

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
ФГБОУ ВО «Удмуртский государственный университет»
Институт математики, информационных технологий и физики

Р.М. ЗАКИРОВА, Н.А. ОРЛОВА, Л.А. САБАНОВА

**МЕТОДЫ РЕНТГЕНДИФРАКЦИОННОГО ИССЛЕДОВАНИЯ
ПОЛИКРИСТАЛЛОВ**

Учебно-методическое пособие
Часть 1



Ижевск
2022

УДК 548.73(075.8)
ББК 22.37я73
3-187

Рекомендовано к изданию учебно-методическим советом УдГУ

Рецензент: канд. физ.-мат. наук, науч. сотрудник УдмФИЦ УрО РАН
А.С. Алалыкин

Р.М. Закирова, Н.А. Орлова, Л.А. Сабанова

3-187 Методы рентгенодифракционного исследования поликристаллов :
учеб.- метод. пособие : ч.1. – Ижевск : Удмуртский государственный
университет, 2022. – 48 с.

ISBN 978-5-4312-1037-2

В данной части учебно-методического пособия приведено:
1) классификация рентгеновских трубок; 2) устройство рентгеновских дифрактометров ДРОН; 3) описание рентгеновской схемы съемки Брегга-Брентано; 4) описание способов регистрации дифракционных максимумов; 5) описание способов подготовки поликристаллических образцов для исследования методом рентгеновской дифракции.

Учебно-методическое пособие предназначено для студентов УдГУ старших курсов бакалавриата, магистрантов и аспирантов, обучающихся по направлениям «Физика», «Химия, физика и механика материалов», «Химия», «Физика конденсированного состояния вещества».

УДК 548.73(075.8)
ББК 22.37я73

ISBN 978-5-4312-1037-2

© Р.М. Закирова, Н.А. Орлова,
Л.А. Сабанова, 2022
© ФГБОУ ВО Удмуртский
государственный университет, 2022

Оглавление

Введение	4
РЕНТГЕНОТЕХНИКА	5
1. Классификация и основные узлы рентгеновских трубок	5
2. Рентгеновские аппараты	11
2.1. Устройство и принцип работы рентгеновских дифрактометров	13
2.2. Фокусировка по Бреггу-Брентано.....	22
2.3. Способы регистрации дифракционных максимумов	24
ПОДГОТОВКА ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ОБРАЗЦОВ ДЛЯ РЕНТГЕНОДИФРАКЦИОННЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ.....	30
СПИСОК РЕКОМЕНДОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ.....	39
Приложение. ТЕХНИКА БЕЗОПАСНОСТИ	40

Введение

Пособие предназначено в качестве основного материала по практическим и лабораторным работам по курсам «Дифракционный структурный анализ» и «Рентгеновские методы исследования материалов», «Структурные методы исследования материалов», «Дифракционные и спектральные методы исследования», «Неразрушающие методы анализа поверхности» для студентов старших курсов бакалавриата по направлениям «Физика», «Химия и физика материалов», «Химия», магистрантов и аспирантов, обучающихся по направлениям «Физика конденсированного состояния вещества», «Химия, физика и механика материалов». Пособие «Методы рентгенодифракционного исследования поликристаллов» не охватывает все методы и методики, которые можно было бы применить для исследования поликристаллических материалов. Но в то же время может быть полезным для научных и инженерно-технических работников, специализирующихся в области наук о материалах, физики и химии конденсированного состояния вещества.

Рентгеновские методы исследования поликристаллических материалов являются информативными, надежными и широко распространенными. Для практической реализации методик рентгенодифракционного исследования используется специализированная аппаратура, включающая источники рентгеновского излучения, гониометры и детекторы. Как правило, современные установки снабжаются программными комплексами, предназначенными для управления режимом работы и обработки результатов экспериментов. Но перед тем как работать с такими программными комплексами, необходимо сформировать определенную базу знаний, чтобы уверенно и достаточно компетентно работать и получать достоверные результаты.

Учебно-методическое пособие разбито на две основные части, которые представляют собой лабораторные работы, выполняемые по указанным дисциплинам. В данной части учебно-методического пособия рассмотрено устройство рентгеновских трубок и рентгеновских аппаратов, приведена рентгенооптическая схема Брегга-Брентано (Рентготехника), описаны типы образцов и методики подготовки поликристаллических образцов для исследования (Подготовка поликристаллических образцов для рентгенодифракционных исследований). В приложении приведена техника безопасности при работе с рентгеновскими установками.

В конце каждого раздела имеются вопросы для самоконтроля, что позволяет проводить контроль своих знаний или пропускать разделы, если читатель может ответить на контрольные вопросы, не читая пособия.

РЕНТГЕНОТЕХНИКА

Лабораторная работа № 1

Цель работы: ознакомиться с устройством основных типов рентгеновских трубок и аппаратов для структурного анализа, необходимым для понимания физических закономерностей и условий получения разных спектров рентгеновского излучения.

РЕНТГЕНОВСКИЕ ТРУБКИ И АППАРАТЫ

1. Классификация и основные узлы рентгеновских трубок

Для получения рентгеновского излучения необходимо иметь источник свободных электронов, придать им большую скорость и резко затормозить их. При торможении часть их кинетической энергии переходит в энергию рентгеновского излучения. Этот процесс осуществляется в вакуумном приборе, называемом рентгеновской трубкой. В зависимости от способа получения пучка свободных электронов рентгеновские трубки делятся на электронные и ионные. В современной аппаратуре ионные трубки не применяются.

Электронная рентгеновская трубка представляет собой электровакуумный прибор, состоящий из катодной системы для получения и фокусировки электронного пучка и водоохлаждаемого анода. Излучение возникает в ней в результате взаимодействия быстролетающих с катода электронов с атомами анода, установленного на пути электронов.

Для возбуждения рентгеновского излучения в рентгеновских трубках должно быть обеспечено:

- а) получение свободных электронов;
- б) сообщение свободным электронам большой кинетической энергии (от нескольких тысяч эВ до $1 \div 2$ МэВ);
- в) возбуждение быстролетающими электронами атомов анода.

Рентгеновские трубки классифицируют по следующим признакам.

1. *По способу создания и поддержания вакуума.* Различают трубки запаянные (отпаянные) и разборные.

В запаянных (отпаянных) трубках высокий вакуум создается при их изготовлении и сохраняется в течение всего периода эксплуатации благодаря герметичности их корпуса. Нарушение вакуума приводит к выходу трубки из строя.

В разборных трубках вакуум создается и поддерживается с помощью вакуумного насоса в процессе эксплуатации.

2. По назначению. Трубки для просвечивания материалов и изделий, для структурного анализа, для спектрального анализа, для медицинских целей (диагностические и терапевтические). Назначение трубки во многом предопределяет и их конструктивные возможности.

3. По величине (площади) фокуса. Фокусом трубки называют площадку на аноде, на которую падают электроны и от которой испускаются рентгеновские лучи. Другими словами, площадка, где происходит торможение электронов, называется фокусом (фокусным пятном) трубки. Рентгеновские трубки изготавливают с нормальным ($6 \div 10 \text{ мм}^2$) и острым (несколько сот или тысячных долей миллиметра квадратного) фокусом.

Основным типом трубок, применяемых для просвечивания и структурного анализа, являются запаянные электронные трубки (рис 1.1). Корпус рентгеновской трубки состоит из стеклянной изолирующей части (в дальнейшем стеклянный баллон) с выводами накала катода и металлической анодной части, обеспечивающей жесткое крепление трубки в аппарате, автоматическое сочленение с системой водоохлаждения, надежное заземление анода (соединение с корпусом аппарата) и защиту от используемого рентгеновского излучения. Для выпуска рабочих пучков в анодной части предусмотрены окна, закрытые вакуумно-плотной бериллиевой фольгой, слабо поглощающей рентгеновское излучение.

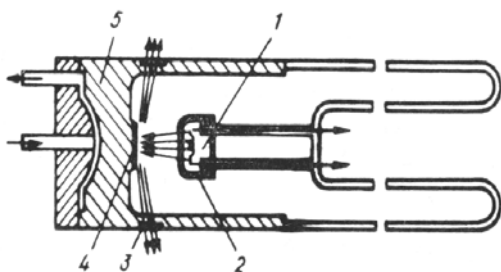


Рис. 1.1. Схема запаянной электронной рентгеновской трубки БСВ для структурного анализа: 1 – катод, 2 – фокусирующий колпачок, 3 – окно, 4 – анод, 5 – защитный цилиндр

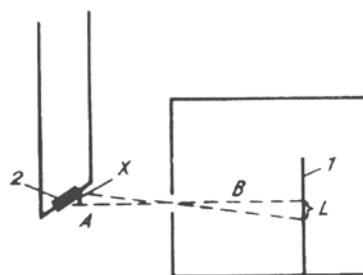


Рис. 1.2. Определение размера и формы фокуса с помощью камеры обскуры: 1 – фотопластинка, 2 – фокус

В стеклянном баллоне создается высокий вакуум ($1.33 \cdot 10^{-3} \div 1.33 \cdot 10^{-5} \text{ Па}$), обеспечивающий свободное движение электронов от катода к аноду, тепловую и химическую изоляцию катода и предотвращающий возникновение газового разряда между электродами.

Катод представляет собой обычно вольфрамовую спираль, часто покрываемую слоем тория для повышения эмиссионных характеристик. Воль-

фрамовая спираль, разогретая током накала до $2100 \div 2200$ °С, испускает электроны, которые под воздействием приложенного высокого напряжения устремляются с большой скоростью к аноду. Ударяясь о площадку в торце анода (зеркало анода), электроны резко тормозятся. Примерно 1 % их кинетической энергии при этом превращается в энергию электромагнитных колебаний – рентгеновских лучей; остальная энергия трансформируется в тепло, выделяющееся на аноде.

Относительно мягкие лучи, испускаемые обычно трубками для структурного анализа (длина волн 1 \AA и больше), очень сильно поглощаются стеклом. Поэтому для выпуска рентгеновских лучей в баллоны этих трубок впаивают специальные окна, изготовленные из металлического бериллия.

Спираль катода помещают в т. н. фокусирующий колпачок. Назначение колпачка – сужить пучок электронов, летящих с катода на анод, и уменьшить фокус трубки.

Современные рентгеновские трубки имеют линейчатый фокус. Соответственно, катод выполняют в виде винтовой линии, находящейся внутри полуцилиндра. Размеры и форма фокуса могут быть определены экспериментально, например съемкой фокуса с помощью камеры-обскуры (рис. 1.2) с толщиной стенок $3 \div 5$ мм, имеющей тонкое отверстие (меньше фокуса трубки) в передней стенке. В такую камеру помещают на расстоянии B от передней стенки фотопленку, завернутую в черную бумагу и, установив аппарат на расстоянии A от фокуса, освещают пластинку рентгеновскими лучами с выдержкой $1 \div 2$ мин. После проявления на пленке получается пятно – изображение фокуса длиной L . Поперечный размер фокуса определяют по формуле $x = L \cdot A / B$.

Анод представляет собой массивный полый цилиндр, изготовленный из материала с высокой теплопроводностью, чаще всего из меди. В торцевую стенку анода впрессовывают пластинку – *зеркало анода*, которое тормозит электроны, эмиттированные с катода. В трубках для структурного анализа зеркало анода изготавливают из того металла, излучение которого (характеристическое или сплошное) используют для получения дифракционной картины при решении конкретных задач рентгеноструктурного анализа. Наиболее распространены трубки с анодами из хрома, железа, ванадия, кобальта, никеля, меди, молибдена, вольфрама; реже изготавливают трубки с серебряным и марганцевым анодами. Угол выхода лучей относительно зеркала анода составляет от 2° до 6° для всех трубок, применяемых в структурном анализе.

Перегрев анода за счет тепла, выделяющегося при ударе электронов о зеркало анода, может вызвать нарушение вакуума, интенсивное распыление и даже

расплавление зеркала и самого анода. Во избежание этого анод охлаждают проточной водой или маслом в непрерывно и длительно работающих трубках и водой, заливаемой в специальный бачок, – в кратковременно работающих трубках.

