

Рентгенографический анализ

- Рентгенофазовый качественный и количественный анализ минералогического состава материалов
- Рентгеноструктурный определение формы, размера и типа элементарной ячейки, симметрии кристалла, координат атомов в пространстве, степени совершенства кристаллов и наличия в них дефектов, тип твердых растворов и т.п.
- Дефектоскопия выявление внутренних микродефектов в изделиях

Схема рентгеновской трубки



Дифракция рентгеновских лучей











Отражения первого, второго и третьего порядков

Рентгеноструктурный анализ

Схема прибора, работающего по методу Лауэ

- 1 полихроматическое излучение;
- 2-коллиматор;
- 3 монокристал-
- лический образец;
- 4 рассеянный луч;
- 5 фотопленка



Лауэграмма монокристалла Be₃Al₂[Si₆O₁₈]



Лауэграмма монокристалла NaCI



Съемка методом порошка (метод Дебая-Шеррера) и

вид рентгенограммы (дебаеграммы)



Схема съемки рентгенограммы по методу Дебая -Шеррера



 рентгеновская трубка; 2 — пучок монохроматического рентгеновского излучения; 3 — диафрагма (щель);
 4 — кристалл; 5 — фотоплёнка; 6 — рентгенограмма; О след, оставляемый лучами, проходящими кристалл насквозь. Дебаеграммы алюминия (а и б), полученные соответственно на К_α- и К_βизлучении меди.



Дебаеграмма форстерита





1 – анод; 2 – вольфрамовая нить; 3 – окно из Ni фольги; 4 – рентгеновский луч

Отражение рентгеновских лучей от атомных плоскостей кристалла: Θ – угол скольжения (брегговский угол); α – угол падения; d₁, d₂ – межплоскостные расстояния



Отраженные лучи распространяются в единой фазе (интенсивность возрастает), если соблюдается уравнение Вульфа – Брегга

 $n \cdot \lambda = 2d \sin\theta$,

где *п* – порядок отражения;

λ – длина волны рентгеновского луча;

d – расстояние между атомными плоскостями кристалла;

θ – угол скольжения пучка лучей.



Принципиальная схема дифрактометра ДРОН-3: 1 – генераторное устройство; 2 – рентгеновская трубка; 3 – диафрагма; 4 – образец; 5 – гониометр;



Схема съемки рентгенограмм при Θ–Θ гониометре

Рентгенофазовый анализ (РФА)



РФА выполняется на дифрактометрах ДРОН-3, ДРОН-4 (СССР), дифрак-тометре фирмы Bruker AXS марки D8 ADVANCE (Германия) и др.

Качественный фазовый анализ

Карточка из картотеки ASTM

α-SiO ₂	d (A)		h	k	
Silicon Ox de	4.2600	80	2	0	0
	3.7500	30	1	1	0
Quartz	3.3500	100	1	0	1
	2.460	60	1	1	0
	2.2800	60	0	1	2
	2.2400	50	1	2	0
	2.1300	40	2	0	1
	1.5400	70	2	1	1
	1.3700	80	1	0	4
	1.2600	40	2	2	0

Рентгенограмма кварца



Рентгенограмма галита

KCI gal



 McCl gal - File: KCl gal.raw - Type: 2Th/Th locked - Start: 5.000 ° - End: 80.000 ° - Step: 0.050 ° - Step time: 2. s - Temp.: 25 °C (Room) - Time Started: 9 s - 2-Theta: 5.000 ° - Theta: 2.500 ° - Chi: 0.00 ° - Phi: 0.00 °

 00-041-1476 (*) - Sylvite, syn - KCl - Y: 50.00 % - d x by: 1. - WL: 1.5406 - Cubic - a 6.29170 - b 6.29170 - c 6.29170 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 90.000 - Face-centered - Fm-3m (225) - 4 - 249.060 - F15=

