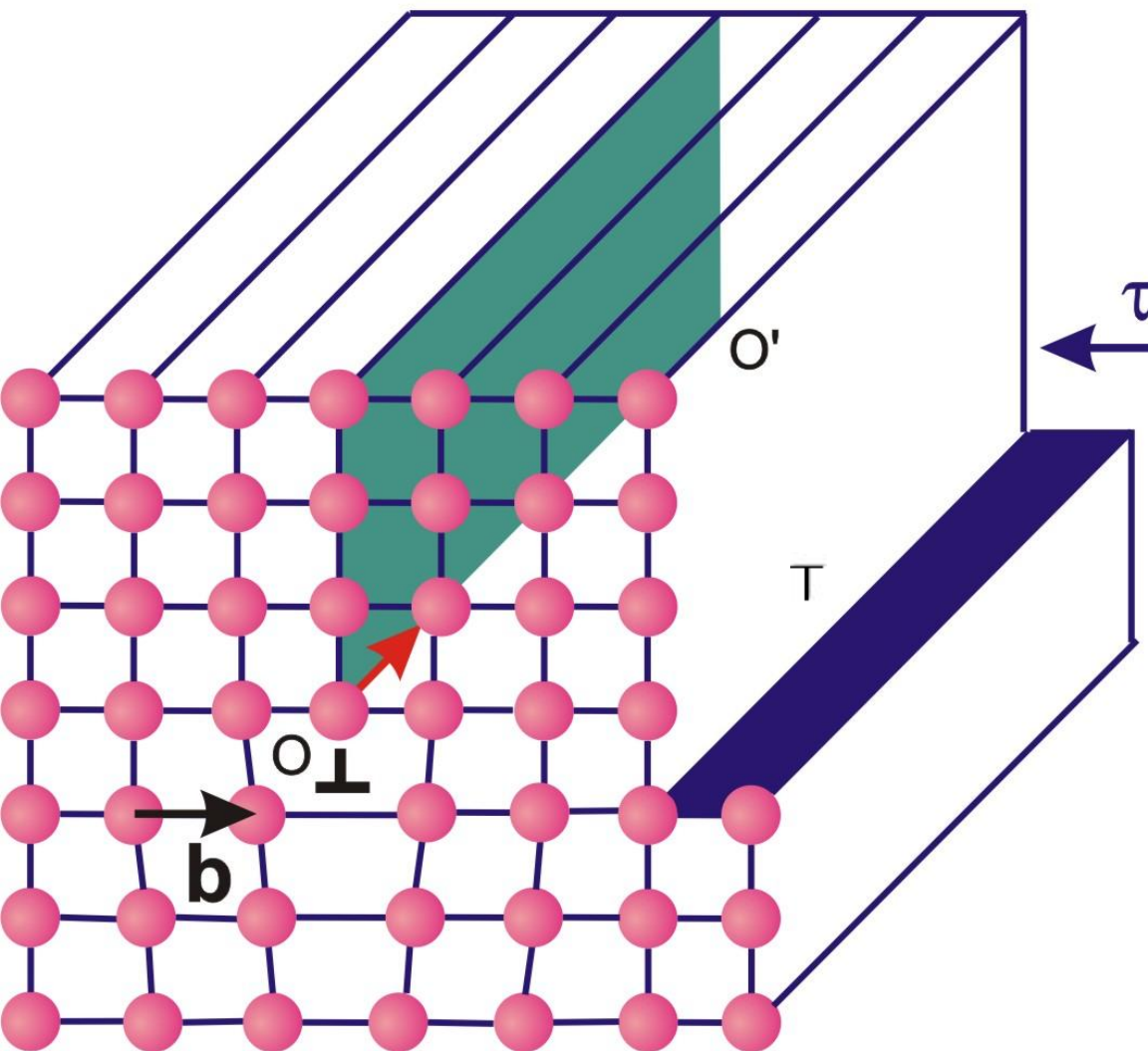


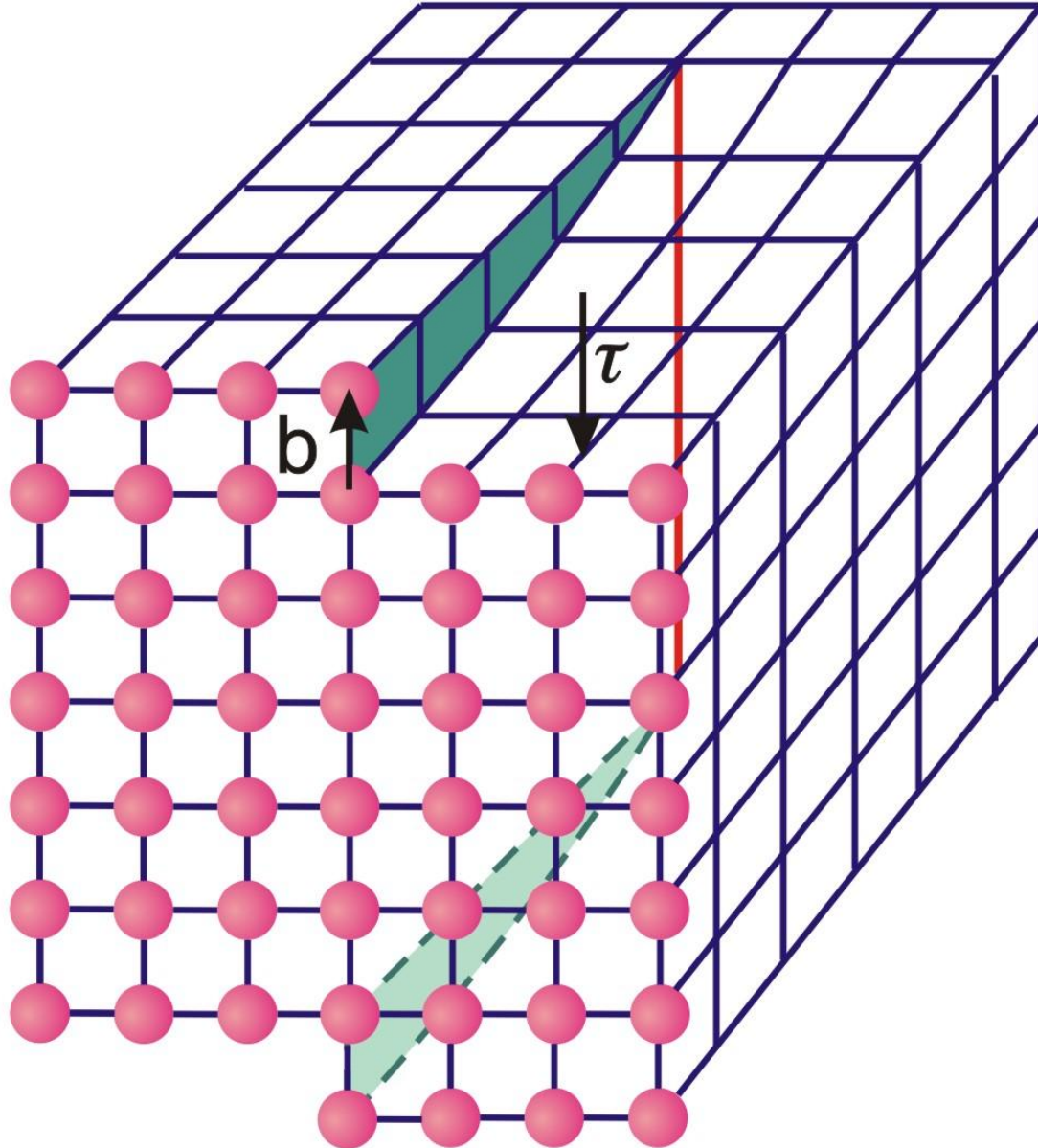
**ФИЗИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ ПРОЦЕССОВ И
ЯВЛЕНИЙ, ЛЕЖАЩИЕ В ОСНОВЕ
МЕТОДОВ ПОЛУЧЕНИЯ ИНФОРМАЦИИ
О СТРУКТУРНЫХ ХАРАКТЕРИСТИКАХ
МАТЕРИАЛОВ**

б) Линейные дефекты - дислокации



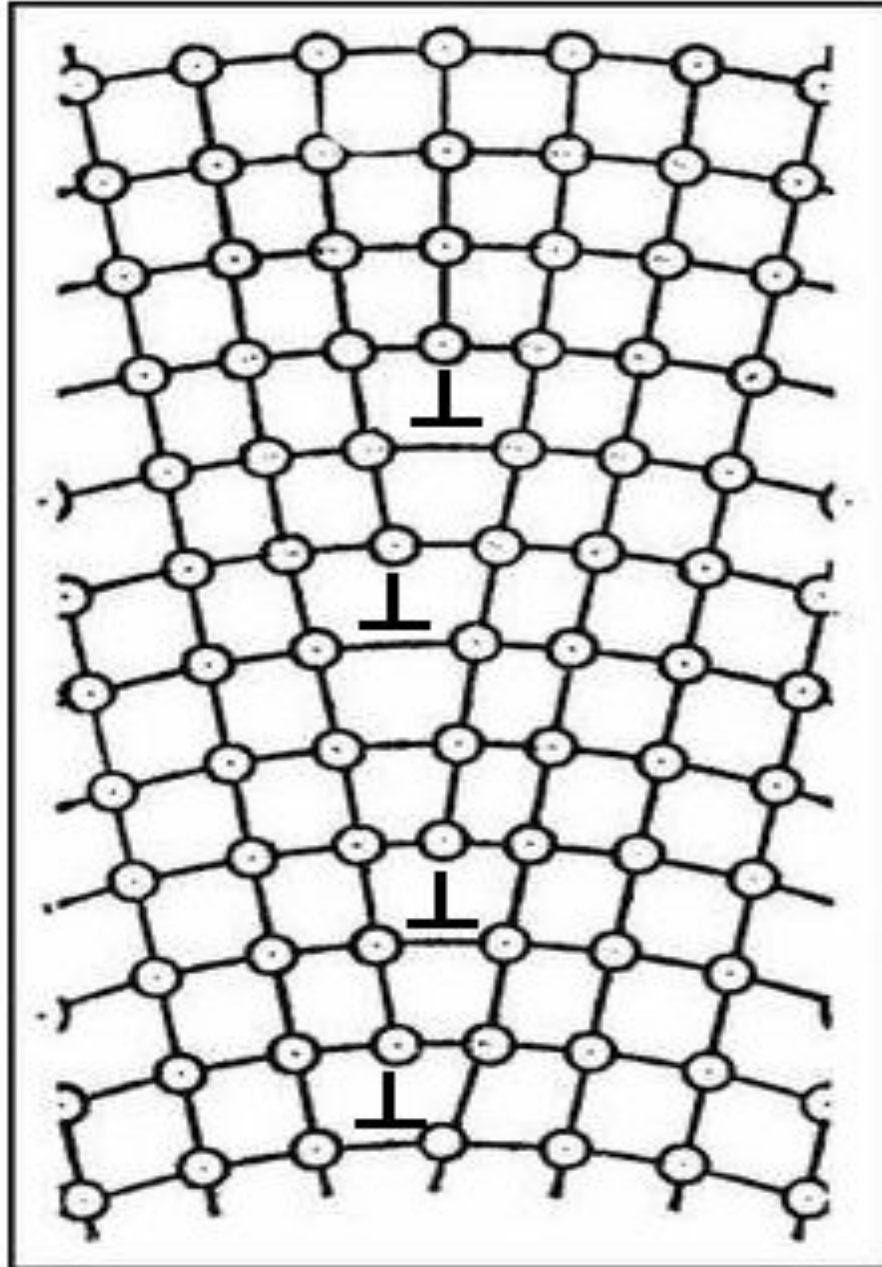
Краевая дислокация.
Экстраплоскость
выделена **зеленым** цветом,
а плоскость скольжения –
синим.
 τ

Винтовая дислокация в кристалле:

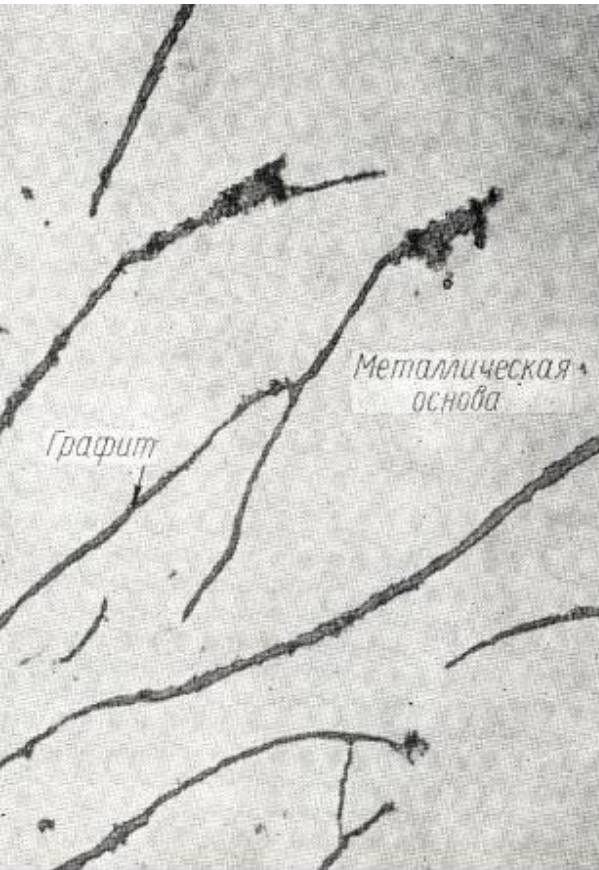


Винтовая дислокация
 \mathbf{b} - вектор Бюргерса; экстраплоскость
показана зеленым цветом

в) Плоские дефекты



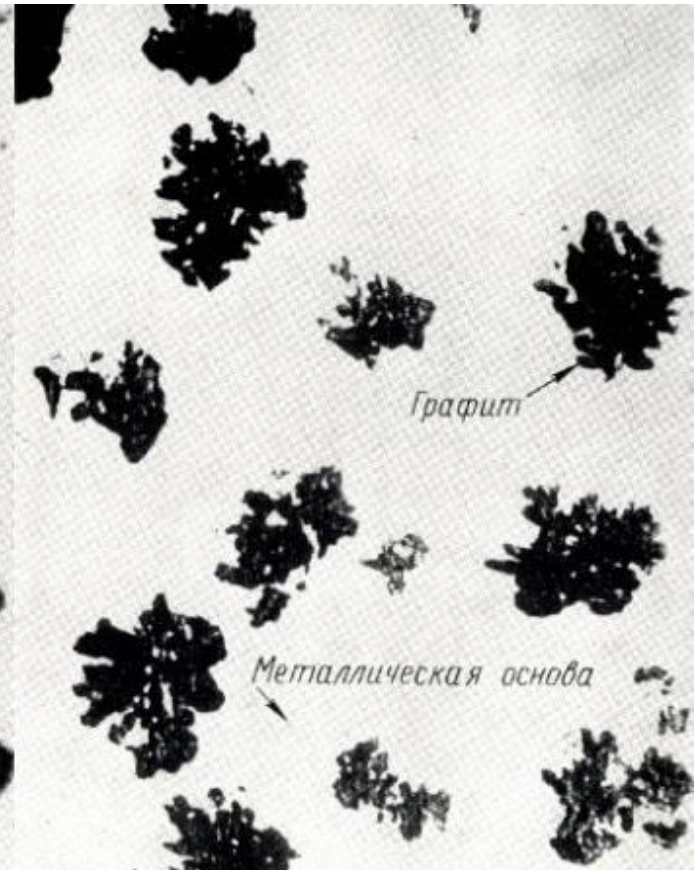
Г) Объемные дефекты: поры, включения второй фазы



Чугун: серый
Включения графита:
пластинчатые



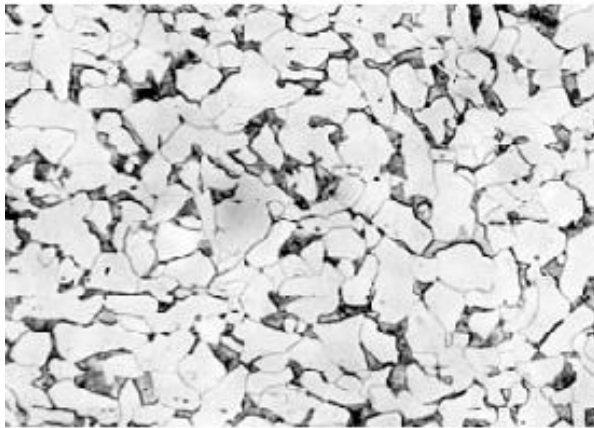
высокопрочный
шаровидные



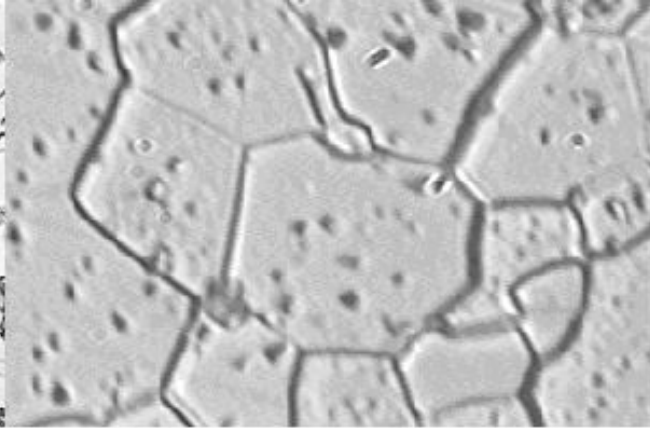
ковкий
хлопьевидные

3. Поликристаллы

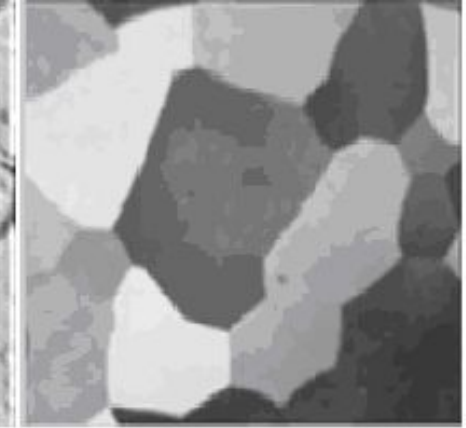
Поликристалл состоит из множества реальных мелких монокристаллов



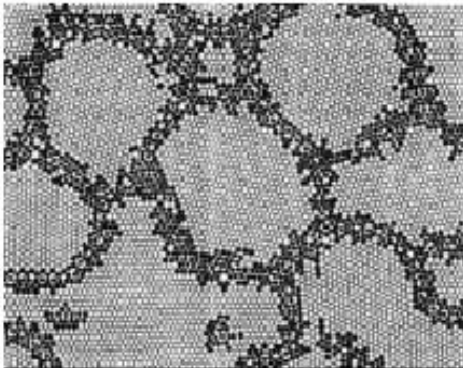
Углеродистая сталь



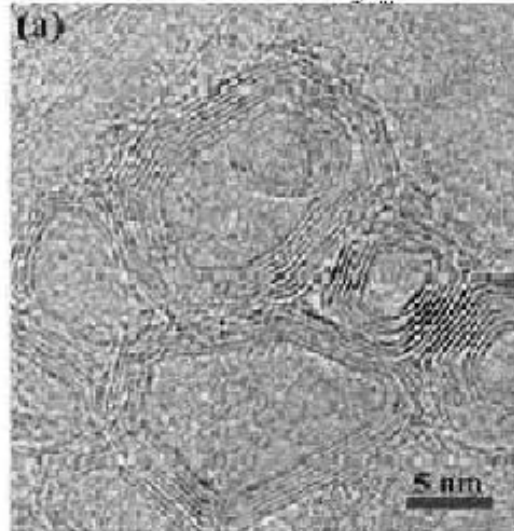
Оксид урана



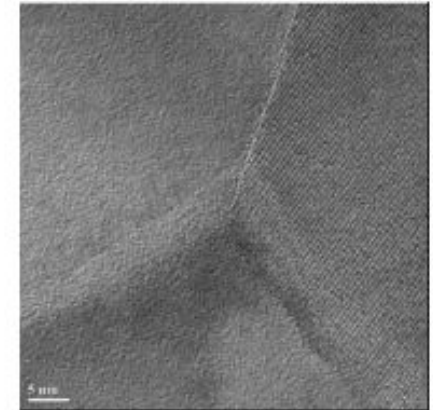
Алюминий



Атомная модель
структуры
нанокристалла



Графитовые частицы, полученные
из сажи при сгорании бензина

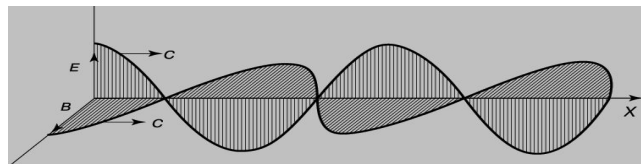


Микрофотография
стыка границ зерен
керамики ZrO_2

Дифракционные методы исследования структурного состояния материалов

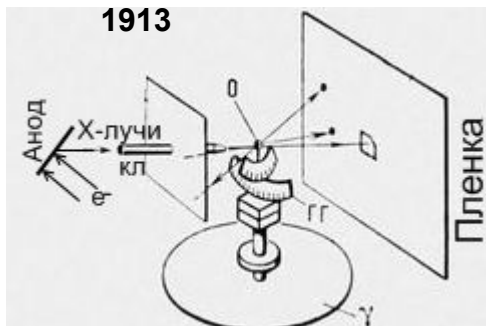
Рентгенография

1895



X-ray–электромагнитные волны

1913

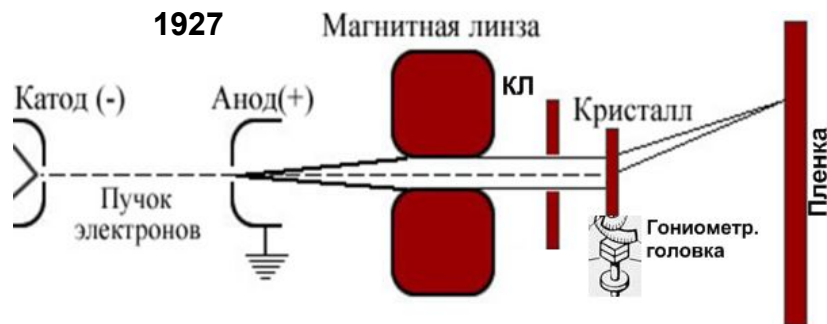


Кристаллы берилла
 $\text{Al}_2[\text{Be}_3(\text{Si}_6\text{O}_{18})]$

Электроннография

1927

Магнитная линза



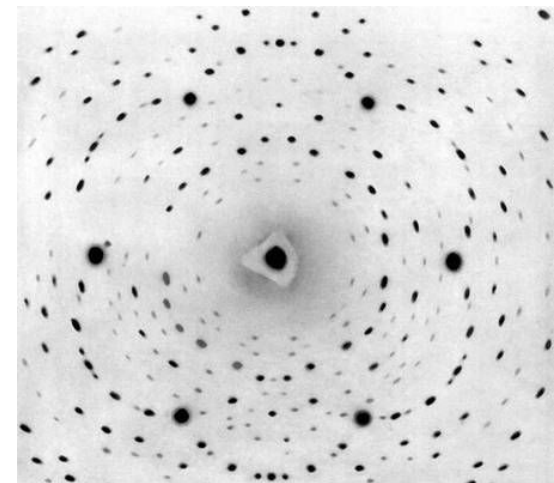
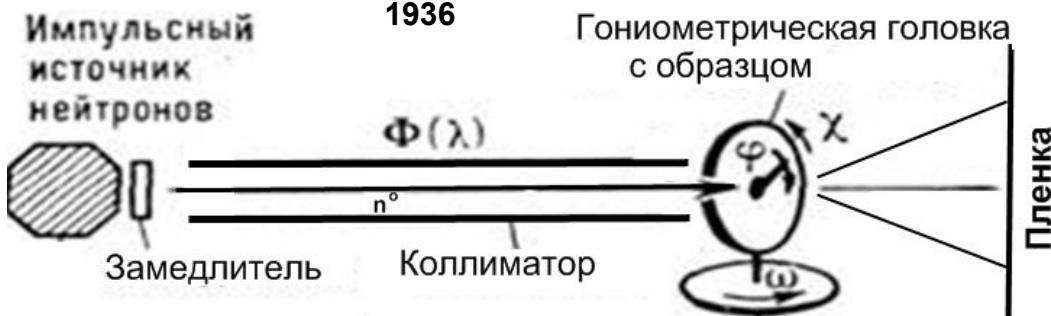
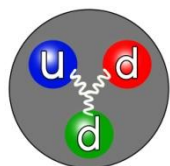
Нейтроннография