Важнейшей характеристикой трубки является ее *предельная мощность*: $P = U \cdot I$, где U – максимальное высокое напряжение, кВ, I – ток трубки, мА. Превышение предельной мощности недопустимо, т. к. это вызовет перегрев анода.

Уменьшение площади фокуса трубки вызывает уменьшение объема металла, в котором происходит выделение тепла, и требует снижения предельной мощности трубки. Например, для трубки БСВ-29 (здесь и далее рассмотрены отечественные рентгеновские трубки) с медным зеркалом анода допустимая мощность равна 1.5 кВт, а допустимая удельная мощность 0.1 кВт/мм². Следовательно, площадь фокуса такой трубки может составлять 1.5/0.1=15 мм².

Учитывая предельную мощность, можно определить также электрический режим работы трубки. Ток трубки не должен превышать величину, определяемую выражением $I \leq P/U$.

В некоторых задачах рентгеноструктурного анализа, требующих получение рентгенограмм с высоким разрешением или достаточно контрастной картины от малого объема облучаемого материала, что требует очень больших экспозиций, эффективность съемки зависит от размеров фокуса и, значит, определяется удельной мощностью, испускаемой единицей площади зеркала анода. Для таких условий предназначены острофокусные трубки, например трубки БСВ-25. Используются также трубки с вращающимся анодом.

Рентгеновская трубка представляет собой диод. Если между катодом и анодом приложить постепенно возрастающий электрический потенциал, то все большее количество электронов будет достигать анода. При определенном напряжении электроны будут переведены с катода на анод, и сила тока достигнет максимума. Получаемый при этом максимальный ток называется *током насыщения*, а кривые ток–напряжение являются *характеристикой трубки*. Электрическими характеристиками рентгеновских трубок являются следующие две основные зависимости:

$$1) \quad I_T = f(I_H) \text{ при } U_a = \text{const};$$

$$2) \quad I_T = f(U_a) \text{ при } I_H = \text{const},$$

где I_T – ток в трубке, образующийся вследствие перехода электронов с катода на анод (анодный ток), мА; I_H – ток накала во вторичной обмотке трансформатора накала, разогревающий катодную нить, А; U_a – высокое напряжение, приложенное к полюсам трубки (анодное напряжение), кВ.

Графическое изображение этих зависимостей показано на рис 1.3. Изме-

ряемый ток в трубке появляется лишь после достижения током накала лишь определенного значения, т. е. начиная с определенной температуры нагрева катода, примерно равной $2000 \div 2100$ °С. При более низких температурах нагрева электронная эмиссия практически не наблюдается. Нагрев катодной нити выше 2100 °С резко повышает количество электронов, испускаемых в единицу времени (эмиссионный ток).

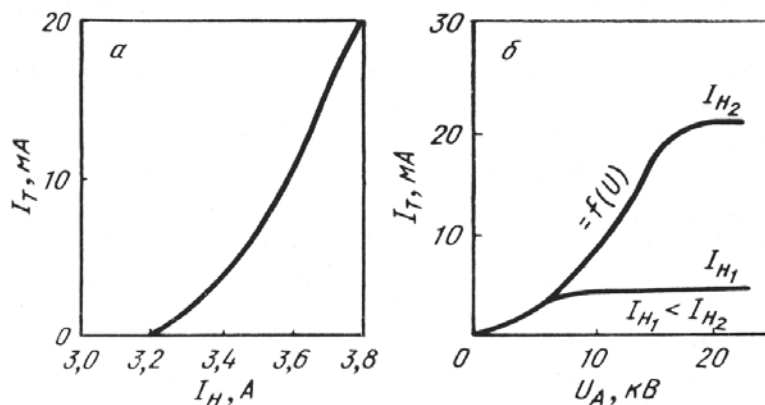


Рис. 1.3. Зависимость силы тока в трубке I_T от силы тока накала I_H при неизменном напряжении (а) и от напряжения при неизменном токе накала (б)

График, подобный показанному на рис. 1.3а, строят при постоянном напряжении, обеспечивающем во всем диапазоне значений I_H получение режима насыщения.

Из рис. 1.3б следует, что при данном токе накала I_H и при низких напряжениях не все электроны эмиссии попадают на анод, а лишь часть их, причем тем меньшая, чем ниже напряжение. Начиная с определенного напряжения U_a , все электроны эмиссии попадают на анод, через трубку проходит ток насыщения. Чтобы увеличить силу тока в трубке, необходимо повысить силу тока накала.

Рентгеновские трубки работают всегда на режиме насыщения напряжения, в три–четыре раза превышающих минимальное напряжение, необходимое для установления тока насыщения. Рабочая точка выбирается в области насыщения анодного тока (при установленном токе накала). Это позволяет, стабилизируя накал, обеспечить стабильность анодного тока и рабочую мощность трубки, достаточные при фотографической регистрации дифракционной картины. В дифрактометрах для стабилизации интенсивности используется более жесткая стабилизация анодного тока за счет изменения тока накала трубки.

Знание характеристик трубки (из паспорта трубки) позволяет заранее установить ток накала, исходя из необходимого тока в трубке, а также определить то минимальное напряжение, ниже которого режим работы трубки будет неустойчивым. Характеристики трубок для структурного анализа приведены в табл. 1.1.

Таблица 1.1.

Технические характеристики рентгеновских трубок для структурного анализа

Марка трубки	Тип трубки	Число окон	Размер фокуса, мм	Максимальное анодное напряжение, кВ	Максимально допустимая сила тока, мА	Максимальная мощность трубки с медным анодом, кВт	Назначение
БСВ-29	Отпаянная	4	(0.4 <input type="checkbox"/> 0.6 (0.8 <input type="checkbox"/> 10.4)	60	50	1.5	Двух-, трехкристальные спектрометры, используемые для измерений параметров решетки, дифрактометры для измерения диффузного рассеяния, топография
БСВ-28	- « « <input type="checkbox"/>	4	(1.0 <input type="checkbox"/> 1.4)× (10.0 <input type="checkbox"/> 13)	60	60	2.0	Дифрактометрия общего назначения, устаревшие, использующие фоторегистрацию
БСВ-27	- « « <input type="checkbox"/>	4	(1.6 <input type="checkbox"/> 8.1 (10.0 <input type="checkbox"/> 13)	60	80	2.5	- « « <input type="checkbox"/>
БСВ-25	- « « <input type="checkbox"/>	4	(0.075 <input type="checkbox"/> (2.0 <input type="checkbox"/> 2.6)	60	10	0.3	Двух-, трехкристальные спектрометры высокого разрешения, топография
БСВ-500	С вращающимся анодом	1 - 2		60	1000	60	Измерение диффузного рассеяния вдали от узлов обратной решетки, многокристальные спектрометры, интерферометры

Условное обозначение типов рентгеновских трубок представляет собой комбинацию четырех-шести знаков.

Первая цифра (если она имеется) обозначает предельную мощность трубки в кВт (для медицинских диагностических трубок – при кратковременной экспозиции).

Второй знак указывает характер защиты при работе с трубкой: Р соответствует полной защите от действия рентгеновских лучей; Б – трубка для работы в защитном кожухе, с защитой от рентгеновских лучей и электрически безопасную; отсутствие буквы означает отсутствие защиты.

Третий знак – начальная буква слова, характеризующего основное применение трубки: Д – диагностика, Т – терапия, П – просвечивание материалов, С – структурный анализ, Х – спектральный анализ.

Четвертый знак характеризует тип охлаждения: В – водяное охлаждение, М – масляное, К – воздушное радиаторное, отсутствие буквы означает охлаждение лучеиспусканием (естественное).

Пятый знак – порядковый номер модели трубки в данной группе.

Шестой знак (если есть) – предельное анодное напряжение на трубке в кВ. В обозначениях трубок для структурного анализа вместо анодного напряжения указывают материал зеркала анода.

Пример: 1.5 БСВ-29-Си означает, что трубка безопасна (в защитном кожухе), предназначена для структурного анализа и имеет водяное охлаждение, номер модели 29, зеркало анода – медь, длительная мощность 1.5 кВт.

2. Рентгеновские аппараты

В качестве источников рентгеновских лучей при проведении рентгеноструктурных исследований используют аппараты для рентгеноструктурного анализа. Назначение рентгеновских аппаратов для структурного анализа состоит в следующем:

– питание рентгеновской трубки электрической энергией с малой силой тока (до нескольких миллиампер) и с высоким напряжением (до 50 ÷ 60 кВ), которые можно регулировать;

– питание катодных нитей рентгеновской трубки и выпрямляющих устройств регулируемым током накала с низким напряжением;

– регистрация дифрагированного излучения: а) фотометодом на фотопленку, помещенную в рентгеновскую камеру, расположенную у выходного окна рентгеновской трубки; б) с помощью детекторов рентгеновского излучения, в качестве которых используются сцинтилляционные, пропорциональные или полупроводниковые счетчики (в старых установках – счетчики Гейгера-Мюллера).

Исходя из способа регистрации дифрагированного излучения, различают аппараты двух типов: 1) для фотографической регистрации (фотометод); 2) для ионизационной регистрации, с использованием счетчиков (дифрактометры).

К аппаратам первой группы относится, например, установка рентгеноструктурная УРС-2.0, к аппаратам второй группы – рентгеновский дифрактометр общего назначения ДРОН.

Важное различие между аппаратами этих типов состоит в том, что при использовании фотометода рассеянное излучение регистрируется одновременно в различных точках дифракционной картины, а в дифрактометрах – одновременно, интенсивность рассеянного излучения в каждый момент времени регистрируется лишь в узком угловом интервале, а вся дифракционная картина получается при последовательном повороте образца (рис. 1.4). Поэтому требования к стабильности работы аппарата в дифрактометрах значительно выше.

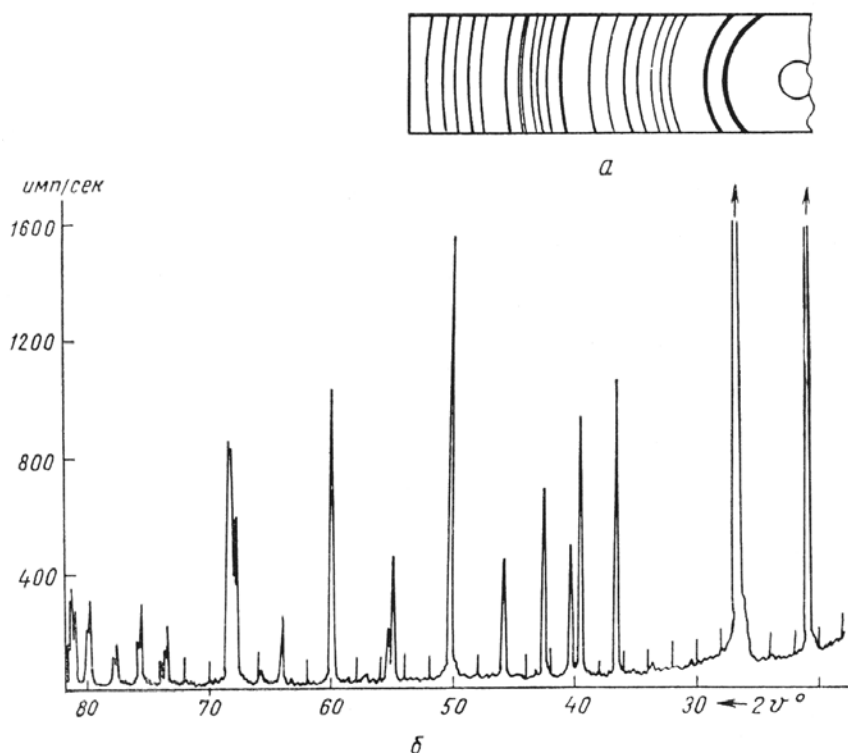


Рис. 1.4. Рентгенограмма (а) и дифрактограмма (б) кварца

Конструктивно рентгеновский аппарат представляет собой оперативный стол, в котором смонтированы все узлы аппарата. Рентгеновская трубка помещается в кожухе, установленном на плите оперативного стола. На этой же плите монтируется приемник рентгеновского дифрагированного излучения: либо гониометр дифрактометра, либо рентгеновские камеры на специальных столиках. Основными узлами рентгеновского аппарата являются:

1) высоковольтный трансформатор (высоковольтный источник питания рентгеновской трубки);

- 2) трансформаторы накала рентгеновской трубки;
- 3) пульт управления;
- 4) дифрактометрический узел (для дифрактометров);
- 5) счетно-регистрирующее и управляющее устройство (для дифрактометров).

