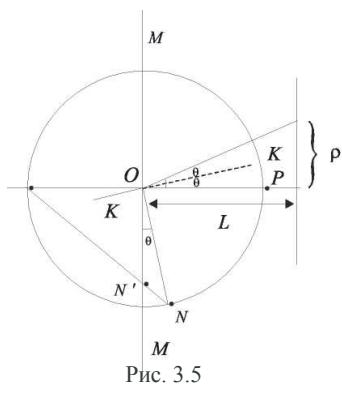


Рис. 3.5

координатной сетки. Один полюс находится над, другой под плоскостью чертежа. Меридианы идут сверху вниз и пересекаются с экватором перпендикулярно плоскости чертежа.

С помощью этих построений мы легко можем найти ГСП отражающей плоскости по пятну на лауэграмме.

Определим вначале угол θ , измерив расстояние пятна на лауэграмме от ее центра ρ и расстояние от кристалла до пленки L .

$$\text{Очевидно: } \operatorname{tg} 2\theta = \frac{\rho}{L} \quad (3.1)$$

$$\text{Отсюда: } \theta = \frac{1}{2} \operatorname{arctg} \frac{\rho}{L} \quad (3.2)$$

Далее, угол между нормалью ON и M , которая перпендикулярна плоскости чертежа и изображается на нем линией MM' , также будет равен θ .

Действительно: $\overline{PQ} \perp \overline{MM'}$ и $\overline{KK'} \perp \overline{ON}$. Следовательно $\angle KOP = \angle MON$.

Таким образом, точка N будет лежать на том меридиане, который отстоит от плоскости M на угол θ , и ее проекция N' будет лежать на той проекции меридиана, которая отстоит от края сетки Вульфа на θ градусов. Этот факт позволяет очень просто построить ГСП плоскости (h, k, l) по пятну на лауэграмме с помощью сетки Вульфа.

ГСП кристалла можно заранее рассчитать для его частных положений, когда к плоскости M нормальна одна из осей симметрии кристалла. Полученные таким образом ГСП кристалла называются стандартными полюсными фигурами. Если при съемке лауэграммы кристалл находится в одной из таких частных положений, то построенную по лауэграмме ГСП можно совместить со стандартной полюсной фигурой. Но в условиях нашей работы кристалл не находится в частном положении. Его ориентация случайна. Вместо самого кристалла мы должны попытаться поставить в частное положение ГСП кристалла, построенную по лауэграмме, что позволяет определить ориентацию всех осей кристалла относительно падающего пучка.

3.4. Обработка лауэграммы.

Перед тем как приступить к построению ГСП по лауэграмме, необходимо наметить на лауэграмме остро заточенным карандашом наиболее важные эллипсы, параболы и гиперболы, так, как это показано на рис.3.4. К сожалению, понятие “важности” не поддается точному количественному определению. Оценить важность можно только на основе личного опыта. Однако, некоторые признаки важных эллипсов все же можно указать. Во-первых, в непосредственной близости от важного эллипса нет других точек лауэграммы. Внутри и снаружи важный эллипс

окаймлен пространством, в котором отсутствуют другие точки. Во-вторых, важный эллипс содержит несколько важных точек, т.е. таких точек, около которых также имеется свободное пространство и через которые проходят несколько других эллипсов. Важные эллипсы обычно видны очень хорошо и легко выделяются; к выделению же гипербол и парабол нужно отнестись с большим вниманием.

После того, как намечены важные эллипсы, а также важные точки на эллипсах, их нужно перенести на кальку. Для этого пленку кладут на матовое стекло, подсвечиваемое с задней стороны, кладут сверху кальку и отмечают на кальке “на просвет” эллипсы и точки, отмеченные ранее на пленке. После переноса точек, в центре кальки, в месте попадания первичного пучка, просверливается небольшая дырочка, необходимая в дальнейшем для работы с сеткой Вульфа.