1932

1936

Гониометрическая головка с образцом

n^0



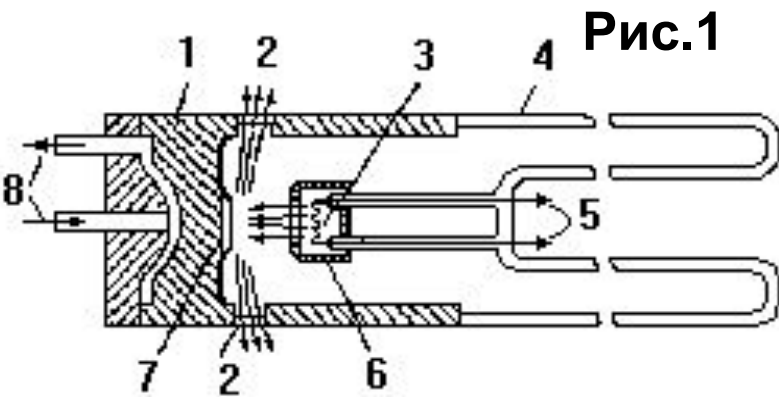


Рис.1

Схема рентгеновской трубки для структурного анализа: 1 – металлический анодный стакан; 2 - окна из бериллия для выхода рентгеновского излучения; 3 -термоэмиссионный катод; 4 -стеклянная колба; 5 – выводы катода, к которым подводится напряжение накала, а также высокое(относительно анода) напряжение; 6 электростатическая система фокусировки электронов; 7 - анод; 8 - патрубки для охлаждающей системы.



Рис.2

Рентгеновская трубка серии БСВ для структурного анализа

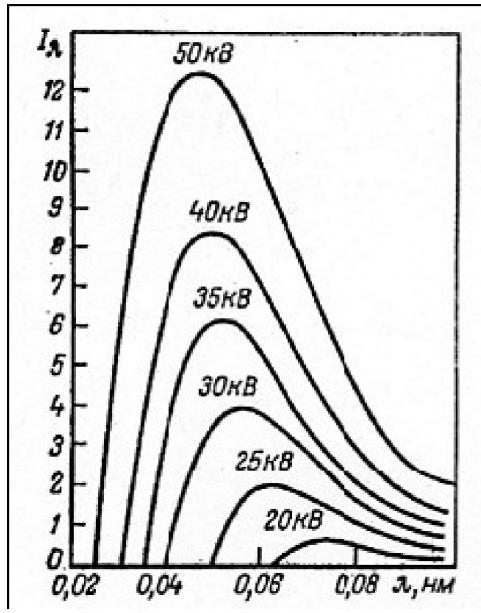


Рис.3

Спектры тормозного излучения для разных величин ускоряющего напряжения трубки

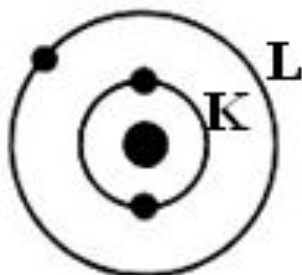
Водород



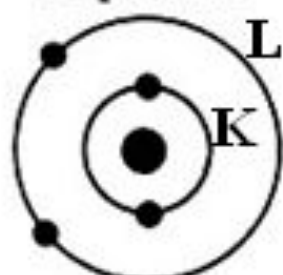
Гелий



Литий

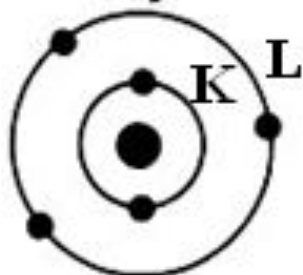


Бериллий

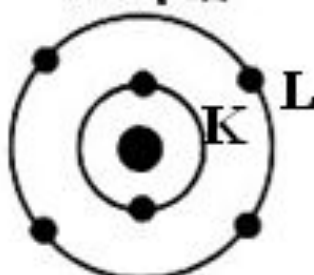


Внешняя оболочка
заполнена
Инертный газ

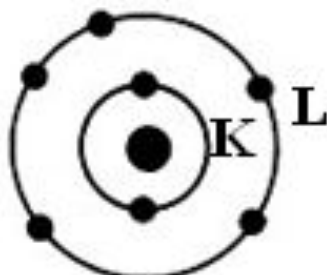
Бор



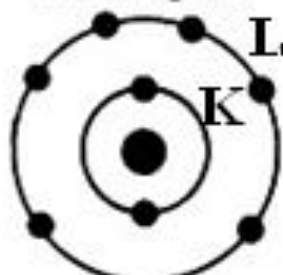
Углерод



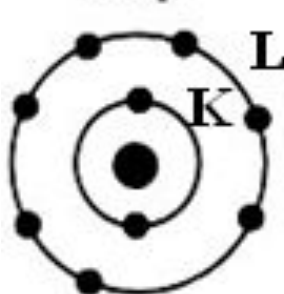
Азот



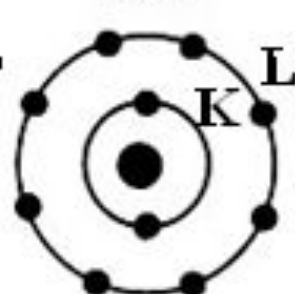
Кислород



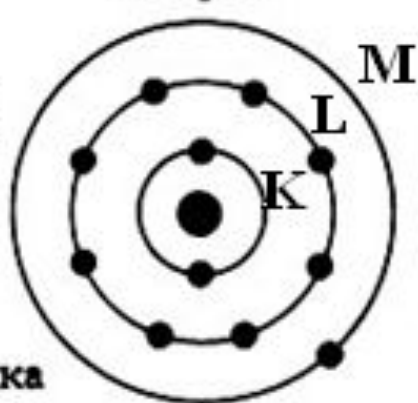
Фтор



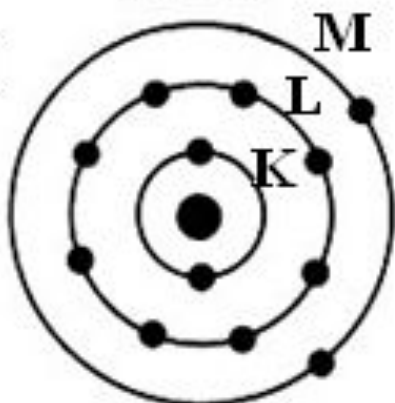
Неон



Натрий



Магний



Внешняя оболочка
заполнена
Инертный газ



Электрон



Ядро

(Масштабы не соблюдены)

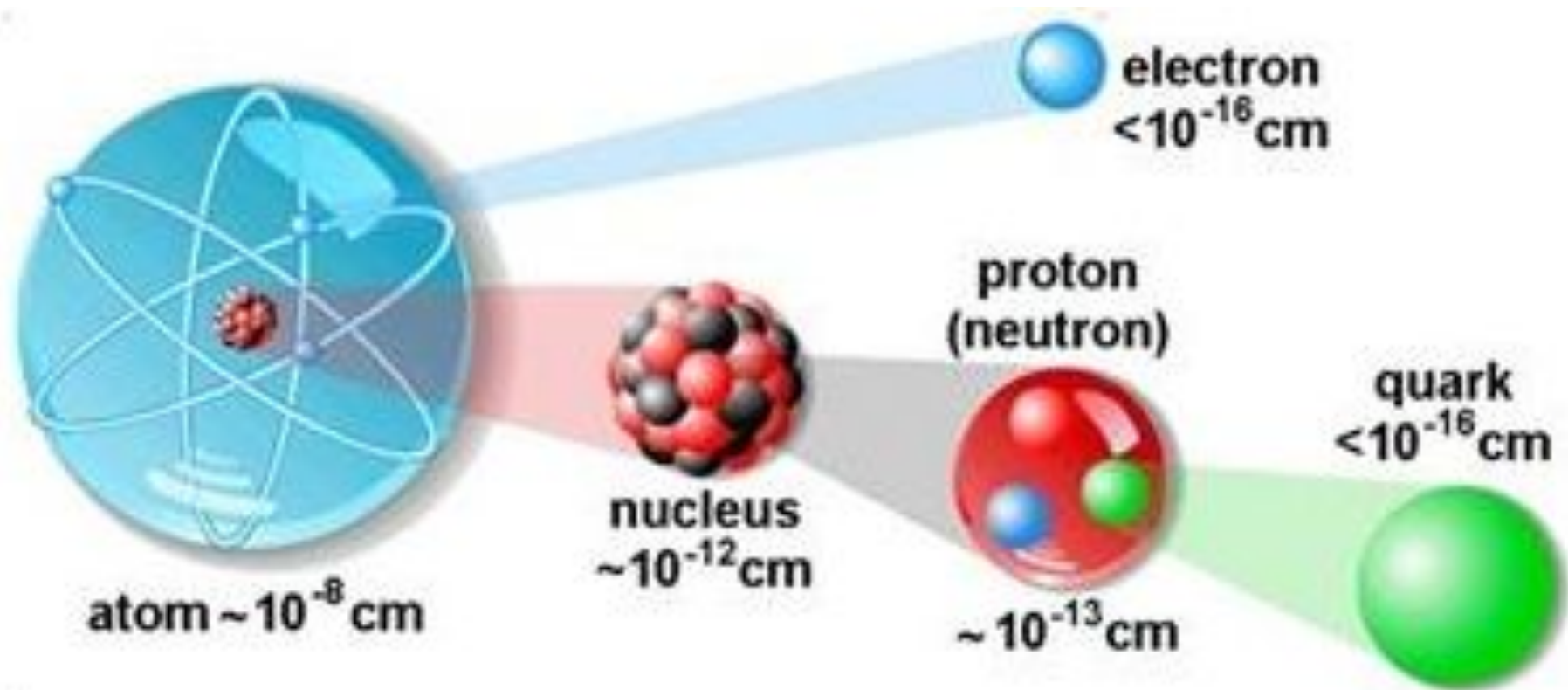
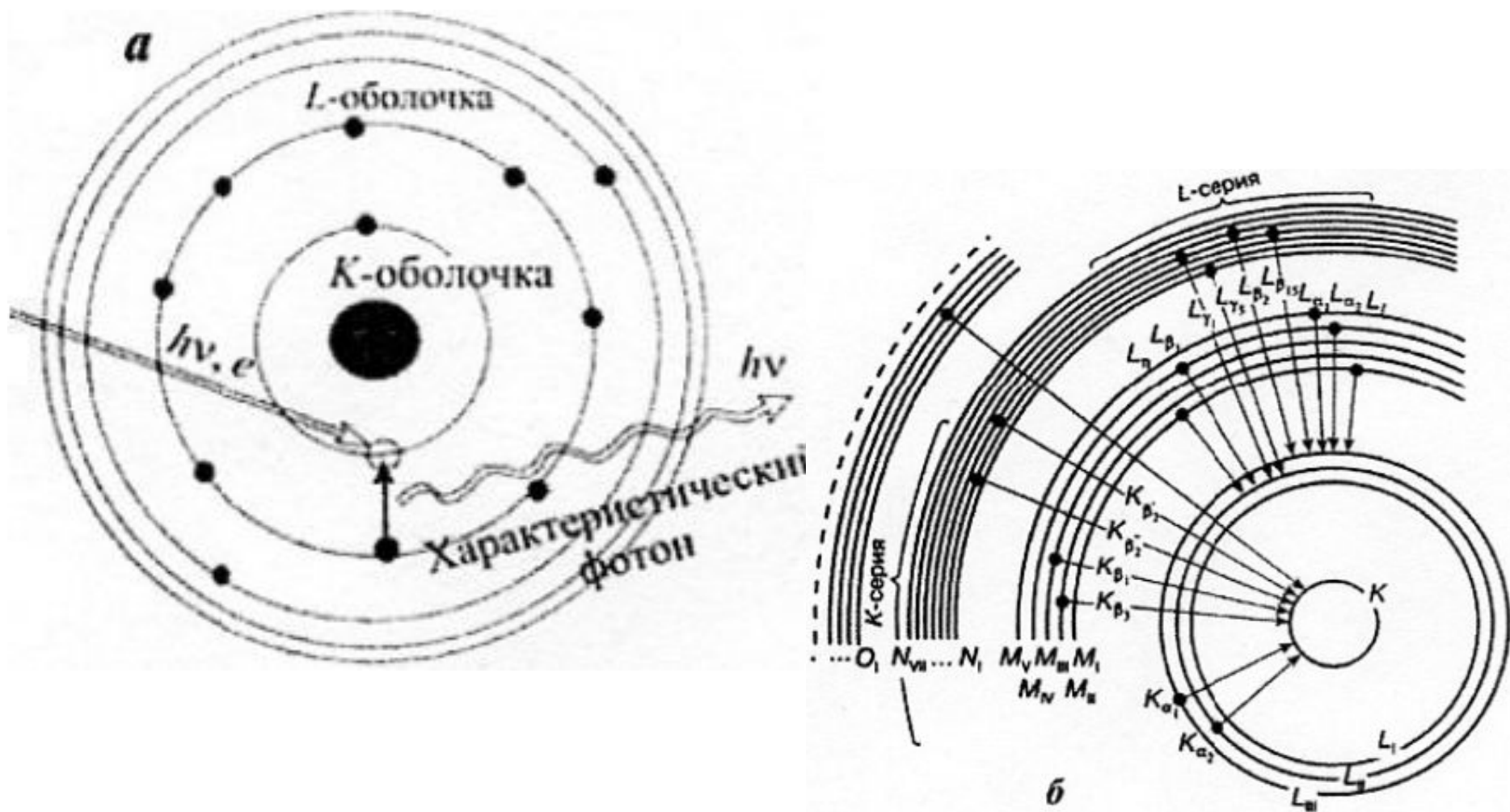