Высоковольтный трансформатор повышает сетевое напряжение до 50 – 60 кВ. Он помещен в бак, наполненный высоковольтным трансформаторным маслом. *Трансформаторы накала* являются трансформаторами понижающего типа (110/2 В). Они отличаются от обычных трансформаторов высокой изоляцией первичной обмотки от вторичной, т. к. вторичная обмотка в случае присоединения к катоду рентгеновской трубки находится под высоким напряжением. В современных рентгеновских аппаратах трансформатор накала монтируют в общем баке с высоковольтным.

На *пульте управления* размещают автотрансформатор со ступенчатой и плавной регулировкой числа витков, выключатель высокого напряжения, реостаты накала рентгеновской трубки, контрольные приборы (вольтметр и амперметр).

В современных рентгеновских аппаратах первые три узла объединены в один и представляют собой высоковольтный источник питания.

Рентгеновские аппараты работают на переменном токе. Ток в рентгеновской трубке должен идти только в одном направлении – от анода к катоду. Электронная рентгеновская трубка при интенсивном охлаждении анода пропускает ток в одном направлении, если нагрузка на ней не слишком велика. При больших напряжениях холостая полуволна может достигнуть значения, опасного для трубки, что может привести к пробое. Кроме того, при больших нагрузках фокусное пятно начинает сильно раскаляться, и само становится источником электронов, в результате чего при обратной полуволне идут обратные токи, которые могут привести к разрушению катода. Поэтому в большинстве случаев для работы рентгеновских трубок применяют выпрямленный ток, позволяющий повышать нагрузки на 30 %, а напряжение – на 40 %.

2.1. Устройство и принцип работы рентгеновских дифрактометров

В рентгеновском дифрактометре регистрация дифракционной картины осуществляется с помощью различных счетчиков квантов рентгеновского излучения. Зафиксированную таким образом зависимость интенсивности рассеяния от угла дифракции называют *дифрактограммой*, а методы, реализующие такую регистрацию, – *дифрактометрическими*. Главное преимущество дифрактометрической регистрации определяется тем, что дифрактограмма дает возможность просто определять угловое положение интерференционных максимумов и из-

мерять интенсивность в любой точке дифракционной картины. Кроме того, регистрация дифракционной картины с применением счетчиков имеет ряд преимуществ по сравнению с фоторегистратией: быстрота получения рентгенограмм и более простой их расчет, возможность простого и точного определения интегральной интенсивности линий и диффузного фона, более точное и быстрое определение ориентировки монокристаллов, построение количественных полюсных фигур. Поэтому дифрактометры получили широкое распространение.

Однако дифрактометры общего назначения не позволяют регистрировать пространственное распределение интенсивности (например, по длине дебаевского кольца, по различным рефлексам лауэграммы, эпиграммы и т.п.).

Области применения рентгеновской дифрактометрии: анализ кристаллической структуры и фазовый анализ (измерение интегральной интенсивности линий и точное определение их углового положения); анализ нарушений кристаллической структуры (изучение профиля и интенсивности диффузного фона); количественный анализ текстуры; быстрое определение ориентировки срезов монокристаллов и др.

Еще одна особенность регистрации дифрактограмм состоит в том, что на рентгенограмме, полученной фотометодом, интенсивности в любой точке дифракционной картины регистрируются *одновременно*, тогда, как дифрактограмма регистрируется при последовательном прохождении счетчиком всего углового интервала регистрации с нахождением в каждой точке в течение ограниченного времени. Поэтому для получения надежных результатов интенсивность первичного пучка должна быть высокой и стабильной во времени, а схема съемки должна обеспечивать использование больших по площади образцов и расходящегося пучка при геометрической фокусировке рассеянных лучей.

Отечественной промышленностью выпускается целый ряд дифрактометров. Наибольшее распространение получили дифрактометры общего назначения ДРОН (рис. 1.5).

Современные рентгеновские дифрактометры обязательно содержат три крупных узла.

1. Генераторное устройство или высоковольтный источник питания предназначены для подвода к рентгеновской трубке высокого напряжения (до 60 кВ) и напряжения накала катода (ток трубки до 50 мА).

Источником питания рентгеновской трубки служит питающее устройство типа ВИП-2-50-60 (ДРОН-2.0, ДРОН-3) или ИРИС-М (ДРОН-3М, ДРОН-6), конструктивно являющееся оперативным столом дифрактометра.



Рис. 1.5. Аппарат рентгеновский ДРОН-3.0: 1- стойка дифрактометрическая с гониометром ГУР-8, рентгеновской трубкой и детектором; 2 – источник питания высоковольтный; 3 – устройство электронно-вычислительное унифицированное

Дифрактометры ДРОН-7, ДРОН-8 оснащены современными компактными генераторными устройствами, которые, по сути, являются импульсными источниками питания с высоковольтным трансформатором и диодным умножителем.

На рис. 1.6 представлена комплектация дифрактометра ДРОН-8Н.

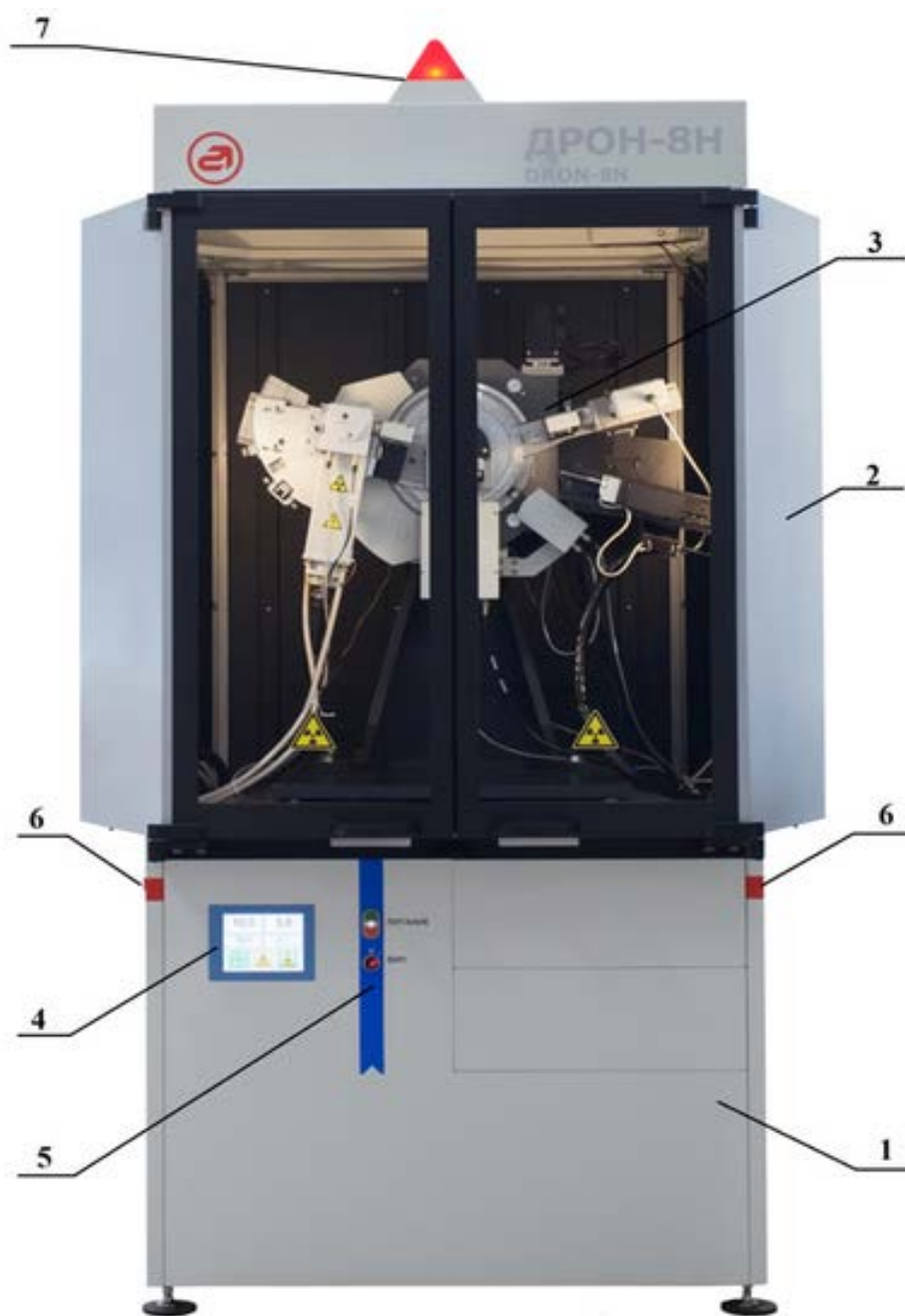


Рис. 1.6. Дифрактометр ДРОН-8Н: 1 – стойка питания и управления; 2 – защита; 3 – стойка дифрактометрическая с вертикальным гониометром; 4 – индикационный экран; 5 – панель включения дифрактометра; 6 – кнопки аварийной остановки; 7 – индикатор высоковольтного режима

2. Дифрактометрический узел состоит из рентгеновской трубки в защитном кожухе и гониометра с блоком детектирования (счетчиком). Рентгеновский гониометр – устройство для отсчета углов поворота образца и детектора по отношению к первичному пучку рентгеновских лучей. Он обеспечивает синхронный поворот образца и счетчика вокруг общей оси с требуемыми угловыми скоростями и их отдельный поворот вокруг той же оси от электромоторов или вручную.

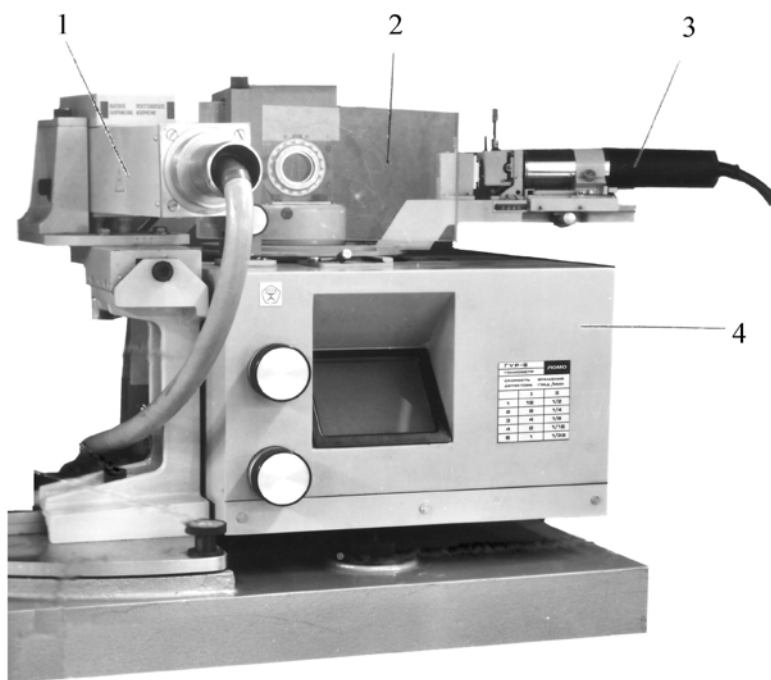


Рис. 1.7. Стойка дифрактометрическая: 1 – кожух защитный, 2 – стекло защитное, 3 – блок детектирования, 4 - гониометр

Гониометрическим устройством ДРОНа является ГУР-8 (рис. 1.7) или ГУР-9. Назначение гониометра – крепление образца и детектора и обеспечение их угловых поворотов. Образец может вращаться синхронно с детектором со скоростью в два раза меньшей, а также от руки, независимо от положения детектора. Предусмотрен набор скоростей движения детектора 1/32, 1/16, ..., 8, 16 °/мин. Желательная скорость перемещения выбирается с помощью редуктора гониометра. Отсчет углов положения счетчика (или образца) осуществляется по лимбам, изображение которых проектируется на экране гониометра. При проведении измерения на дифрактометре гониометр должен быть тщательно отъюстирован. Суть юстировки прибора заключается в максимальном пропускании пучка рентгеновских лучей от фокуса трубки через узкие (0.05 – 0.1 мм) щели и ось гониометра при нулевом положении счетчика и равенстве расстояний фокус трубки – ось гониометра – приемная щель счетчика:

- 1) фокус рентгеновской трубки находится на окружности, по которой перемещается аналитическая щель, а центр лежит на оси вращения гониометра;
- 2) линия, соединяющая середину фокуса рентгеновской трубки и ось вращения гониометра (нулевая линия), проходит через середину аналитической щели при установке детектора в положение «0»;
- 3) в положении «0» детектора плоскость образца совпадает с нулевой линией и осью вращения гониометра;

4) расходящийся первичный пучок рентгеновских лучей должен одинаково омывать справа и слева ось вращения гониометра;

5) первичный пучок рентгеновских лучей лежит в плоскости движения аналитической щели.