Следует указать, что ни в коем случае нельзя переносить на кальку все точки лауэграмммы. Это только затруднит расшифровку. Проекции основных плоскостей типа (100), которые нужно найти, чтобы определить ориентацию кристалла, “утонут” в массе маловажных проекций с большими индексами.

Не следует переносить много эллипсов. Вполне достаточно 3-4 эллипса, но очень желательно перенести хотя бы 2-3 гиперболы или параболы. Это позволит более равномерно заполнить точками ГСП кристалла и облегчит дальнейшую расшифровку. Точно также не следует переносить все точки одного эллипса. Достаточно перенести 4-5 наиболее важных точек.

Операцией, следующей за перенесением точек на кальку, является построение гномостереографических проекций этих точек. Для этого необходимо кальку наложить на сетку Вульфа. В центре сетки Вульфа есть штырек, который вставляется в центрально отверстие кальки, так что кальку можно свободно поворачивать на сетке, не нарушая совпадение центров. Плоскость кальки будет для нас плоскостью проекции, т.е. плоскостью M .

Выбрав пятно на лауэграмме, для которого мы хотим построить ГСП, мы, прежде всего, должны определить для него угол θ . Как указывалось ранее, для этого необходимо знать ρ и L , так как L определяется конструкцией камеры и в наших условиях постоянно, то угол θ будет зависеть только от ρ . Поэтому на правую половину сетки Вульфа наклеена линеечка, на которую нанесены штрихи на различных расстояниях ρ от центра сетки, и около них написаны соответствующие им значения θ . Повернув кальку и выведя пятно на линеечку, мы сразу читаем угол θ . Далее, установив кальку возможно более точно, так, чтобы экватор делил пятно пополам, мы откладываем прочитанный угол на левой половине экватора, считая от левого края к центру и ставим в этом месте точку. Эта точка и будет ГСП плоскости (h, k, l). При построении ГСП следует помнить, что каждое деление сетки Вульфа соответствует 2° .

Эту операцию следует повторять последовательно для всех выбранных точек эллипса, после чего построенные ГСП выводятся на один меридиан сетки Вульфа. Так как нормали ко всем плоскостям одной зоны являются нормалами к оси зоны и лежат в одной плоскости, секущей сферу по окружности большого круга, т.е. по меридиану, то их проекции должны лежать на проекции одного меридиана.

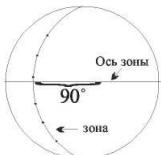


Рис. 3.6

Следовательно, мы можем повернуть кальку так, чтобы все эти проекции легли на один меридиан сетки Вульфа. Если этого не удается, то, значит, эллипс был начертан неправильно, и точки на нем не принадлежат одной зоне.

Выведя все ГСП плоскостей одной зоны на меридиан, мы можем поставить еще одну точку, отстоящую по экватору на 90° от меридиана. Эта точка будет ГСП плоскости, перпендикулярной оси зоны (рис.3.6).

В кристаллах с кубической элементарной ячейкой такая плоскость имеется всегда. При этом она является заведомо важной плоскостью, обычно более важной, чем большинство плоскостей самой зоны. Наконец, она расположена в центральной области сетки Вульфа, где отсутствует ГСП плоскостей, полученные обычным путем. Именно поэтому построение этих ГСП, совпадающих со стереографическими проекциями осей зон, чрезвычайно существенно для правильной расшифровки лауэграммы. **Их построение является обязательным.**

Конечным результатом описанных выше действий является построение неполной ГСП кристалла. Неполной потому, что лауэграмма содержит отражения только от части важных плоскостей, являющихся плоскостями симметрии кристалла, по которым можно определить его ориентацию. Поэтому следующая задача состоит в том, чтобы угадать положение остальных важных плоскостей и проверить догадку при помощи стандартных полюсных фигур (фигуры Закса).

Примечание:

Точки, перенесенные с лауэграмммы, нужны только для построения ГСП, поэтому, чтобы они не мешали при расшифровке, их следует наносить карандашом и делать менее яркими, менее заметными, чем точки ГСП. Чтобы усилить различие, точки ГСП можно наносить шариковой ручкой или чернилами, при этом более важные точки нужно делать более заметными.