Рентгенограмма гипса



MF1 - File: F1.raw - Type: 2Th/Th locked - Start: 5.000 ° - End: 80.000 ° - Step: 0.050 ° - Step time: 2. s - Temp.: 25 °C (Room) - Time Started: 10 s - 2-Theta: 5.000 ° - Theta: 2.500 ° - Chi: 0.0
0.00-014-0453 (D) - Bassanite, syn - beta-CaSO4:0.5H2O - Y: 70.00 % - d x by: 1. - WL: 1.5406 - Hexagonal - a 6.93100 - b 6.93100 - c 6.34400 - alpha 90.000 - beta 90.000 - gamma 120.000
0-033-0311 (*) - Gypsum, syn - CaSO4:2H2O - Y: 35.00 % - d x by: 1. - WL: 1.5406 - Monoclinic - a 6.28450 - b 15.20790 - c 5.67760 - alpha 90.000 - beta 114.090 - gamma 90.000 - Bassanite, syn - CaSO4:2H2O - Y: 35.00 % - d x by: 1. - WL: 1.5406 - Monoclinic - a 6.28450 - b 15.20790 - c 5.67760 - alpha 90.000 - beta 114.090 - gamma 90.000 - Bassanite, syn - CaSO4:2H2O - Y: 35.00 % - d x by: 1. - WL: 1.5406 - Monoclinic - a 6.28450 - b 15.20790 - c 5.67760 - alpha 90.000 - beta 114.090 - gamma 90.000 - Bassanite, syn - CaSO4:2H2O - Y: 35.00 % - d x by: 1. - WL: 1.5406 - Monoclinic - a 6.28450 - b 15.20790 - c 5.67760 - alpha 90.000 - beta 114.090 - gamma 90.000 - Bassanite, syn - CaSO4:2H2O - Y: 35.00 % - d x by: 1. - WL: 1.5406 - Monoclinic - a 6.28450 - b 15.20790 - c 5.67760 - alpha 90.000 - beta 114.090 - gamma 90.000 - Bassanite, syn - CaSO4:2H2O - Y: 35.00 % - d x by: 1. - WL: 1.5406 - Monoclinic - a 6.28450 - b 15.20790 - c 5.67760 - alpha 90.000 - beta 114.090 - gamma 90.000 - Bassanite, syn - CaSO4:2H2O - Y: 35.00 % - d x by: 1. - WL: 1.5406 - Monoclinic - a 6.28450 - b 15.20790 - c 5.67760 - alpha 90.000 - beta 114.090 - gamma 90.000 - Bassanite, syn - CaSO4:2H2O - Y: 35.00 % - d x by: 1. - WL: 1.5406 - Monoclinic - a 6.28450 - b 15.20790 - c 5.67760 - alpha 90.000 - beta 114.090 - gamma 90.000 - Bassanite, syn - CaSO4:2H2O - Y: 35.00 % - d x by: 1. - WL: 1.5406 - Monoclinic - a 6.28450 - b 15.20790 - c 5.67760 - alpha 90.000 - beta 114.090 - gamma 90.000 - Bassanite, syn - CaSO4:2H2O - Y: 35.00 % - d x by: 1. - WL: 1.5406 - Monoclinic - a 6.28450 - b 15.20790 - c 5.67760 - alpha 90.000 - beta 114.090 - gamm

Высокотемпературная рентгенография Рентгенограммы синтетического лейцита при нагревании

Рентгенограммы сняты на дифрактометре D8 Advance фирмы "Bruker" с установленной на гониометре высокотемпературной приставкой с СиКαизлучением.



Нейтронографический анализ

Схема установки для нейтронографического анализа

Источник нейтронов – атомный реактор. 1 – биологическая

защита;

2 – монохроматизирующий кристалл (медь, свинец);

3 – защитная камера;

- 4 счетчик;
- 5 образец (порошок);
- 6 счетчик нейтронов



Нейтронограмма



Исследования магнитной структуры кристалла MnO с помощью дифракции нейтронов



Угловая зависимость интенсивности дифрагировав шего пучка нейтронов при температурах 80 К и 293 К Вид упорядочения магнитных моментов на атомах марганца в элементарной ячейке кристалла MnO, определенный по результатам нейтронографии



Электронография



Электронограммы металлов Cu, Ag, Au. (распределение электронов Cu 2:8:18:1, Ag 2:8:12:16:8:1, Au 2:8:12:18:30:8:1)



Вид электронограммы при частичной ориентации кристалликов



Кикучиэлектронограмма, полученная методом «на отражение».

Исследование структуры сплава золота и марганца с помощью электронного микроскопа



Картина дифракции электронов на исследуемом образце Модель структуры сплава, полученная на основании проведенных исследований