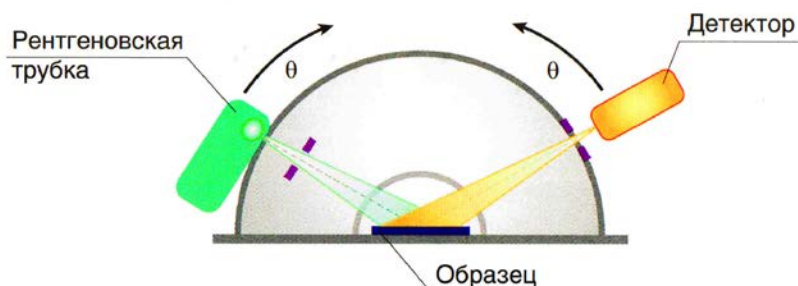


Рис. 1.8. Схема вертикального гониометра дифрактометра ДРОН-8

Дифрактометры серии ДРОН-8 имеют несколько другой гониометрический узел (рис. 1.8). Это вертикальный гониометр θ – θ , в котором образец размещается горизонтально и во время съемки неподвижен. Рентгеновская трубка и детектор вращаются с одинаковыми угловыми скоростями вокруг нормали к поверхности образца так, что первичный пучок образует с поверхностью образца угол θ , равный углу между поверхностью образца и дифрагированным пучком θ .

Гониометр – точный оптико-механический прибор, поэтому неосторожное обращение, даже незначительные толчки и удары могут вывести его из строя и нарушить юстировку. Аппаратурная погрешность измерения углов в современном гониометре может достигать 0.001° .

2. Счетно-регистрирующее и управляющее устройство предназначено для регистрации и усиления импульсов напряжения, вырабатываемых счетчиком (детектором) при попадании в него каждого кванта рентгеновского излучения. После усиления импульсов напряжения осуществляется выделение импульсов определенной амплитуды, затем нормализация их и направление либо в измеритель скорости счета (аналоговый вывод), сигнал с которого подается на электронный самопишущий потенциометр, либо в устройство вывода цифровой информации на цифropечатающее устройство, либо в компьютер.

Детектор дифрактометра преобразует энергию кванта, попавшего в детектор ионизирующего излучения, в электрический сигнал. В современных дифрактометрах для регистрации квантов применяются сцинтилляционный, газовый (пропорциональный) и полупроводниковый детекторы. В счетчиках амплитуда импульса напряжения на выходе пропорциональна энергии рентгеновского кванта, что позволяет проводить выделение квантов требуемой длины

волны. Основными характеристиками счетчиков являются следующие: *эффективность* – отношение числа сосчитанных квантов к числу квантов, попавших во входное окно; *мертвое время* – время, в течение которого счетчик, зарегистрировавший квант, нечувствителен к следующему; *собственный фон* – нижний порог определяемой интенсивности; *амплитудное разрешение* – способность счетчика различать близкие по интенсивности сцинтилляции.

Усилитель увеличивает амплитуды сигналов до уровня, который необходим для работы других блоков. Линейно усиливаются входные сигналы с амплитудой от 2 до 250 мВ отрицательной полярности. Имеется возможность ступенчатого изменения коэффициента усиления. Уровень шумов на выходе усилителя, приведенный к входу, не более 150 мкВ.

Одноканальный дискриминатор предназначен для амплитудного анализа спектра сигналов и исключения побочных, лежащих за пределами выбранного окна (рис. 1.9).

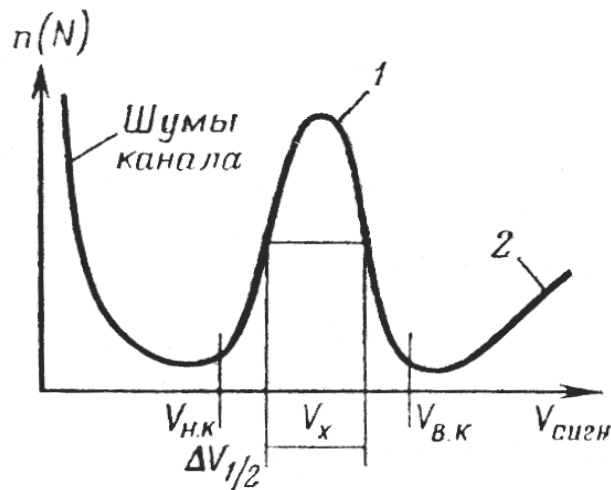


Рис. 1.9. Распределение сигналов детектора по амплитудам. 1, 2 – сигналы, соответствующие характеристическому и коротковолновому белому излучению, соответственно

Энергетический спектр рентгеновских квантов можно условно разделить на коротковолновую часть, характеристическое излучение и длинноволновую часть белого и флуоресцентного излучений. Соответственно этому электрические сигналы имеют различную амплитуду. Шумы усилителя или ФЭУ, как правило, имеют малую амплитуду по сравнению с рабочим сигналом. Дискриминатор может ограничивать прохождение сигналов либо меньших определенного уровня, либо «сверху» и «снизу» некоторых уровней, пропуская лишь сигналы, энергия которых находится между этими уровнями. Это позволяет частично очистить регистрируемую дифракционную картину от помех. Пропускаемый

диапазон энергий сигналов называется *окном*, ширина которого может регулироваться в определенных пределах. Сужение окна приводит к улучшению «очистки» спектра. Оптимальные положения и ширина окна подбираются экспериментально.

Регистраторы предназначены для регистрации интенсивности дифракционной картины. Скорость счета, регистрируемая интенсиометром, усредняется за время, выбранное величиной RC – постоянной интегрирования. Здесь R – сопротивление, C – емкость. При регистрации на диаграммную ленту электронного потенциометра держатель образца и счетчик совместно и непрерывно поворачиваются вокруг оси гониометра (с соотношением угловых скоростей 1:2) с заданной угловой скоростью (от 1/32 до 16 °/мин). Рентгеновские кванты, попадающие в счетчик за время интегрирования τ , вызывают отклонения пера потенциометра. Цену деления шкалы потенциометра можно изменять, а значит и число квантов, регистрируемое за секунду. Диаграммная лента равномерно движется под пером. Таким образом, на бумаге регистрируется дифрактограмма в координатах $N(2\theta)$. Такая регистрация дифракционной картины является *непрерывной*.

При регистрации с помощью цифрового вывода (компьютера) держатель образца и счетчик совместно поворачиваются вокруг оси гониометра на заданный угол – шаг $\Delta 2\theta$, затем останавливаются, и проводится регистрация либо числа квантов N за фиксированное время (метод $\tau = const$), либо времени τ набора заданного числа квантов (метод $N = const$). Полученный в каждой точке $2\theta_i$ (шаге) дифрактограммы результат и угол поворота счетчика $2\theta_i$ выводят на ЦПУ или засылают в компьютер. После этого от блока управления поступает сигнал на двигатель гониометра, и образец со счетчиком делают следующий шаг $\Delta 2\theta$. Операция начинается от угла $2\theta_n$ и повторяется до тех пор, пока не будет достигнут заранее заданный угол $2\theta_k$. На этом процесс измерения заканчивается. Такой способ регистрации называется *шаговым сканированием (регистрация по точкам)*.

Для правильного функционирования счетно-регистрирующей системы дифрактометра необходимо выбрать, установить и периодически контролировать такие параметры установки, как рабочее напряжение на детекторе, коэффициент усиления, положение и ширина окна одноканального анализатора. При проведении исследований на ДРОНе установку рабочих параметров следует выполнять на характеристическом излучении, для чего целесообразно установить в держатель образца гониометра плоский монокристалл (кварц, германий и т. п.), найти его отражающее положение и установить входное окно счетчика

так, чтобы дифрагируемые лучи попали в счетчик квантов.

Для выбора рабочего напряжения сцинтилляционного счетчика снимают зависимость скорости счета квантов n или числа квантов N за какое-то время от напряжения (рис. 1.10). Плато на кривой соответствует оптимальным условиям возбуждения рабочего вещества детектора. Поэтому рабочее напряжение выбирают на плато. Для сцинтилляционного счетчика это напряжение уточняют по значению амплитудного разрешения. Для этого необходимо установить рабочее напряжение и, уменьшив интенсивность падающего пучка так, чтобы скорость счета в максимуме не превышала $2 \cdot 10^3 - 8 \cdot 10^3$ имп/сек, найти кривую амплитудного распределения (рис. 1.9). По этой кривой с помощью формулы $\eta = \frac{\Delta V_{1/2}}{V_x}$, где $\Delta V_{1/2}$ – ширина пика, найденная на половине высоты; V_x – положение пика, определяют амплитудное разрешение. На K_{α} -излучении Си для сцинтилляционного счетчика $\eta = 50 \%$, для пропорционального – $\eta = 20 \%$. Определив амплитудное разрешение для нескольких напряжений детектора из области плато, выбирают рабочим то напряжение, которое соответствует меньшему значению η .

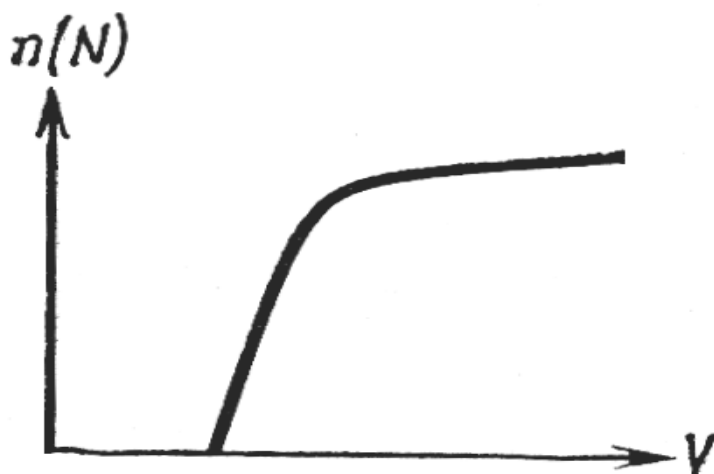


Рис. 1.10. Счетная характеристика детектора

При снятии амплитудного распределения необходимо контролировать, чтобы коэффициент усиления не был чрезмерно большим; фотопик, соответствующий квантам характеристического излучения, не должен оказаться на краю линейной части шкалы выходного сигнала усилителя.

Распределение сигналов по амплитудам при выбранном рабочем напряжении позволяет выбрать коэффициент усиления и напряжения дискриминаторов нижнего $V_{н.к.}$ и верхнего $V_{в.к.}$ каналов. Выбор значений $V_{н.к.}$ и $V_{в.к.}$ должен обеспечить пропускание максимального количества квантов характеристиче-

ского излучения. На практике пик характеристического излучения обычно накладывается флуоресцентное излучение. Поэтому, уменьшая ширину окна со стороны мешающих сигналов, можно существенно улучшить отношение полезный сигнал/ шум.