Для того чтобы облегчить работу с проекцией, можно (но не обязательно) обозначить цифрами пятна на лауэграмме и на ГСП кристалла, причем, одной и той же цифрой обозначается пятно и соответствующая ему ГСП.

3.5. Расшифровка гномостереографической проекции кристалла.

Целью расшифровки является нахождение ГСП основных, координатных плоскостей (001), (010) и (100), а также углов, которые они составляют с рентгеновским пучком.

Прежде, чем приступить к расшифровке, рассмотрим наиболее важные зоны, которые могут встретиться в пространственной решетке кубической симметрии.

В такой решетке существует три координатные оси, углы между которыми равны 90° , а трансляции по этим осям равны. Каждая такая ось является одновременно осью важной зоны. В самом деле, через ось z, например, проходят плоскости (100), (010) и (110). Эти плоскости являются плоскостями симметрии кристаллической решетки и, следовательно, важными плоскостями. Если мы посмотрим на эти плоскости сверху, по направлению оси z, то мы увидим, что они отстоят друг от

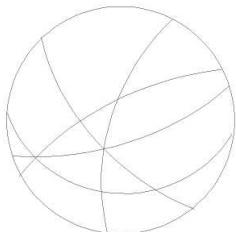


Рис.3.7

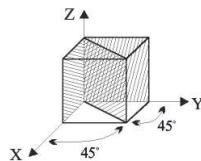


Рис.3.8

друга на 45° (рис.3.7).

Следовательно, на том меридиане, который будет изображать эту зону на гномостереографической проекции, важные точки будут расположены одна от другой на 45° . Ось такой зоны, в данном случае ось z, будет перпендикулярна плоскости (001), и проекция оси этой зоны будет ГСП плоскости (001).

Далее совершенно ясно, что оси x и y будут являться осями точно таких же зон, на которых точки также будут расположены через 45° . Так как плоскость (001) принадлежит к обеим этим зонам, то меридианы этих зон должны проходить через точку (001), которая ранее была нами найдена как ось зоны z (рис.3.8).

Необходимо обратить внимание на еще одну важную плоскость, которая отсекает на координатных осях равные отрезки и имеет индекс (111). Эта плоскость расположена симметрично относительно координатных плоскостей (100), (010) и (001) и поэтому должна изображаться точкой, расположенной в центре треугольника, образованного зонами x, y и z (рис.3.8).

Наша первоочередная задача при расшифровке лаузограммы состоит в том, чтобы попытаться найти этот треугольник. Для этого, прежде всего, нужно найти зоны, не проявившиеся на лаузограмме. С этой целью нужно попробовать вывести на один меридиан ГСП, расположенные в центре (оси зон) и наиболее важные ГСП, построенные по точкам лаузограммы. Однако, при построении этих новых меридианов нужно соблюдать осторожность, так как, вообще говоря, меридиан можно провести через две точки проекции. Но если этот меридиан не будет важным, то его построение только усложнит и запутает картину. Поэтому, меридиан можно проводить только, если на нем будет не менее трех - четырех важных точек или осей зон, или если его осью будет важная точка. К сожалению, никаких более строгих указаний дать нельзя. Помочь в отыскании и построении новых меридианов может только личный опыт.

После этого нужно попробовать отыскать среди меридианов такие, на которых есть точки, отстоящие друг от друга на 45° , отыскать треугольник, образованный такими меридианами и определить индексы точек, входящих в этот треугольник. Однако, при отыскании треугольника возможна ошибка, так как выбрать три точки, отстоящие друг от друга на 90° можно не единственным способом, поэтому правильность расшифровки нужно проверить при помощи полусферических фигур Закса. Для этого нужно одну из важных точек типа (100), (110) или (111) вывести в центр

проекции и, следовательно, меридиан, осью которого она является, вывести на окружность сетки Вульфа.

Делается это следующим образом.

а) Повернуть кальку так, что все ГСП плоскостей выбранной зоны легли на один из меридианов сетки Вульфа.