Рис.4. Схемы возникновения характеристического рентгеновского излучения



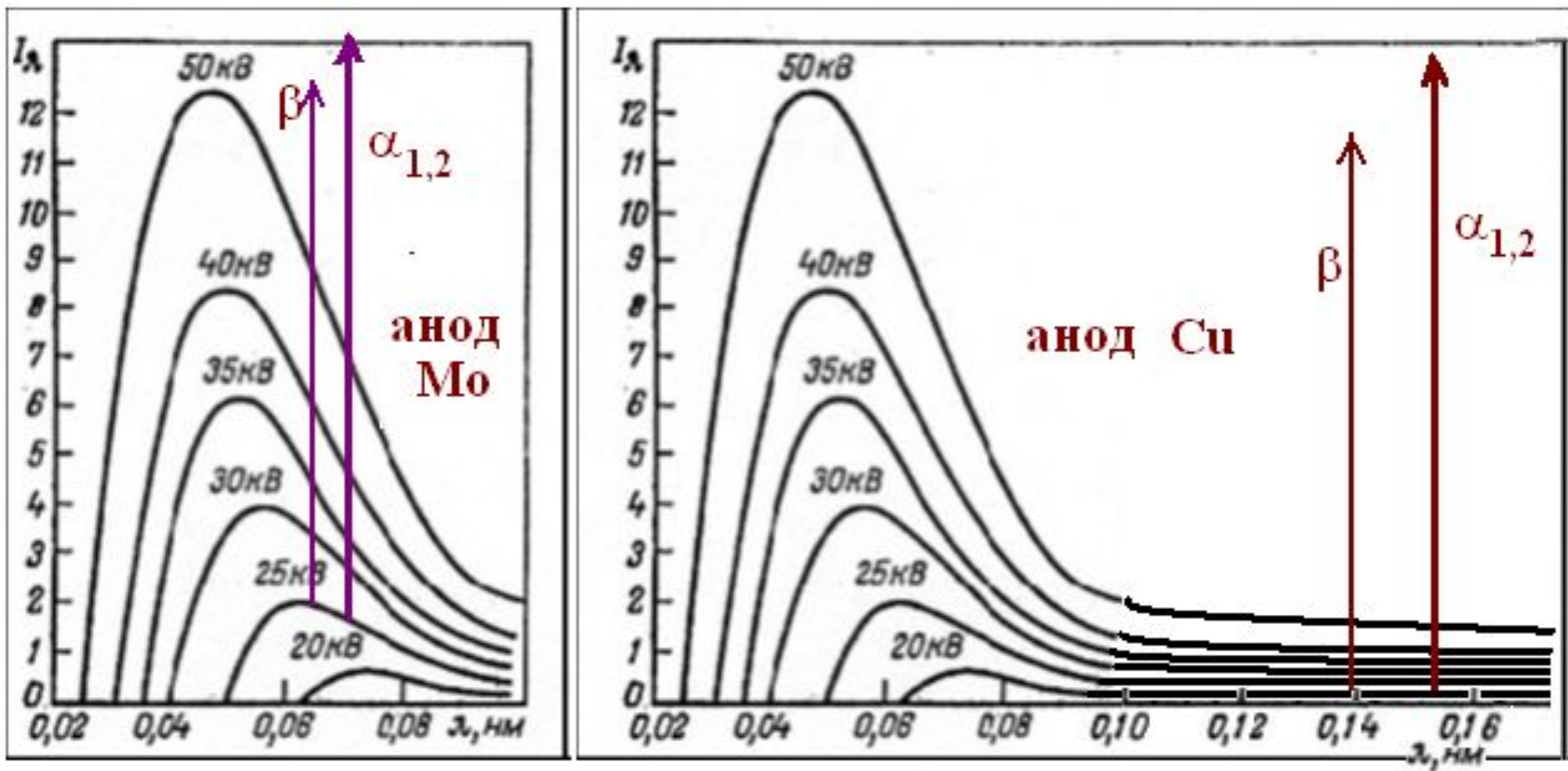


Рис.5

Вид рентгеновских спектров излучения для трубок с молибденовым (Mo) и медным (Cu) анодами.

Кристаллографические плоскости. Индексы Миллера

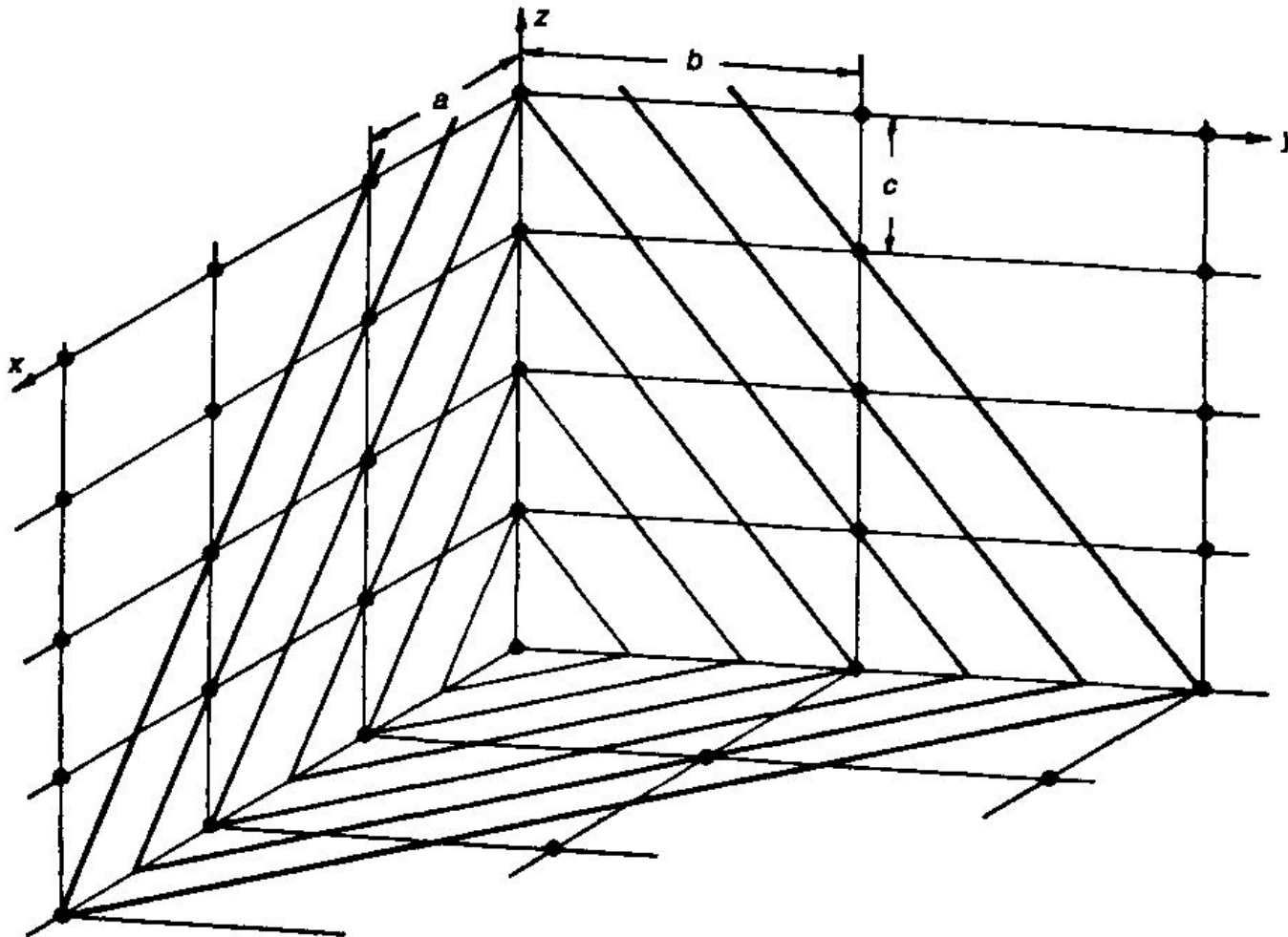


Рис. 6. Семейство плоскостей (231)