2.2. Фокусировка по Бреггу-Брентано

При работе на дифрактометрах необходимо использовать фокусирующую геометрию съемки. Чаще всего для фокусировки используется метод Брегга-Брентано, в котором плоский образец помещается так, чтобы его поверхность находилась на оси вращения гониометра.

На оперативном столе дифрактометра находится дифрактометрический узел. В качестве источника рентгеновских лучей используют трубки типа БСВ. Вблизи окошка трубки установлена заслонка, прикрывающая выход рентгеновских лучей. Рентгеновский пучок проходит через систему щелей Соллера и щелей, формирующих пучок в горизонтальном и вертикальном направлениях, и попадает на исследуемый образец (рис. 1.11). Отраженные лучи через вторую систему щелей Соллера и аналитическую щель попадают в детектор. Для повышения светосилы установки используется расходящийся рентгеновский пучок и фокусировка по Бреггу-Брентано (рис. 1.12).

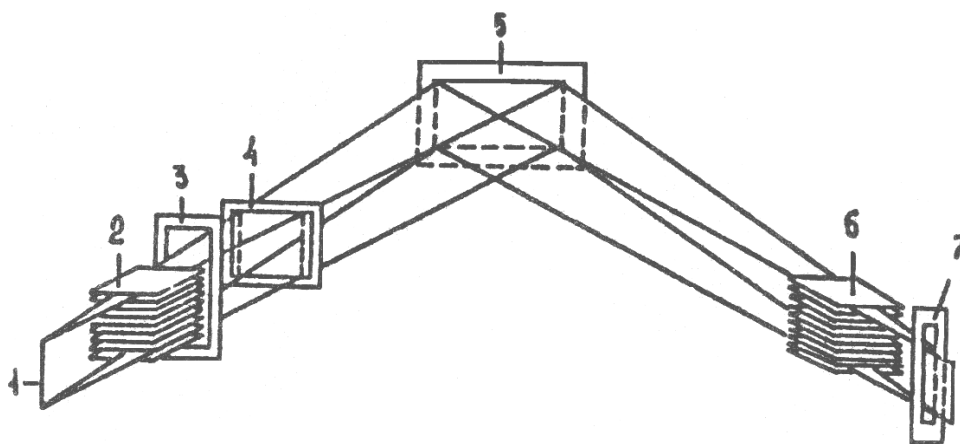


Рис. 1.11. Рентгенооптическая схема рентгеновского дифрактометра. 1 – фокус рентгеновской трубки; 2, 6 – щели Соллера; 3, 7 – щели вертикальные, ограничивающие горизонтальную расходимость пучка; 4 – щель горизонтальная, ограничивающая вертикальную расходимость пучка; 5 - образец

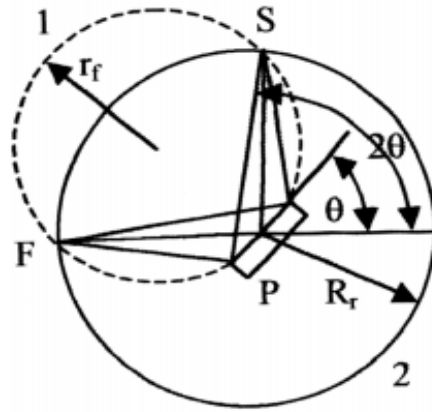


Рис. 1.12. Схема фокусировки по Бреггу-Брентано

Фокусировка по Бреггу-Брентано основана на равенстве вписанных углов, опирающихся на одну и ту же дугу: фокус рентгеновской трубки F , регистрирующая щель детектора S и плоский образец P должны лежать на одной окружности 1, называемой *фокусирующей*. При повороте образца вокруг оси гониометра радиус фокусирующей окружности r_f меняется $r_f = R_r / (2 \sin \theta)$. При этом точка фокусировки смещается по окружности постоянного радиуса 2 – *окружности гониометра* (рентгеновская трубка закреплена). Поворот образца на угол θ ведет к необходимости поворота щели детектора по окружности гониометра на центральный угол 2θ , т. к. скорость движения образца в два раза меньше скорости счетчика.

Рассмотренная выше фокусировка осуществляется только в одной, например горизонтальной, плоскости. Расходимость пучка в другой (вертикальной) плоскости ограничивают, чтобы уменьшить ее влияние на профиль и положение дифракционного максимума. Ограничение осуществляется с помощью щелей Соллера и горизонтальных щелей. Щели Соллера представляют собой систему параллельно расположенных пластинок длиной l , расположенных на малом по высоте расстоянии h одна над другой. Щели Соллера позволяют использовать всю высоту фокуса трубки, формируя пучок с вертикальной расходимостью $\alpha = h/l$.

Итак, условия фокусировки: фокус трубки, поверхность образца и щель счетчика должны лежать на одной окружности (фокусирующей) с радиусом $r = R/2 \sin \theta$, где R – радиус гониометра. Особенностью фокусировки по Бреггу-Брентано является то, что в отражающее положение (т. е. под углом θ) оказываются кристаллики поликристаллического образца, кристаллографические плоскости которых параллельны поверхности образца.

В рентгеноструктурных исследованиях желательно получать интерференционные линии с возможно максимальной шириной. Поскольку в дифрактометре фокусировка рентгеновских лучей происходит от фокуса трубки, размер щелей у трубки не играет существенной роли в суммарной ширине линии, если ширина щелей больше размера фокуса. Например, изменение ширины щелей у трубки от 0.25 до 2 мм приводит лишь к незначительному увеличению ширины линии. Сильное влияние на ширину линий оказывает ширина щели (в меньшей мере высота) у счетчика. При изменении щели у счетчика от 0.1 до 2 мм ширина линий может увеличиваться в несколько раз. Исходя из вышеизложенного, желательно на счетчике установить щели шириной 0.1 или 0.25 мм, на трубке – до 2 мм. Из-за большей облучаемой площади образца даже при столь малой ширине щели на счетчике в него попадает большое число импульсов, и линии имеют достаточную интенсивность. Если интенсивность линий мала, ширину щели на счетчике устанавливают равной 0.5 мм.

При получении общей рентгеновской дифракционной картины непрерывным методом можно счетчик импульсов перемещать с большой скоростью (2 °/мин или 4 °/мин). В случае регистрации по точкам (или с помощью компьютера) – с малым временем экспозиции в точке. Для уточнения некоторых слабых интерференций, а также для получения точных сведений об угловом положении линий следует вращать счетчик с меньшей угловой скоростью (0.5 °/мин или 1 °/мин). В случае регистрации с помощью компьютера время экспозиции в точке увеличивается.

2.3. Способы регистрации дифракционных максимумов

Регистрация дифракционных максимумов может осуществляться двумя способами (см. стр. 12):

1. запись на диаграммную ленту при непрерывном вращении образца и счетчика;
2. по точкам при последовательных дискретных поворотах образца и счетчика.

Определение угла дифракции. Измерения на дифрактометре позволяют получить профиль дифракционной линии (рефлекса) как функцию угла дифракции 2θ . В качестве параметра, характеризующего положение линий, могут быть приняты различные точки профиля. Наиболее часто используют:

- а) положение максимума θ_{max} ,
- б) положение центра тяжести дифракционной линии θ_c .

В практике рентгеноструктурного анализа при определении положения максимума считают, что дифракционная линия в своей верхней части симметрична. Предварительно под дифракционным рефлексом проводят линию фона, от которой ведут измерение. В пределах одного рефлекса линию фона можно

считать прямой. Затем строят сечения дифракционной линии параллельно линии фона. Построение начинают с сечений, лежащих на половине высоты рефлекса, и заканчивают на высоте $0.9I_{max}$. Из симметрии дифракционной линии следует, что ось рефлекса проходит через середины сечений: проводя плавную линию через середины сечений до пересечения с профилем дифракционной линии, получают максимум пика, как пересечение этой линии с профилем рефлекса (рис. 1.13).

Точные координаты центра тяжести (рис. 1.14) определяют из выражения:

$$2\theta_c = \frac{\int (2\theta)I(2\theta)d(2\theta)}{\int I(2\theta)d(2\theta)} \approx \frac{\sum_{i=1}^n 2\theta_i I_i(2\theta_i)}{\sum_{i=1}^n I_i(2\theta_i)}.$$

Суммирование (интегрирование) ведется от «начала» линии $2\theta_1$, до ее «конца» – $2\theta_2$. Нахождение центра тяжести связано с относительно большой трудоемкостью обработки экспериментальных данных. Поэтому данный метод используют лишь при необходимости получения максимальной прецизионности измерений.

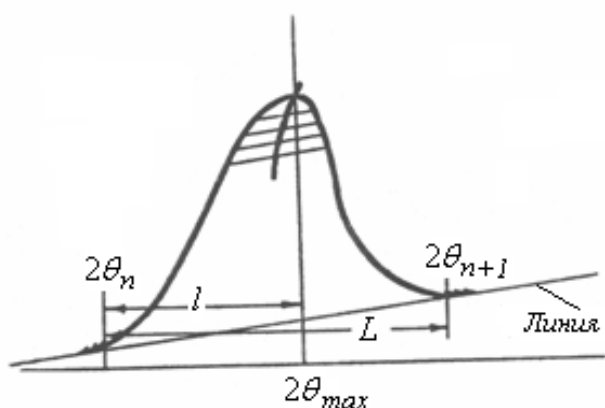


Рис. 1.13. Схема определения положения максимума дифракционной линии

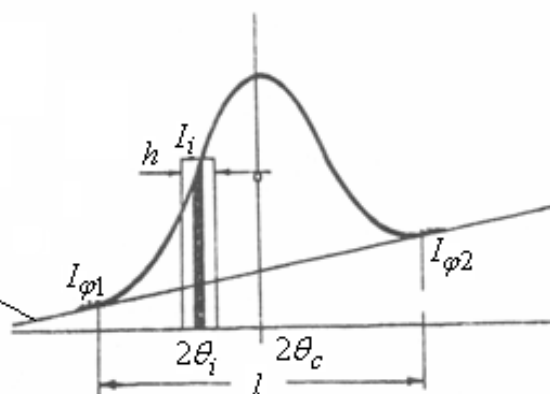


Рис. 1.14. Схема определения положения центра тяжести дифракционной линии

Типичный характер дифракционной картины представлен на рис. 1.14. Угол дифракции определяется по формуле $\theta = \frac{1}{2}[2\theta_{изм} \pm 2\theta_0]$, где $2\theta_0$ – положение нуля счетчика на отсчетном лимбе, определенное во время юстировки прибора.

Для определения угла дифракции достаточно записать не полную дифрактограмму, а лишь участки, содержащие дифракционные линии. Но неполная запись обязательно должна содержать справа и слева от линии отметки угла.

При определении интенсивности на дифрактометре измеряется либо ин-

тенсивность в максимуме, либо интегральная интенсивность. В обоих случаях величина, выражающая интенсивность, представляется либо в виде квантов, либо в долях интенсивности линии, принимаемой за единицу. Измерение интенсивности предполагают, что известны «начало» и «конец» рефлекса, которые позволяют определить линию фона.

Интенсивность в максимуме I_{\max} – это высота линии, отсчитываемой от уровня фона. *Интегральную интенсивность* наиболее просто определить, непосредственно посчитав площадь под линией.

Статистическая погрешность измерения интенсивности. Распределение рентгеновских квантов, испускаемых источником, во времени описывается распределением Пуассона. В этом случае интенсивность в какой-то точке в серии n измерений будет оцениваться как средняя величина N , определяемая со среднеквадратичным отклонением $\sigma = \pm \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_i^n (N - N_i)^2}$. Если измерение однократное, то возможное среднеквадратичное отклонение от его истинного значения составляет $\sigma = \sqrt{N}$, а относительная погрешность измерения $\varepsilon = \frac{1}{\sqrt{N}}$.

2.4. Порядок включения дифрактометра ДРОН-3

1. Проверить правильность исходного положения (выключатель сети должен находиться в положении «выключено»; ручки регулировки высокого напряжения и тока трубки должны быть установлены в крайнем левом (нулевом) положении).