б) Передвинуть все ГСП плоскостей по параллелям так, чтобы они вышли на край сетки Вульфа.

с) Передвинуть все остальные ГСП, принадлежащие другим зонам, по параллелям в ту же сторону на то же число градусов.

д) Если при переносе ГСП плоскости она вышла на край сетки Вульфа и, в то же время, должна быть передвинута еще дальше, то недостающее число градусов отсчитывается от диаметрально противоположной точки сетки Вульфа. При этом точка из “северного” полушария переходит в “южное” или наоборот.

Полученная после переноса полюсная фигура будет полюсной фигурой кристалла, повернутого вокруг оси, перпендикулярной к экватору сетки Вульфа, на то же число градусов, на которое был сделан перенос. Эта полюсная фигура может быть совмещена с одной из полюсных фигур Закса.

Для сравнения экспериментальной полюсной фигуры с полюсными фигурами Закса следует начертить на кальке окружность по краю сетки Вульфа, снять ее с сетки и наложить на ту полюсную фигуру Закса, в центре которой находится ГСП с теми же индексами, что и в центре экспериментальной ГСП.

Затем, вращая кальку, попытаемся совместить точки обеих полюсных фигур. Каждая зона и каждая важная точка экспериментальной полюсной фигуры должна совпадать соответственно с одной из зон или с одной из точек полюсной фигуры Закса. Следует указать, что при повороте экспериментальной полюсной фигуры с целью вывода важной зоны на окружность сетки Вульфа, переносить нужно не только зоны, образующие основной треугольник, но и все остальные зоны, т.к. именно совпадение второстепенных деталей при совмещении с полюсной фигурой Закса указывает на правильность расшифровки.

Если треугольник найти не удалось, то можно попытаться вывести на край сетки Вульфа меридиан любой важной зоны и попытаться совместить полученную после поворота полюсную фигуру со всеми полюсными фигурами Закса по очереди.

После совмещения, дополнив полюсную фигуру точками (100), (010) и (001), если они отсутствуют, надо снова поместить кальку на сетку Вульфа и путем переноса дополнительных точек в обратном направлении на то же число градусов, найти то положение, которое они должны были бы занимать на полюсной фигуре неповернутого кристалла.

Все перечисленные выше операции по построению полюсной фигуры и ее переворотам следует делать с максимально возможной аккуратностью.

3.6. Содержание работы и требования, предъявляемые к отчету.

Настоящая работа состоит в получении лаузграмм, в построении полюсной фигуры, расшифровки полюсной фигуры, определении индексов ГСП и

определении углов, которые составляют с рентгеновским пучком основные координатные плоскости (100), (010) и (001).

Работа выполняется в следующем порядке.

Первое занятие.

1. Установить камеру Лауз так, чтобы через кристалл проходила наиболее интенсивная часть пучка. Эта установка производится с помощью флуоресцирующего экранчика. Вставить в камеру заряженную кассету и произвести экспозицию. Время экспозиции узнать у преподавателя или лаборанта.

2. В то время когда экспонируется пленка, произвести расшифровку старой лаузограммы, полученной от преподавателя, для того, чтобы приобрести экспериментальные навыки, необходимые для расшифровки собственной пленки. С этой целью перенести на кальку наиболее важные эллипсы и гиперболы, слегка наметив их карандашом, построить полюсную фигуру и попытаться найти основной треугольник, образованный зонами (100), (010) и (001).

3. С помощью сетки Вульфа сделать поворот полюсной фигуры, выведя одну из важных зон на край сетки и проверить расшифровку совмещением с полюсной фигурой Закса.

Второе занятие.

Используя навыки, приобретенные на первом занятии расшифровать собственную пленку. Расшифровку желательно сделать самостоятельно.

Отчет должен содержать:

1. Лаузограмму с надписанной фамилией студента и намеченными карандашом эллипсами и гиперболами.

2. Построенную на кальке полюсную фигуру с проставленными на ней индексами плоскостей. На кальке должна быть написана фамилия и группа студента.