Кристаллографические плоскости. Индексы Миллера

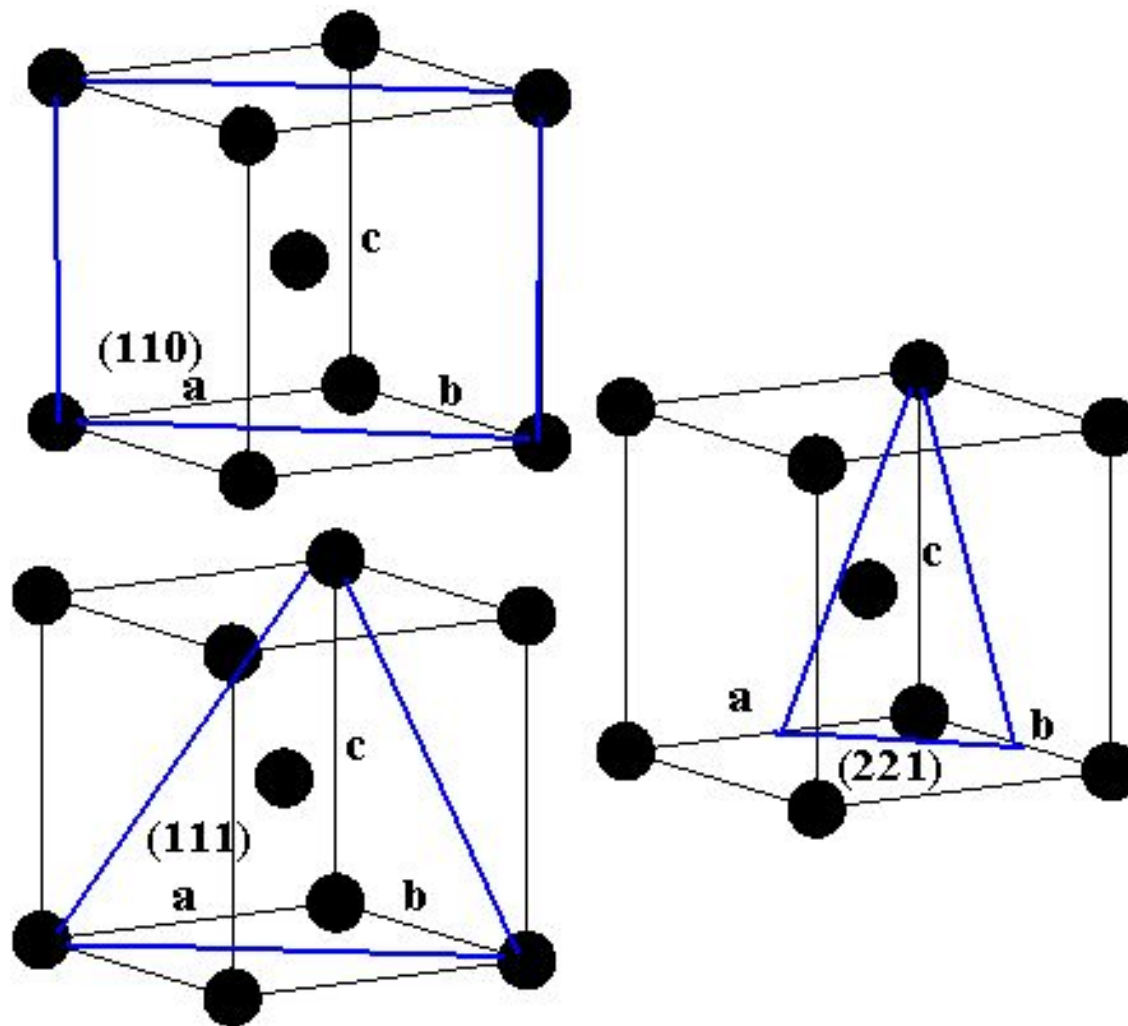


Рис. 7. Кристаллографические плоскости.

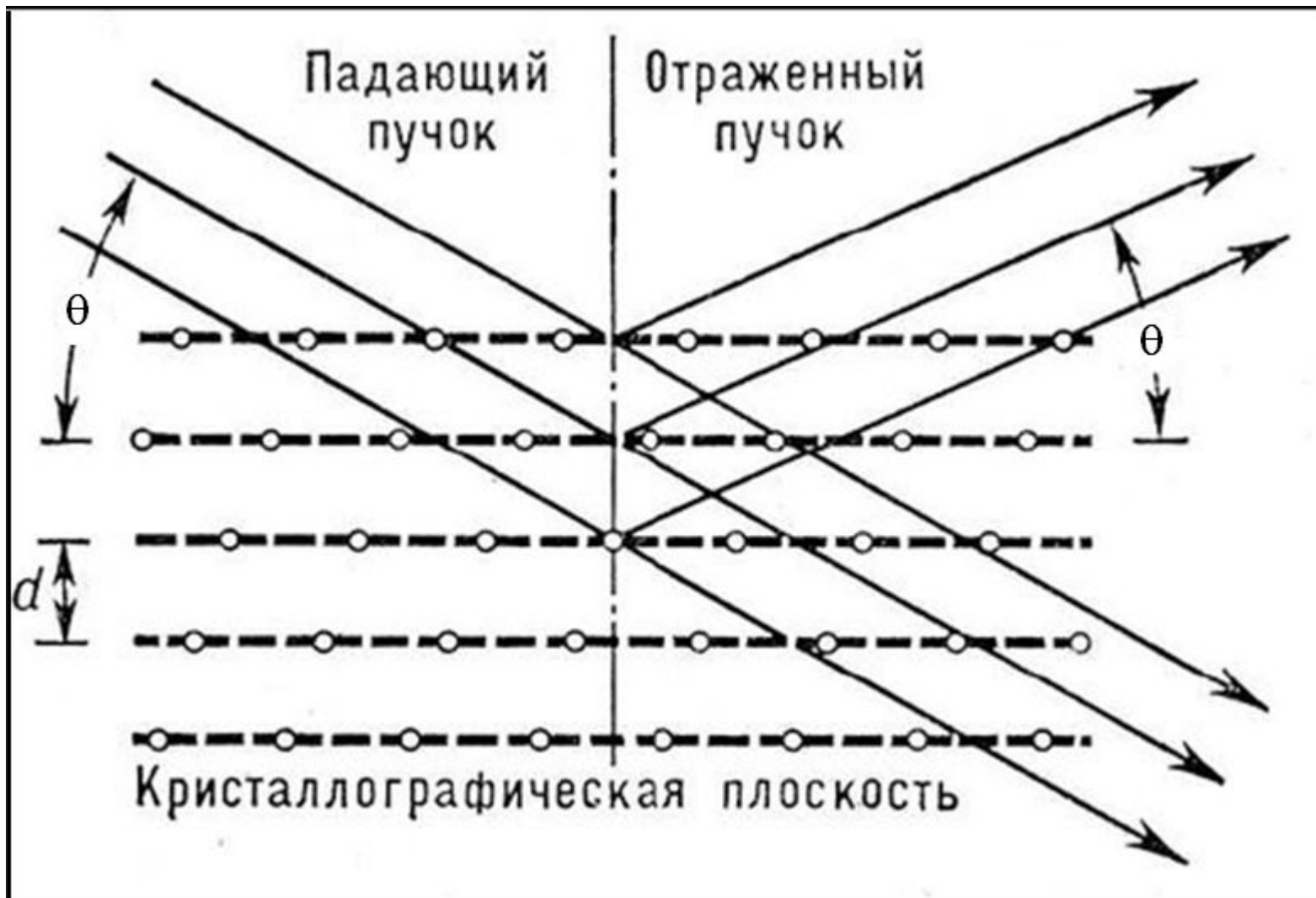
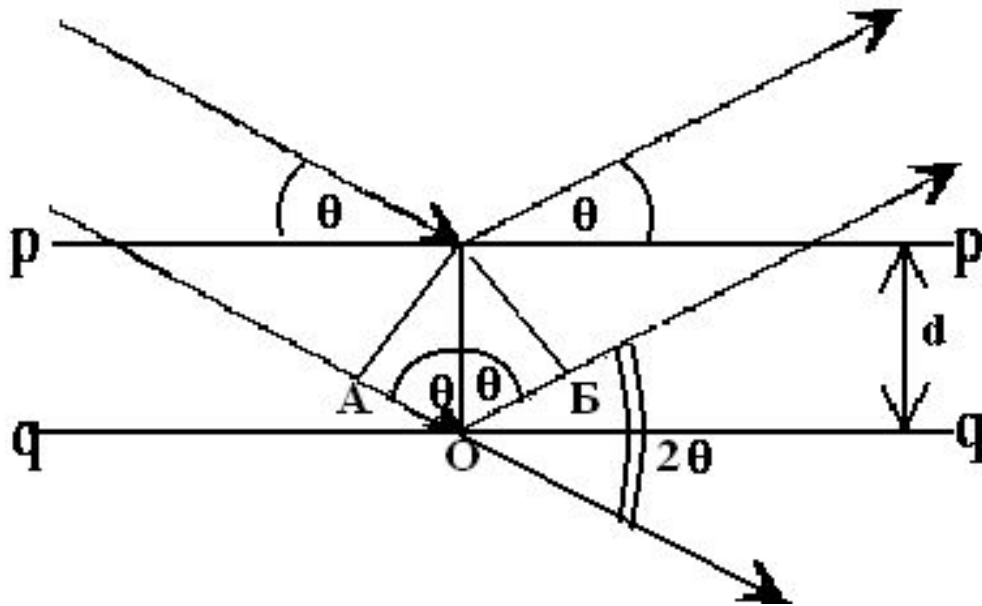


Рис. 8. Отражение падающих лучей семейством плоскостей

Условия Лауэ - условия возникновения дифракционного максимума в кристаллах:

$$\left. \begin{aligned} a(\cos\varphi_1 - \cos\varphi_{o1}) &= h\lambda \\ b(\cos\varphi_2 - \cos\varphi_{o2}) &= k\lambda \\ c(\cos\varphi_3 - \cos\varphi_{o3}) &= l\lambda \end{aligned} \right\}$$

Рис. 9. К выводу уравнения Вульфа-Брэггов



$$OA + OB = 2d \sin\theta = n\lambda$$

$$2d_{hkl} \sin\theta = \lambda$$

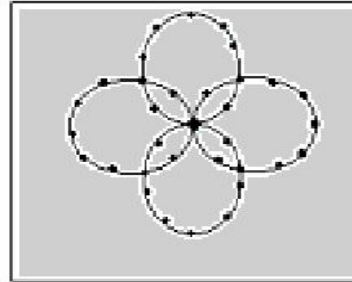
$$d_{hkl} = d/n$$

Существует три метода получения дифракционной картины:

1. Метод Лауэ. Исследуемый образец – монокристалл, излучение полихроматическое



а Рис. 10



б

Рис. 11. Рентгеновая камера РКСО



Схема получения лауэграммы (а); вид дифракционной картины для кристалла (б): эллипсы, проведенные через рефлексы, пересекаются в точке, соответствующей оси симметрии 4-го порядка