2. Включить воду. Во избежание прорыва шлангов нельзя открывать воду слишком сильно.

3. Нажатием клавиши «сеть вкл.», подать на прибор сетевое напряжение.

4. Дождаться загорания лампочки «пуск» и нажать клавишу «высокое вкл.». При этом стрелка вольтметра будет показывать значение около 10-15 кВ.

5. Ручкой грубой регулировки напряжения установить нужное напряжение. При необходимости оно корректируется ручкой плавной регулировки. Напряжение следует устанавливать постепенно, с перерывами после каждого переключения.

6. Ручкой грубой регулировки тока («ток трубки I») установить по миллиамперметру необходимое значение тока трубки. Более точно ток устанавливается ручкой плавной регулировки.

В случае использования второй трубки напряжение на ней устанавливается одновременно с первой, а величина тока – ручкой «ток трубки II».

По окончании работы на аппарате необходимо следующее:

1. Поставить ручки регулировки тока трубок в крайнее левое положение.
2. Постепенно, переключением положения ручки грубой регулировки напряжения, уменьшить напряжение до минимального значения.
3. Нажатием клавиши «высокое выкл.» выключить высокое напряжение, стрелка прибора должна установиться на 0.
4. Выключить сетевое напряжение нажатием клавиши «сеть выкл.».
5. Закрывать воду.

ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ

1. Ознакомиться с описанием электронных рентгеновских трубок, назначением основных узлов. Освоить принятые обозначения разных видов трубок.
2. Изучить принципиальную схему дифрактометра и назначение основных его частей. Изучить расположение приборов на оперативном столе аппарата и их назначение.
3. Изучить принцип фокусировки по Бреггу-Брентано, как отсчитываются углы поворота детектора, как закрепляется в держателе исследуемый образец.
4. Освоить методы определения положения и интенсивности дифракционных максимумов.
5. Освоить порядок включения и выключения дифрактометра для съемки рентгенограмм.

Отчет по лабораторной работе должен содержать:

- 1) Схему и краткое описание работы рентгеновской трубки, рентгеновского аппарата;
- 2) Блок-схему фокусировки Брэгга-Брентано и рентгенооптическую схему дифрактометра с пояснениями;
- 3) Описание методов определения положения и интенсивности дифракционных максимумов;
- 4) Вывод.

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. Классификация рентгеновских трубок для структурного анализа и их стандартные обозначения.
2. Из какого материала изготавливают катод и анод трубок для структурного анализа? С какой целью используют разные зеркала анода?
3. Что понимают под мощностью трубки и чем она лимитируется?
4. Что такое фокус трубки, как определить его размеры, области применения острофокусных трубок и требования к ним?
5. Основные электрические характеристики трубок и их роль.
6. Каково назначение рентгеновских аппаратов для рентгеноструктурного анализа и их типы?
7. Назовите и опишите основные узлы аппарата для съемки фотометодом.
8. Назовите и опишите основные узлы аппарата для дифрактометров.
9. В чем состоят принципиальные различия в регистрации рентгенограмм и дифрактограмм?
10. Перечислите основные преимущества и недостатки регистрации дифракционной картины с помощью дифрактометров общего назначения.
11. В чем состоит фокусировка по Бреггу-Брентано?
12. Каким образом определяют положение и интенсивность дифракционных максимумов?
13. Как выбрать оптимальную геометрию съемки дифрактограммы при фиксированной светосиле прибора?

ПОДГОТОВКА ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ОБРАЗЦОВ ДЛЯ РЕНТГЕНОДИФРАКЦИОННЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ

Лабораторная работа № 2

Цель работы: освоить технику приготовления образцов.

Для получения достаточно хороших рентгенограмм необходимо тщательно готовить образцы для съемки. Самым распространенным методом съемки является метод порошка.

На практике часто применяют поликристаллический материал или спрессованный порошок. Идеальный образец для порошковой рентгенографии должен состоять из очень большого количества мелких частиц с беспорядочным распределением кристаллитов для того, чтобы любые вероятности ориентации всех брэгговских плоскостей были одинаковы в любом направлении пространства.

В практике рентгеновской дифракции используют образцы двух видов: столбик (капилляр) и шлифы (плоские образцы).

Образцы типа столбик нашли применение в фотометоде и в геометрии Дебая-Шеррера. Образцы типа шлиф применяются в дифрактометрических методах (геометрия Брегга-Брентано, геометрия Зеемана-Болина), а также в фотометоде.

При приготовлении образца (пробоподготовка) предъявляются определенные требования к поверхности образца и размеру частиц.

Поверхность пробы должна быть ровной, по возможности плоской (для плоских образцов). Высокое качество поверхности образца особенно критично для проб с высоким коэффициентом поглощения, в которых преобладающий вклад в дифрактограмму вносит верхний слой пробы ($\sim 10 - 50$ мкм).

Оптимальный размер частиц – менее $2/\mu$, где μ – линейный коэффициент поглощения для данной фазы. При доведении проб до указанной степени дисперсности практически нивелируются эффекты микроабсорбции. При взаимодействии рентгеновского излучения с поликристаллическим многофазным образцом протекает целый ряд процессов, среди которых можно выделить два основных – поглощение рентгеновского пучка в образце и его дифракция на упорядоченных участках вещества. При $\mu D < 1$ погрешности будут незначительными (D – размер частиц).

Образцы типа столбик

Образцы типа столбик должны иметь диаметр до 1 мм и длину $5 \div 10$ мм.

Поликристаллические образцы-столбики могут быть изготовлены из проволоки диаметром $0.2 \div 1.0$ мм. Проволоки больших размеров утоняются с помощью обточки на токарном станке или, в случае массивного материала, – выпиливанием вручную. Если в проволочном образце имеется текстура, не являющаяся целью исследования и мешающая его проведению, то ее можно попытаться устранить отжигом.

После обработки поверхностный слой образца следует стравить, т. к. дифракционные линии на рентгенограммах сильно деформированных металлов получаются размытыми.

При грубых видах обработки (обточка, обдирка, сверловка) относительно мягких материалов непосредственные исследования поверхностного слоя становятся невозможными. Толщина деформированного слоя составляет $0.2 \div 0.3$ мм, поэтому для его удаления также требуется глубокое химическое травление с последующей электрополировкой.

При съемке фотометодом образцов, имеющих крупнокристаллическую структуру (размер кристаллитов более $20 \div 40$ мкм), получаются кольца, состоящие из отдельных точек-рефлексов, что мешает точно промерить рентгенограмму. Если размеры кристаллитов не превышают $100 \div 500$ мкм, можно избавиться от пунктирности линий, вращая объект вокруг его оси. При этом в создании дифракционной картины участвует большее число кристаллитов. Т.о., вращая образец, увеличивается число плоскостей, участвующих в отражении.

Образцы в форме столбиков из порошка готовят измельчением материала в порошок и последующим прессованием в капилляр или наклеиванием на стеклянную нить.

Если порошок состоит из крупных кристаллитов, то он может быть легко раздроблен в агатовой ступке. Металлы и сплавы обычно из-за высокой вязкости такой обработке не поддаются, но из них можно получить порошок с помощью тонкого напильника. Деформации, возникающие при такой обработке, должны быть устранены отжигом в вакууме.

Полученный порошок следует просеять через сито. Наиболее четкие и качественные рентгенограммы получаются, если применять сито от 100 до 350 меш¹.

¹ Это соответствует ситам с квадратными отверстиями со стороной квадрата, равной соответственно от 150 до 42 мкм. Если образец содержит хрупкие и вязкие фазы одновременно, то просев может привести к обогащению просеянной фракции хрупкой составляющей. В этом случае целесообразно снимать образцы из непросеянного порошка.

Для изготовления столбика из порошка существует несколько способов:

1) порошок продавливают сквозь капилляр, диаметром 0.5 мм и при этом спрессовывают; в случае надобности отверстие капилляра, через которое выдавливается столбик, смачивается коллодием, цапонлаком, канадским бальзамом или другими склеивающими веществами;

2) порошок приклеивают к очень тонкой стеклянной нити теми же веществами, для чего отрезок нити длиной 5-10 см погружают на 0.5-1.0 см в цапонлак, затем – в порошок и осторожно обкатывают на кальке; свободный от порошка конец нити обламывают перед установкой;

3) порошок высыпают в жидкий коллодий или цапонлак и скатывают столбик из получившейся при этом тестообразной массы между двумя стеклянными пластинками (целесообразно для гигроскопичных материалов);

4) порошком набивают коллодиевый мешочек или тонкостенную стеклянную трубочку (не толще 0.1 мм).

Особенно удобны для хранения и для замеров, требуемых для внесения поправок, образцы, спрессованные через капилляр. В процессе съемки клеящее вещество само рассеивает рентгеновские лучи и дополнительно вуалирует пленку. Особенно велика вуаль в случае применения четвертого способа. В этом случае эффектом от наружного мешочка или трубочки можно пренебречь при съемке относительно тяжелых элементов ($Z > 20$).

Связывающие вещества должны быть рентгеноаморфными и не давать сильного фона. Фон на рентгенограмме оказывается тем плотнее, чем больше связующего клея.

Образцы типа шлиф (плоские образцы)

Плоские шлифы изготавливают из исследуемого поликристаллического материала обычными механическими способами и перед съемкой их также подвергают электролитическому травлению для снятия деформированного слоя. К примеру, это может быть срез (аншлиф) массивного поликристаллического агрегата, например металла. При съемке на просвет образцы должны электролитически утоняться до тонкой фольги (толщина $t < 1/\mu$). Для получения сплошных линий от крупнокристаллических образцов следует пробу вращать.

Монолитные образцы после тщательной полировки, наклеивают на пластилин/воск в кюветы или стандартные кольца-держатели. Необходимо следить, чтобы пучок рентгеновских лучей не попадал на пластилин, который дает собственную дифракционную картину, особенно интенсивную в области малых углов.

Если исследуемое вещество представлено в виде порошка, то из него формируют плоский образец типа шлиф. Обычно порошок тем или иным способом наносят на плоскость держателя, либо делают таблетку, спрессованную из порошка. Оптимальный размер частиц в порошке ~ 10 мкм.

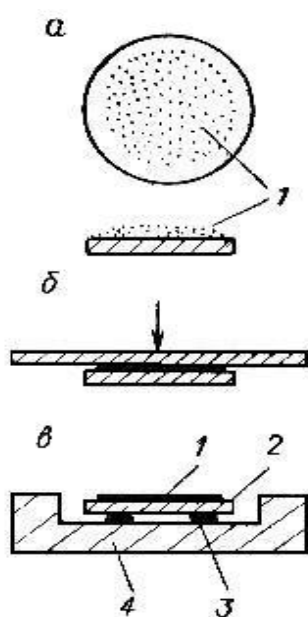


Рис. 2.1. Приготовление порошкового образца для фазового анализа на дифрактометре: 1 – порошок образца, 2 – стеклянный кружок, 3 – пластилин, 4 – кюветы

Стеклянный кружок диаметром ~ 25 мм смазывают пленкой вазелина. Сверху равномерным слоем наносят порошок образца (≤ 100 мг) или его смеси со стандартом-эталоном (рис. 2.1а). На порошок накладывают стеклянную пластину и, слегка ее покачивая и постепенно увеличивая давление, разравнивают порошок и прессуют его (рис. 2.1б). Полученный образец крепят в стеклянной кювете на пластилине и придавливают сверху стеклянной пластиной, для того чтобы поверхность образца оказалась параллельной каемке кюветы (рис. 2.1в). Кювету привинчивают к держателю, в результате чего на отъюстированном гониометре поверхность образца совмещается

с плоскостью фокусировки.

Другой способ подготовки пробы: в стеклянную лунку диаметром 20 и глубиной 1-2 мм набивают и припрессовывают тщательно растертый порошок исследуемого вещества (рис. 2.2а). Указанные размеры лунки позволяют избежать потерь первичного пучка по площади (рис. 2.3а) и глубине (рис. 2.3б) образца.

Для контроля над потерями пучка можно использовать металлическую лунку, которая при съемке дает свою дифракционную картину в том случае, если пучок выходит за пределы пробы. Если используют стеклянную лунку, то контроль над пучком осуществляют люминесцирующим экраном, а для контроля по глубине образца проводят пробную съемку, поместив на дно лунки (под образец) металлическую фольгу. Фольга даст дифракционную картину, если первичный пучок, пройдя сквозь образец, будет еще обладать достаточной для этого энергией. В таком случае следует увеличить толщину образца.

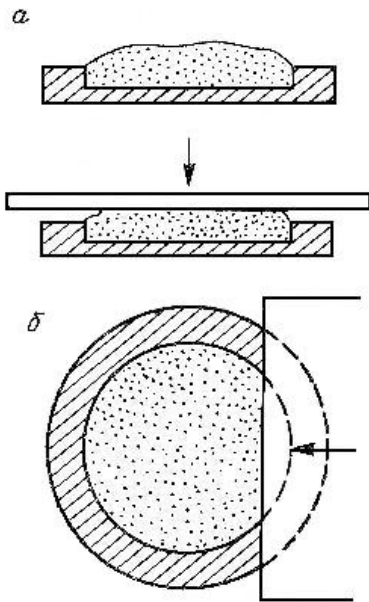


Рис. 2.2. Приготовление порошкового образца для измерения интенсивности максимумов на дифрактометре без разбавителя (а) и с вазелином (б)

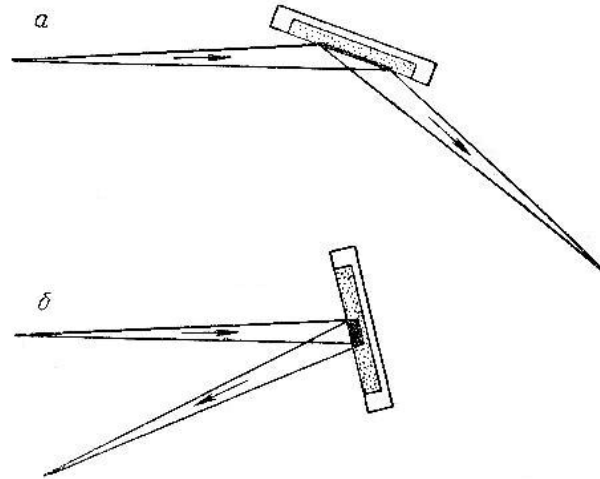


Рис. 2.3 Съемка плоской пробы по схеме Брега-Брентано

Для связывания сыпучих образцов можно использовать спирт или технический вазелин. В этом случае замешивают «кашицу» из порошка и связывающего вещества (обычно используют вазелин). Полученную смесь аккуратно впрессовывают в стеклянную лунку пластиной, так чтобы поверхность образца оказалась параллельной каемке лунки (рис. 2.2б).

На рис. 2.4 показаны примеры хорошо и плохо подготовленных для исследования образцов.



Рис. 2.4. Хорошо и плохо подготовленные пробы

Если исследуемые кристаллиты правильной формы, то за счет прессования в образце может возникнуть текстура по плоскостям спайности или граням кристаллитов. Текстура не является помехой при измерении положения пиков. Лишь в случае кристалликов с весьма совершенной спайностью текстурирование может оказаться настолько сильным, что с рентгенограммы исчезают практически все рефлексы, кроме отвечающих плоскостям спайности. При этом интенсивность последних возрастает, и появляются их более высокие порядки отражения, которые можно использовать для более точного измерения межплоскостного расстояния.

Для устранения текстуры образец готовят с разбавителем. Разбавитель должен быть рентгеноаморфным и упругим (древесные опилки и др.) или вязким (вазелин и др.). Для соединений с весьма совершенной спайностью (слюда, глинистые минералы) можно использовать более эффективную методику распыления материала с разбавителем. В любом случае предварительно записывают рентгенограмму чистого разбавителя, чтобы познакомиться с его дифракционной картиной и убедиться в отсутствии в нем кристаллической фазы.

Приемлемой разориентацией частиц обладает образец с вазелином. Образец и вазелин тщательно перемешивают в лунке до состояния густого «теста», избыток которого срезают в одно касание ребром пластины (рис. 2.2б). Не следует приглаживать поверхность образца, так как это приводит к текстурированию. В случае неудачного среза «тесто» снова перемешивают и операцию повторяют.

Разбавитель несколько ухудшает геометрию образца и увеличивает интенсивность фона, что приводит к завышению статистической ошибки счета, особенно для слабых пиков. Поэтому следует стремиться использовать образец без разбавителя, убедившись предварительно, что он не текстурирован. Такой образец получают обычно из пудры химически приготовленного вещества или хорошо растертых кристаллов, обладающих несовершенной спайностью.

Полезно предварительно измерить в образцах без разбавителя и с вазелином интенсивность десятка сильных рефлексов, включая рефлексы от предполагаемых плоскостей спайности и граней роста кристаллов. Образец без разбавителя можно считать нетекстурированным и пригодным для дальнейшей работы, если от него получены те же относительные интенсивности рефлексов, что и от образца с вазелином.

При подготовке образца для съемки на просвет его утоняют сначала механически, потом химически до достижения оптимальной толщины. Если исследуемое вещество является порошком, то наносится тонкий слой исследуемого вещества смешанного со связующим (вазелин, цапонлак) на пленку. Образец

должен быть сплошным. Иначе часть рентгеновского излучения будет проходить мимо, что приведет к потере интенсивности. Толщина образца должна быть такой, чтобы вторичный пучок из него мог выходить. Если слишком тонкий образец, то очень мало вещества участвует в отражении, как результат – низкая интенсивность. Если слишком толстый образец, то рентгеновское излучение в нем поглощается.

ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ

1. Ознакомиться с видами образцов, используемых в рентгенографии.
2. Освоить технику приготовления образцов.
3. Приготовить образец из предложенного вещества.

Отчет по лабораторной работе должен содержать:

- 1) Краткое описание видов образцов, используемых в рентгенографии;
- 2) Описание методов подготовки образцов.

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. Какие типы образцов используются при проведении исследования поликристаллических материалов?
2. Какие требования предъявляются к образцам для порошковой дифракции?
3. Назовите способы приготовления образцов типа столбика из порошка.
4. Назовите способы приготовления образцов типа шлиф.
5. Что необходимо предпринять, чтобы не возникла текстура при приготовлении образцов?
6. Нужно ли проводить дополнительно электролитическое травление после механической обработки поверхности поликристаллических образцов?
7. Какие материалы используют в качестве связующих веществ при подготовке образцов? Обоснуйте данный выбор.
8. Требуется ли дополнительное измельчение крупнозернистых порошков? Поясните ответ.
9. Для чего необходимо выравнять рабочую поверхность образца?
10. Какие ограничения по размерам имеют образцы?

СПИСОК РЕКОМЕНДОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. Горелик, С.С. Рентгенографический электроннографический анализ / С.С. Горелик, Л.Н. Расторгуев, Ю.А. Скаков. – М.: МИСИС, 1994.
2. Уманский, Я.С. Рентгенография металлов и полупроводников / Я.С. Уманский. – М. Металлургия, 1969.
3. Русаков, А.А. Рентгенография металлов / А.А. Русаков. – М.: Атомиздат, 1977.
4. Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия. – М.: Металлургия, 1982.
5. Руководство по рентгеновскому исследованию минералов. / под ред. В.А. Франк-Каменецкого. – Л.: Недра, 1975.

Перечень ресурсов информационно-телекоммуникационной сети «Интернет»

1. <https://www.kommersant.ru/amp/5366725>
2. Грас Дж. Data Science. Наука о данных с нуля / Джоэл Грас; перевод с англ. – 2-е изд. – Санкт-Петербург: БХВ-Петербург, 2021. – 416 с. – URL: <https://bhv.ru/product/nauka-o-dannyh-s-nulya-per-s-angl-2-e-izd/>
3. Большие данные и синхротроны: как учёные ЮФУ разрабатывают новые материалы // 1Rnd: Сайт Ростова-на-Дону. – URL: <https://www.1rnd.ru/news/3130328/bolsie-dannye-i-sinhrotrony-kak-ucenye-ufu-razrabatyvaut-novye-materialy>
4. Шарафиев, И. ИИ помогает быстрее определить состав и свойства материалов // Хайтек. – URL: <https://hightech.fm/2021/04/20/ai-materials>.
5. Методы рентгеноструктурного анализа // forkettle.ru – URL: <https://forkettle.ru/vidioteka/estestvoznanie/fizika-dlya-chajnikov/41-optika/46-metody-rentgenostrukturnogo-analiza>
6. Рентгеноструктурный анализ – URL: https://moodle.kstu.ru/pluginfile.php/96309/mod_resource/content/1/%D0%A0%D0%B5%D0%BD%D1%82%D0%B3%D0%B5%D0%BD%D0%BE%D1%81%D1%82%D1%80%D1%83%D0%BA%D1%82%D1%83%D1%80%D0%BD%D1%8B%D0%B9%20%D0%B0%D0%BD%D0%B0%D0%BB%D0%B8%D0%B7%20%28%D0%AD%D0%9E%D0%A5_%D0%BC%D0%B0%D0%B3_1%29.pdf
7. https://intbio.org/bioinf2018-2019/2018-19_lecture14.pdf

ТЕХНИКА БЕЗОПАСНОСТИ

Сотрудники, студенты и аспиранты, работающие в лаборатории рентгеноструктурного анализа, должны знать и выполнять:

1. правила техники безопасности,
2. правила внутреннего распорядка лаборатории.

Правила техники безопасности и внутреннего распорядка составлены на основе «Типовой инструкции по охране труда для персонала рентгеновских отделений», которая разработана в соответствии с требованиями «Норм радиационной безопасности (НРБ-99/2009) СанПиН 2.6.1.2523-09», «Основных санитарных правил обеспечения радиационной безопасности (ОСПОРБ-99/2010) СП 2.6.1.2612-10», и «Гигиенических требований по обеспечению радиационной безопасности при обращении с источниками, генерирующими рентгеновское излучение при ускоряющем напряжении до 150 кВ» СанПин 2.6.1. 3289-15, утвержденных главным государственным санитарным врачом Российской Федерации постановлением от 20 июля 2015 года № 32.

Проверка знаний техники безопасности и медицинский осмотр проводятся не реже одного раза в год. Кроме того, дважды в год должен проводиться инструктаж по технике безопасности. Персонал лаборатории обязан при себе иметь индивидуальные контрольные дозиметры, ежемесячно сдаваемые на проверку.

Основными факторами опасности при использовании рентгеновских установок являются:

- 1. рентгеновское излучение,**
- 2. электрический ток.**

При выполнении работ, связанных с рентгеноструктурными исследованиями и использованием соответствующих аппаратов и трубок, существует опасность поражения работающих электрическим током и ионизирующим излучением. Все виды работ в условиях воздействия ионизирующих излучений на установках рентгеноструктурного анализа являются особо опасными.

Безопасные от действия излучения условия работы обеспечиваются:

защитными устройствами современной аппаратуры, необходимыми организационно-техническими мероприятиями, строгим выполнением работающими правил техники безопасности.

Действие ионизирующего излучения основано на следующих явлениях:

1. поглощение и рассеяние рентгеновских лучей,
2. образование фотоэлектронов, электронов отдачи и пар, ответственных за ионизацию и возбуждение атомов и молекул среды.

Величина, которую определяют по количеству ионных пар, рождающихся в ионизационной камере в единицу времени (что пропорционально интенсивности излучения) была названа *экспозиционной дозой* ионизирующего излучения. И единицей ее измерения стал *рентген* (Р). При экспозиционной дозе в 1 Р в одном кубическом сантиметре сухого воздуха образуется одна единица СГСЭ ($3.33 \cdot 10^{-10}$ Кл) заряда каждого из ионов, что соответствует $2.082 \cdot 10^9$ пар ионов. Кстати, если 1 мг радия в платиновой ампуле на расстоянии 1 см в течение часа создает экспозиционную дозу в 8.4 Р (обычно в таком случае говорят о мощности экспозиционной дозы 8.4 Р/ч). В системе СИ нет специальной единицы экспозиционной дозы и применяется единица кулон на килограмм. $1 \text{ Кл/кг} = 3875.97 \text{ Р}$. Однако в настоящее время данная единица используется крайне редко из-за отказа от самого понятия экспозиционной дозы. Причина этого отказа в том, что эта достаточно легко измеряемая величина малоприспособна для практического применения. Нас обычно интересует не то, сколько ионов образовалось в воздухе, а то действие, которое произвело облучение на вещество или живую ткань.