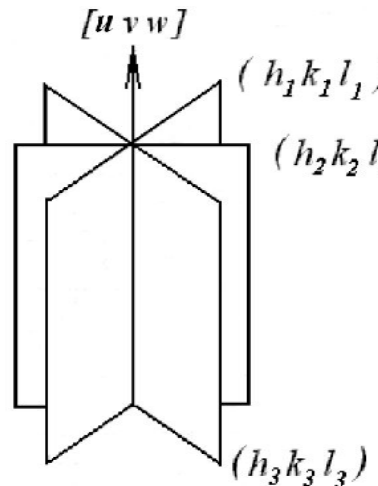
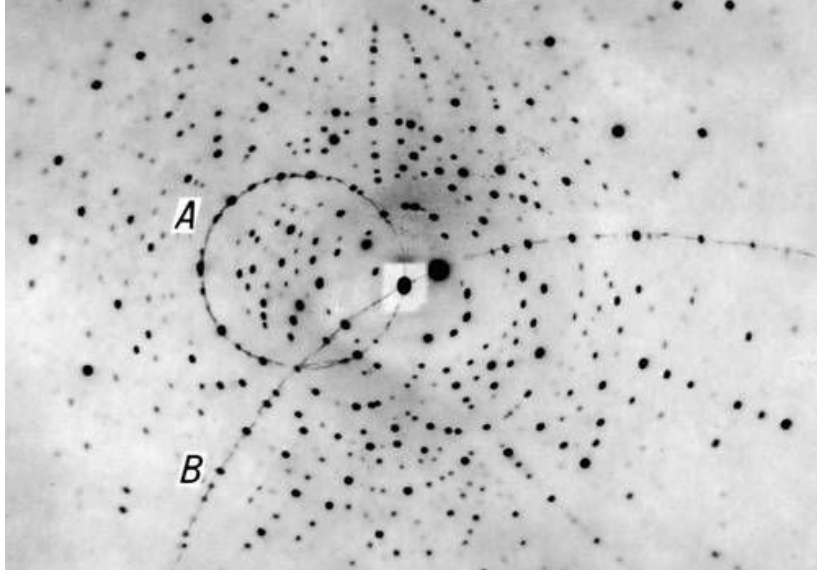
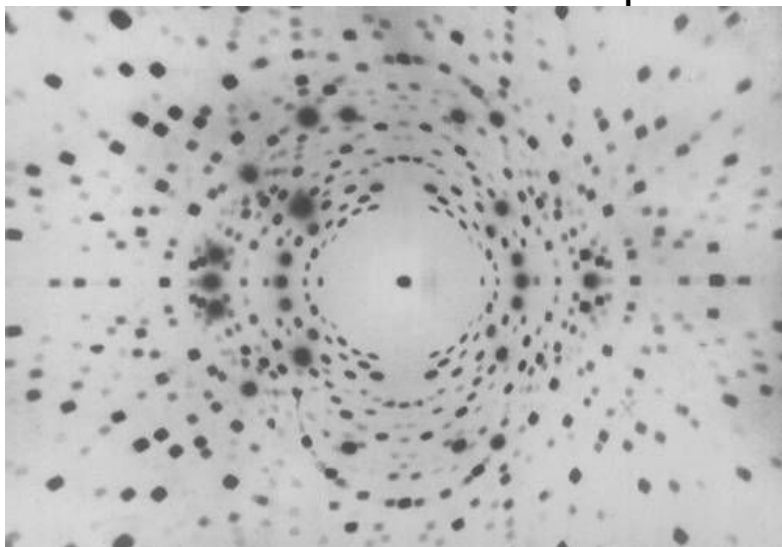


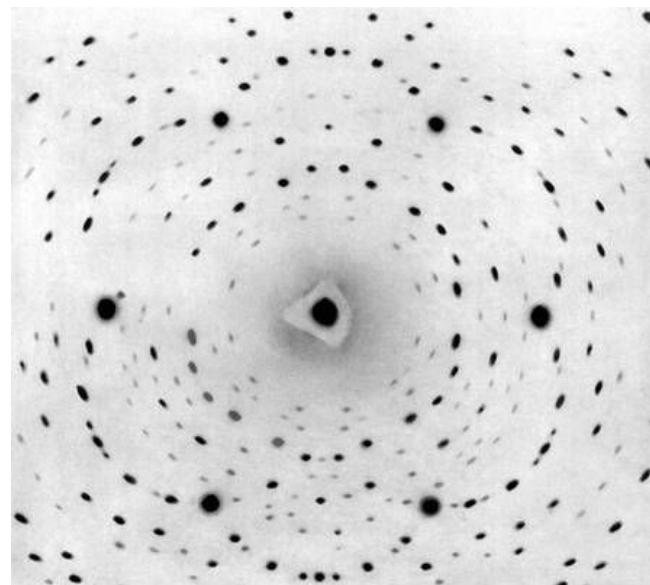
Рис. 12. Кристаллографическая зона



Произвольная установка (Тонкими линиями показаны зональные кривые).



Первичный пучок направлен вдоль оси симметрии 2-го порядка



Первичный пучок направлен вдоль оси симметрии 6-го порядка



Рис. 13 Лауэграммы берилла $\text{Al}_2\text{Be}_3\text{Si}_6\text{O}_{18}$

2. Метод вращения Исследуемый образец – монокристалл, излучение монохроматическое

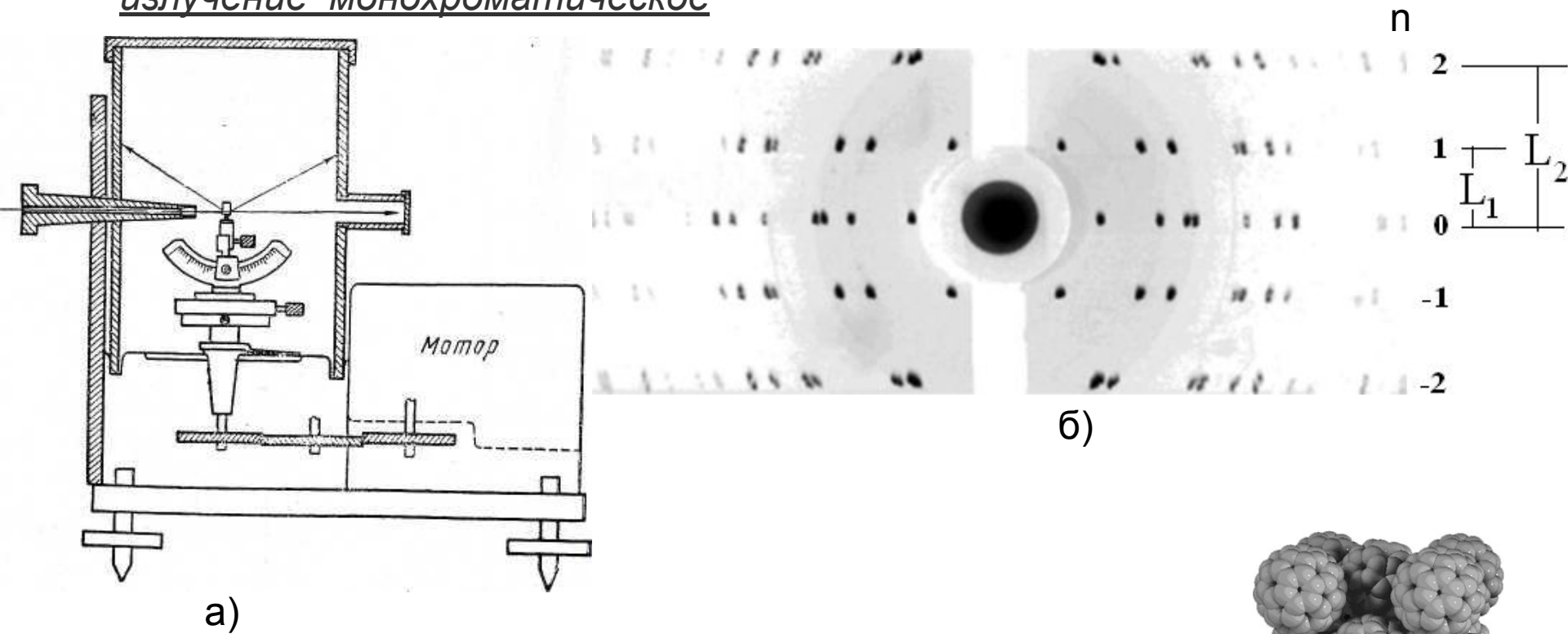
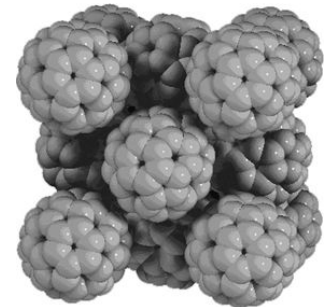


Рис. 14. а) схема получения рентгенограммы вращения; б) рентгенограмма вращения монокристалла фуллерита C60



$$J = \frac{n\lambda \sqrt{L_n^2 + R^2}}{L_n}$$

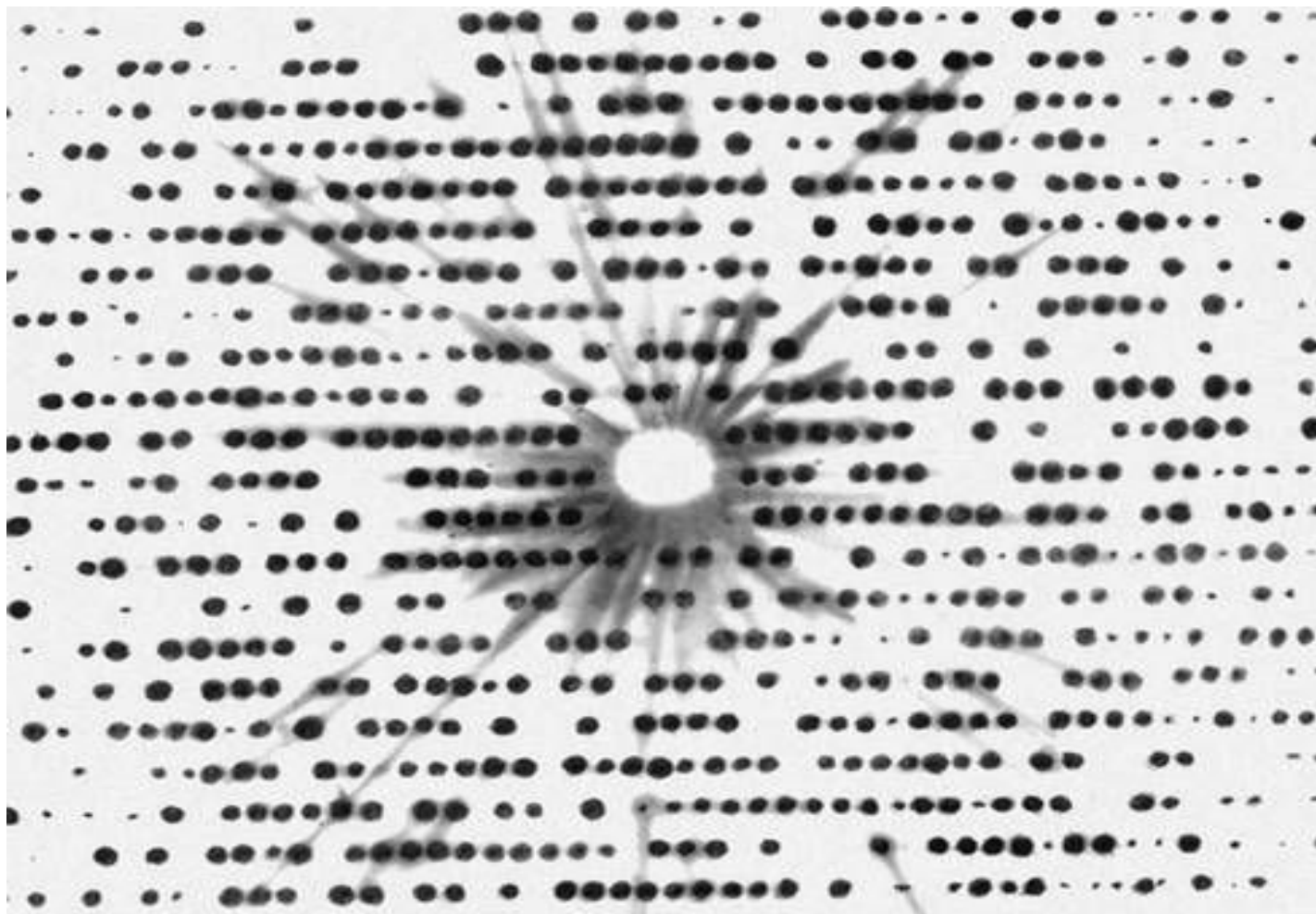


Рис. 15. Рентгенограмма вращения монокристалла миоглобина

3. Метод порошка (Дебая – Шеррера)