Рентгеновские лучи, поглощенные организмом человека, оказывают на него биологическое воздействие. Степень этого воздействия определяется:

1. длиной волны излучения,
2. количеством поглощенных фотонов.

Эти две величины определяют *поглощенную дозу* (ПД), под которой понимают дозу, измеряемую поглощенной энергией на единицу массы (Дж/кг). Единицей поглощенной дозы в СИ является *грей* (Гр), определяется для любого материала и применима ко всем видам излучений, не связана с биологическим воздействием излучения: $1 \text{ Гр} = 1 \text{ Дж/кг}$. Раньше применялась другая единица – рад. $1 \text{ рад} = 100 \text{ эрг/г} = 0.01 \text{ Гр}$. При экспозиционной дозе 1 Р поглощенная доза в воздухе равна 0.88 рад. В большинстве случаев эти 0.88 округляют до единицы, приравнивая рад к рентгену (хотя по сути это разные физические величины), а грей (и зиверт, о котором ниже) к 100 Р.

Для определения нормы радиации при ее воздействии на неживые объекты используются показатели поглощенной дозы (количество поглощенной энергии веществом).

Если биологические ткани облучать различными типами радиации, обла-

дающими одной и той же энергией, то последствия для организма будут отличаться. Иными словами, при поглощении одной нормы радиации последствия будут серьезно различаться при α - и γ -излучении. Поэтому, чтобы оценить воздействие ионизирующего излучения на живые организмы, не хватает понятий экспозиционной и поглощенной дозы, а используется эквивалентная доза.

Эквивалентная доза – это поглощенная доза облучения, которая учитывает особенности действия любого вида ионизирующего излучения на биологическую ткань (или орган) человека. Это доза радиации, поглощенная живым организмом, помноженная на *коэффициент качества k* или *взвешивающие коэффициенты излучения*, который учитывает уровень опасности разных типов радиации. Единицей измерения эквивалентной дозы в СИ является Зиверт (Зв). Старой единицей эквивалентной дозы является биологический эквивалент рентгена/рада или бэр, по-английски REM (порой в переводной литературе и у рентгенологов можно встретить единицу «рэм» – это тот же бэр). $1 \text{ Зв} = 100 \text{ бэр}$. Чтобы перевести поглощенную дозу в эквивалентную, нужно поглощенную дозу умножить на коэффициент качества. Этот коэффициент для фотонов, электронов и мюонов равен единице, для α -частиц принят равным 20, для протонов по разным данным – от 2 до 5, а для нейтронов сильно зависит от энергии, достигая 20 в интервале энергий от 100 кэВ до 2 МэВ. Использовать само понятие эквивалентной дозы можно только для целей радиационной безопасности человека и в отношении низких доз облучения (не более пяти годовых ПДД для профессионалов). При более высоких дозах следует применять понятие поглощенной дозы.

Помимо эквивалентной, рассматривают еще и *эффективную дозу*. Она учитывает не только разную степень вредности излучения, но и разную степень вредности облучения той или иной части тела или органа при облучении не всего тела, а его части. Каждой ткани и органу приписывают *взвешивающие коэффициенты органа или ткани* таким образом, чтобы сумма равнялась единице. Эффективная доза – это величина ионизирующего излучения, используемая как мера риска возникновения отдаленных последствий облучения всего тела человека и отдельных его органов с учетом возникновения в них отдаленных неблагоприятных эффектов излучения. При равномерном облучении всего тела эффективная доза равна эквивалентной. Измеряется она в тех же единицах, что эквивалентная доза.

Кроме того, вредное воздействие на органы человека оказывают оксиды азота и озон, образующиеся при работе высоковольтных устройств.

Степень радиационной опасности определяется:

- 1) экспозиционной мощностью дозы,
- 2) энергией излучений,
- 3) характером облучения работающих (местное, общее).

Рентгеновское излучение особенно опасно тем, что в момент воздействия не вызывает никаких ощущений. Вредные последствия излучения проявляются при облучении большими дозами через несколько часов/несколько недель, а при хроническом переоблучении сверх установленных норм через несколько недель/несколько лет. Российские и международные стандарты предусматривают определенные нормы радиации. Считается, что при воздействии на организм человека они не смогут нанести вреда. Норма радиации в микрорентген в час – 50 (0.5 микрозиверт в час).

При этом также отмечается, что не более 0.2 мкЗв в час (20 микрорентген в час) – это максимально безопасный уровень облучения человеческого организма при условии, что радиационный фон входит в диапазон нормальных показателей, поэтому норму радиации даже в этом случае можно назвать условной. При воздействии в течение нескольких часов считается безопасным излучение на уровне не более 10 микрозиверт в час (1 миллирентген). Кратковременно допускается облучение в несколько миллизивертов в час (например, во время рентгена или флюорографии).

Организационно-технические мероприятия по обеспечению безопасности включают:

- 1) правильное размещение и установку аппаратов;
- 2) специальное обучение;
- 3) периодический дозиметрический контроль;
- 4) определение с помощью дозиметров безопасных зон и зон повышенной опасности возле аппарата;
- 5) размещение дополнительных устройств для защиты работающих от облучения в соответствии с конструкцией аппаратуры и особенностями установки образцов для данной конкретной задачи;
- 6) составление рабочих инструкций, правил техники безопасности;
- 7) периодическое проведение профосмотра;
- 8) проведение мероприятий по ликвидации аварийной обстановки.

Большая осторожность должна соблюдаться:

1. при настройке аппарата, связанной с установкой образца,
2. при фокусировке излучения.

Современные рентгеновские трубки для структурного анализа дают весьма высокую интенсивность излучения. У окон трубки она может достигать 10^5 Р/мин и больше. Если данное окно не используется, оно должно быть обязательно закрыто специальной задвижкой, установленной на кожухе трубки.

Объект исследования облучают узким пучком излучения, вырезаемым коллимационным устройством и направленным на объект. При этом должны быть приняты меры, чтобы в процессе установки камеры (гониометра) возле трубки было с помощью специальных защитных устройств отсечено вредное рассеянное излучение. Непосредственно при установке камеры и образца под пучком флюоресцирующий экран на выходе лучей из камеры должен быть закрыт свинцовым стеклом. Особое внимание должно быть обращено на то, чтобы при этом глаз работающего не попал под прямой рентгеновский пучок.

Следует всегда помнить, что лучшая защита от рентгеновского излучения – защита временем и расстоянием.

Потенциальным источником опасности является поражение работающих электрическим током. Кроме радиационной опасности рентгеновские аппараты представляют опасность поражения электрическим током, которая грозит как от низковольтной части аппарата (127 – 220 В), так и особенно от высоковольтных цепей.

Защита от поражения электрическим током обеспечивается защитным ограждением и системой блокировки. Работа на аппаратах с отключенными или снятыми защитными устройствами строго запрещена. Необходимо учитывать, что блокировочные устройства (дверцы и др.) разрывают только цепь высоковольтного питания и разряжают емкости в высоковольтной схеме, но при этом обычно не обесточиваются цепи низкого напряжения (220 - 380 В).

Необходимо соблюдать следующие правила:

1. надежно заземлить все установки;
2. для исключения случайных прикосновений следует тщательно закрыть и изолировать токоведущие части аппаратуры;
3. с помощью специальных блокировок исключить доступ к высоковольтным цепям при включенном высоком напряжении;
4. категорически запрещается снимать оградительные стенки и щитки пультов управления и оперативных столов при работающей установке;
5. не допускается наличие незаземленных металлических предметов и воды на полу;
6. нельзя устанавливать камеру влажными руками;
7. при работе рентгеновской трубки запрещается подходить ближе чем на

0.5 м к деталям, находящимся под высоким напряжением.

8. устранение неисправностей и замена деталей должны производиться в обесточенном состоянии;

9. работы по ремонту, замене деталей и регулировке электрических цепей выполняются квалифицированным персоналом, имеющим удостоверение на право работы с высоковольтными установками, при наличии в помещении не менее двух человек;

10. категорически запрещается применение самодельных приспособлений.

При поражении электрическим током пострадавшему необходимо оказать помощь:

1. немедленно отключить установку;

2. освободить пострадавшего от токоведущих частей установки;

3. если быстро отключить установку нельзя, следует отделить пострадавшего от токоведущих частей, пользуясь при этом сухой палкой, веревкой, одеждой или другими сухими изоляторами;

4. немедленно вызвать врача, до прихода его делать пострадавшему искусственное дыхание и массаж сердца.

Правила внутреннего распорядка лаборатории

Помещение лаборатории рентгеноструктурного анализа может использоваться только для выполнения рентгеноструктурных исследований.

1. персоналу лаборатории категорически запрещено покидать лабораторию при включенных аппаратах;

2. ключи от рентгеновской лаборатории выдаются только персоналу лаборатории;

3. посторонние лица могут находиться в помещениях с рентгеновскими установками только в присутствии сотрудников лаборатории;

4. выполнение работ, не связанных с эксплуатацией установок, в помещении лаборатории не допускается;

5. аппаратура должна содержаться в чистоте и в исправном состоянии;

6. все запасные и сменные принадлежности должны находиться в определенных местах и строго соответствовать данному аппарату;

7. по окончании работы персонал обязан проверить выключение воды, вентиляции и полностью обесточить помещение лаборатории;

8. для учета работы на аппаратах ведут журнал, куда заносят все данные каждой съемки;

9. в лаборатории должны быть в наличии аптечка, огнетушитель и инструкция по технике безопасности;

10. о возможных перебоях в снабжении водой и электроэнергией администрация обязана предупредить персонал лаборатории заранее.

Общие требования безопасности для студентов

1. Студенты, проходящие практические и лабораторные занятия в лаборатории, прежде чем приступить к работе, обязаны пройти инструктаж по технике безопасности у преподавателя, ведущего занятия. После проведения инструктажа в журнале инструктажа делается запись с подписями студентов.

2. Выполнение работ допускается только согласно методическим указаниям по работе на установке.

3. Студенты, выполняющие курсовые и дипломные работы в лаборатории, должны пройти инструктаж у своего руководителя с отметкой и росписью в журнале инструктажа или контрольном листе. После сдачи допуска по теоретической части работы студент сдает допуск преподавателю по готовности к работе с приборами непосредственно на рабочем месте.

4. Студентам строго запрещается:

- включать приборы без разрешения и в отсутствие преподавателя (сотрудника лаборатории);
- оставлять без надзора включенную аппаратуру;
- вскрывать кожухи приборов и производить ремонт аппаратуры;
- включать приборы на других местах.

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. На каких явлениях основано действие ионизирующего излучения?
2. В чем заключается биологическое воздействие рентгеновских лучей?
3. Чем определяется степень биологического воздействия?
4. Определите понятие поглощаемая доза.
5. Что является единицей поглощенной энергии?
6. Чем опасно рентгеновское излучение?
7. В каких единицах измеряется доза рентгеновского излучения?
8. Что такое предельно допустимая доза?

Учебное издание

Закирова Раушания Мазитовна
Орлова Надежда Александровна
Сабанова Любовь Александровна

**Методы рентгенодифракционного
исследования поликристаллов**

Учебно-методическое пособие

Компьютерная верстка Ю.Н. Небрачных

Подписано в печать 11.11.2022 . Формат 60x84 1/16.
Усл. печ. л. 5,23 . Уч. изд. л. 3,61
Тираж 30 экз. Заказ № 1945.

Издательский центр «Удмуртский университет»
426034, Ижевск, Ломоносова, 4Б, каб. 021
Тел.: + 7 (3412) 916-364, E-mail: editorial@udsu.ru

Типография Издательского центра «Удмуртский университет»
426034, Ижевск, ул. Университетская, 1, корп. 2.
Тел. 68-57-18