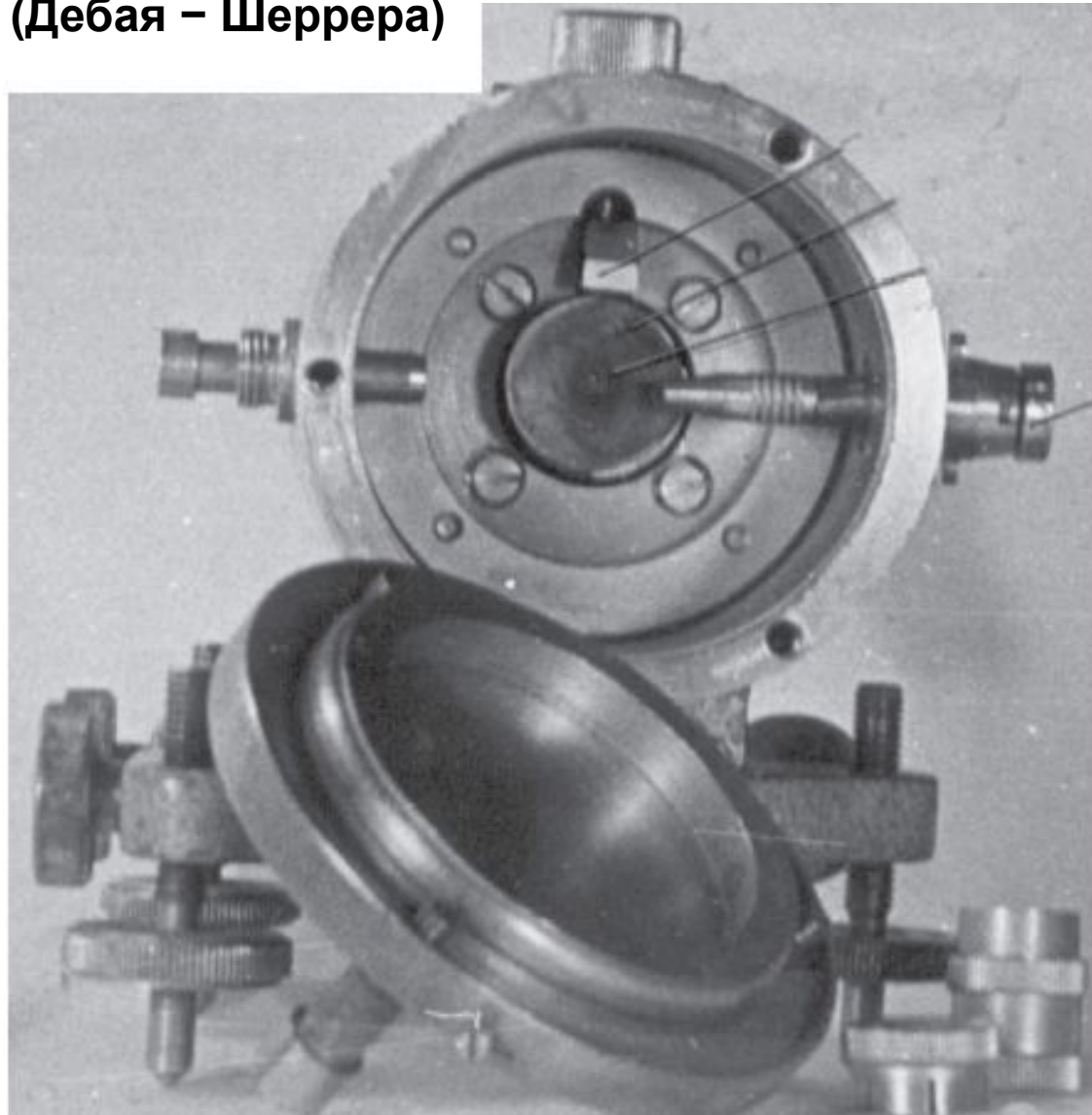


Рис. 16. Камера Дебая;

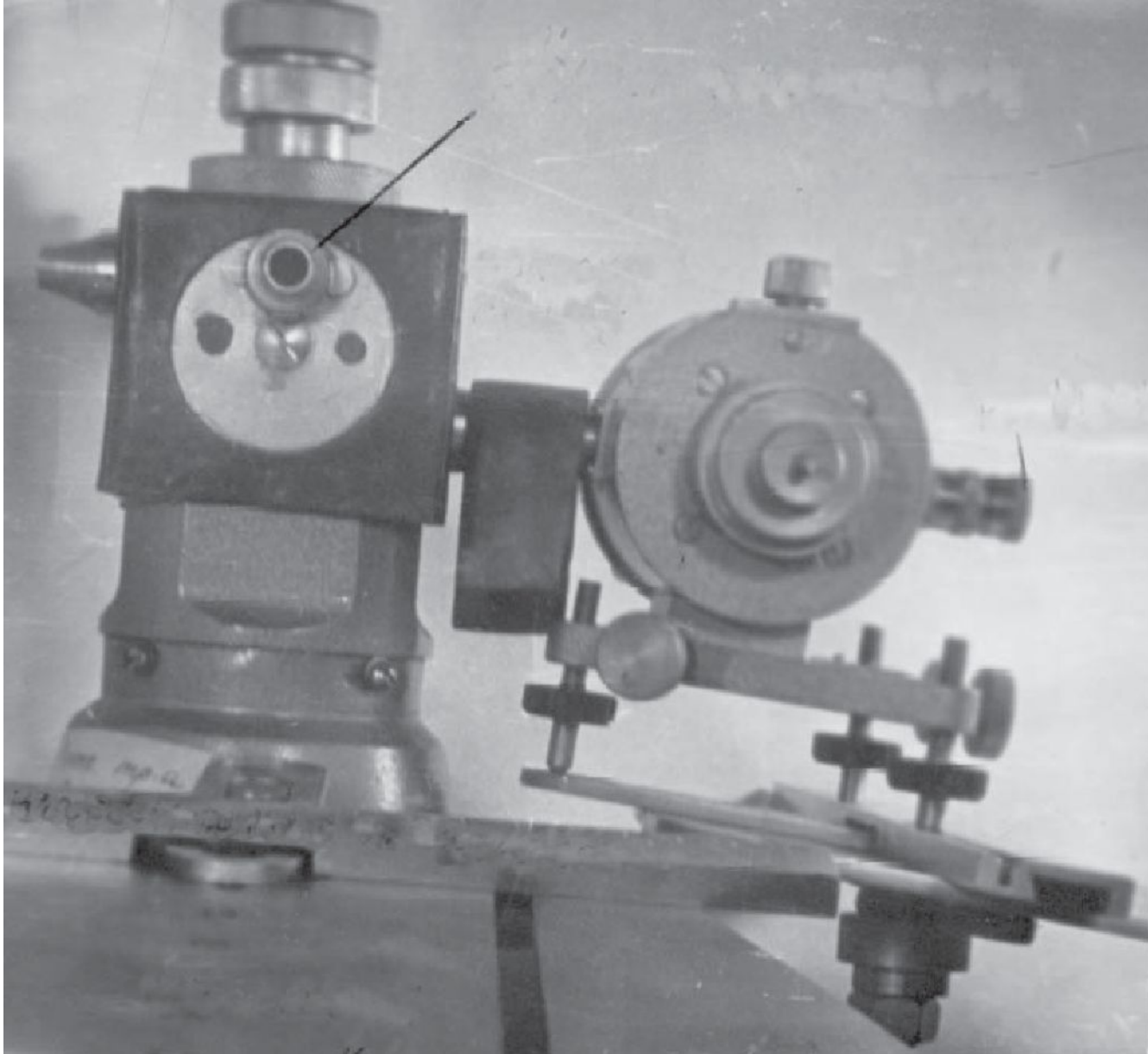


Рис. 17. Установка камеры Дебая на рентгеновском аппарате

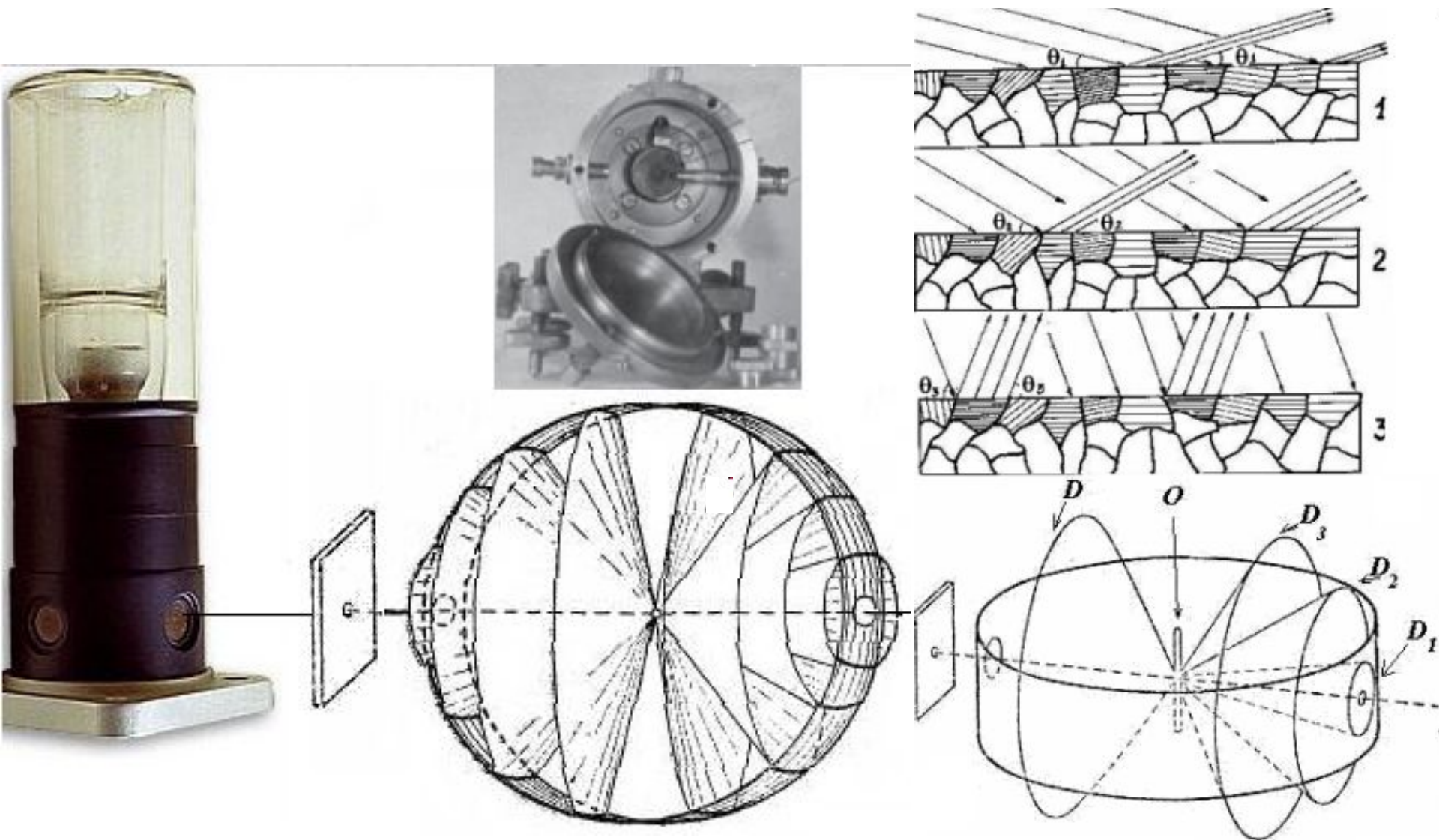


Рис. 18.Схема съёмки рентгенограммы по методу Дебая — Шеррера:

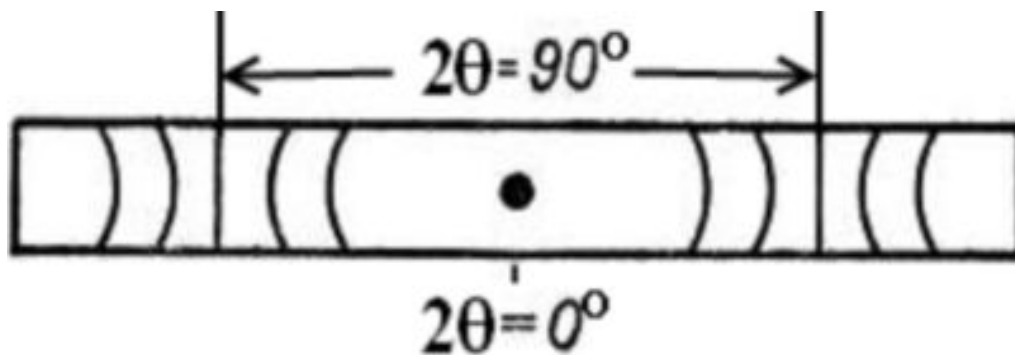


Рис. 19. Схема дебаеграммы

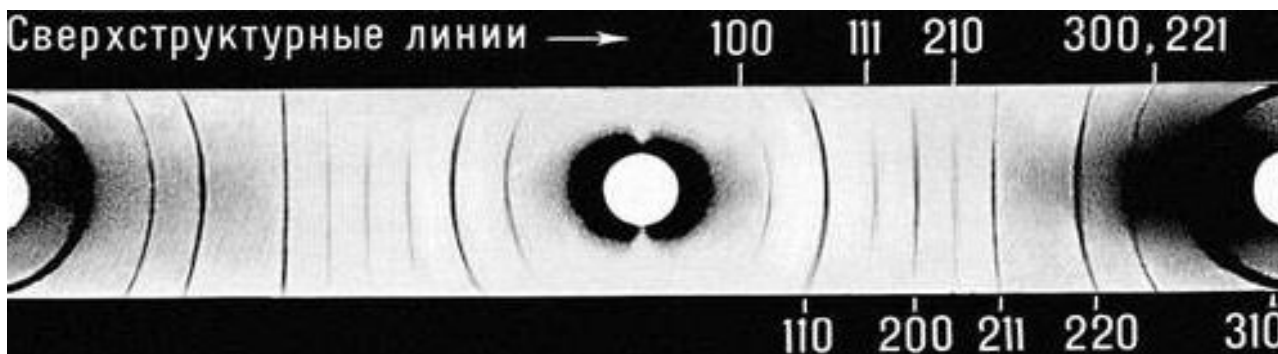


Рис. 20. Фотография дебаеграммы сплава Fe-Al

Расчет дебаеграмм, полученных фотометодом

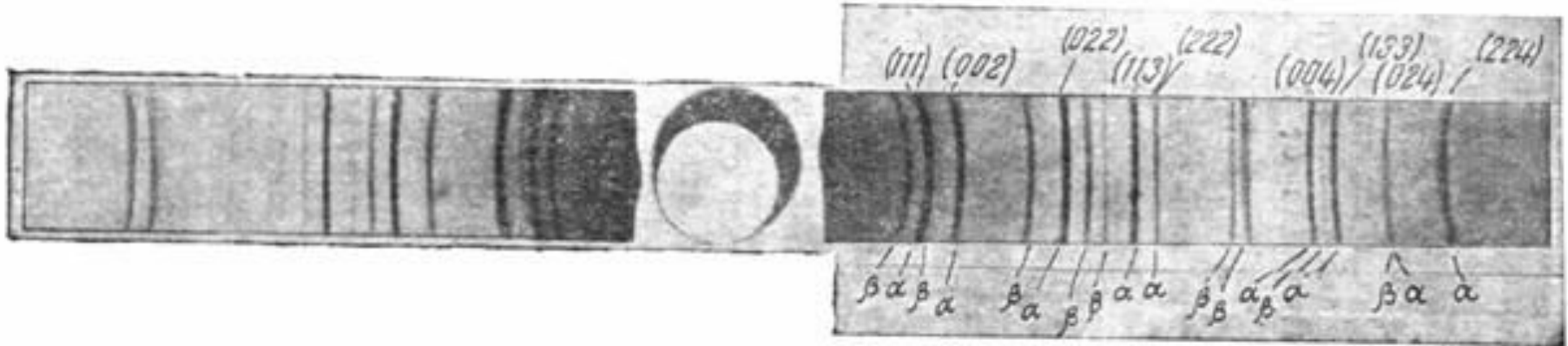


Рис. 24. Фотография дебаеграммы полученной на немонохроматическом излучении

Табл. 1. Ошибка в определении межплоскостных расстояний при различных значениях угла скольжения ($\Delta\theta = 3'$)

$$\Delta d_{hkl} / d_{hkl} = | -\text{ctg}\theta \Delta\theta |$$

θ (град)	20	40	50	60	70
$\pm\Delta d/d$ (%)	0.275	0.120	0.084	0.058	0.036
θ (град)	75	80	82	84	85
$\pm\Delta d/d$ (%)	0.027	0.018	0.014	0.010	0.008

Индексирование рентгенограмм поликристаллов

Табл. 2. Индексы интерференции hkl , их сумма квадратов $h^2 + k^2 + l^2$ и отношение (Q_T) квадратов синусов брэгговских углов всех отражений к квадрату синуса брэгговского угла первого отражения для простой, объемноцентрированной, гранецентрированной и алмазной кубических решеток.

Простая кубическая																		
hkl	100	110	111	200	210	211	220	300	310	311	222	320	321	400	410	322	411	330
$h^2 + k^2 + l^2$	1	2	3	4	5	6	8	9	10	11	12	13	14	16	17	17	18	18
Q_T	1	2	3	4	5	6	8	9	10	11	12	13	14	16	17	17	18	18
Объемноцентрированная кубическая																		
hkl		110		200		211	220		310		222		321	400			411	330
$h^2 + k^2 + l^2$		2		4		6	8		10		12		14	16			18	18
Q_T		1		2		3	4		5		6		7	8			9	9
Гранецентрированная кубическая																		
hkl				111	200			220			311	222		400				
$h^2 + k^2 + l^2$				3	4			8			11	12		16				
Q_T				1	1.33			2.67			3.67	4		5.33				
Алмазная кубическая																		
hkl				111				220			311			400				
$h^2 + k^2 + l^2$				1				8			11			16				
Q_T				1				2.67			3.67			5.33				

Табл. 3. Связь между величиной, обратной квадрату межплоскостного расстояния, и периодами решетки; квадратичные формы

Решетка	$1/d_{hkl}^2 =$	квадратичная форма $\sin^2\theta =$
Кубическая	$(h^2 + k^2 + l^2)/a^2$	$\frac{\lambda}{4a^2} (h^2 + k^2 + l^2)$
Тетрагональная	$(h^2 + k^2)/a^2 + l^2/c^2$	$\frac{\lambda}{4a^2} (h^2 + k^2 + l^2 \frac{a^2}{c^2})$
Ромбическая	$h^2/a^2 + k^2/b^2 + l^2/c^2$	$\frac{\lambda}{4a^2} (h^2 + k^2 \frac{a^2}{b^2} + l^2 \frac{a^2}{c^2})$
Гексагональная	$4(h^2 + hk + k^2)/3a^2 + l^2/c^2$	$\frac{\lambda}{4a^2} [\frac{4}{3}(h^2 + hk + k^2) + l^2 \frac{a^2}{c^2}]$

Расчет периода элементарной ячейки

$$a_{hkl}^{\text{МНК}} = a_0 + kx(\theta); \quad x(\theta) = \cos^2 \theta;$$

$$\Delta a_0 = \sqrt{\frac{\sum (a_{hkl} - a_{hkl}^{\text{МНК}})^2}{m(m-1)}}$$

Рис.25

Зависимость параметра элементарной ячейки $Ni_xMg_{1-x}O$ от мольного содержания Ni.

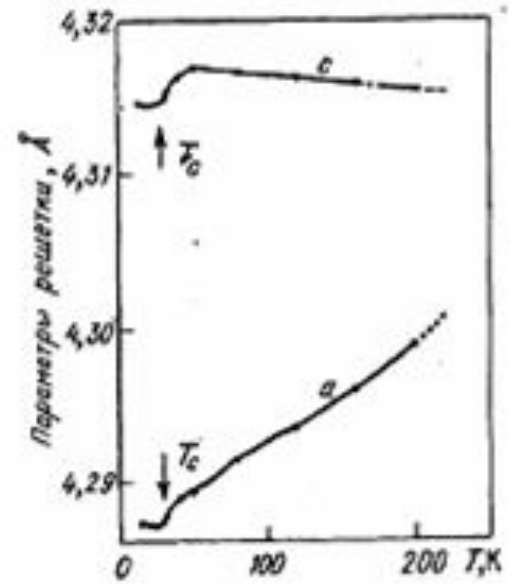
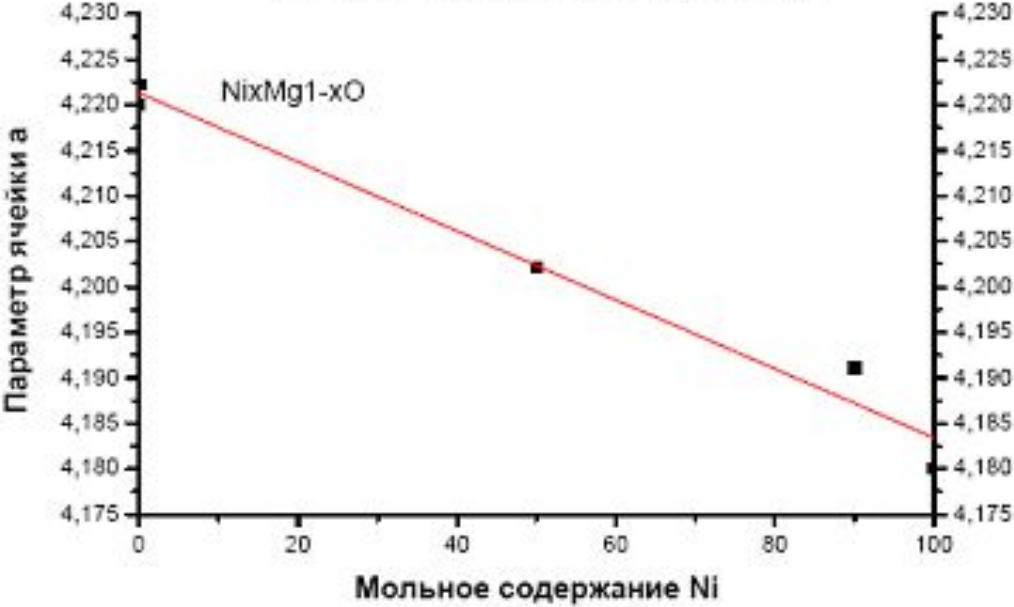


Рис.26 Температурные изменения параметров решетки соединения $Ba_{0.7}K_{0.3}BiO_3$ [39]

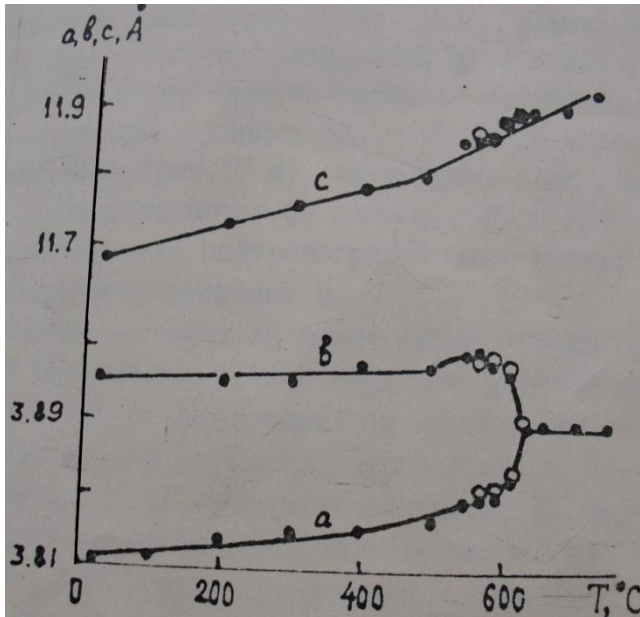
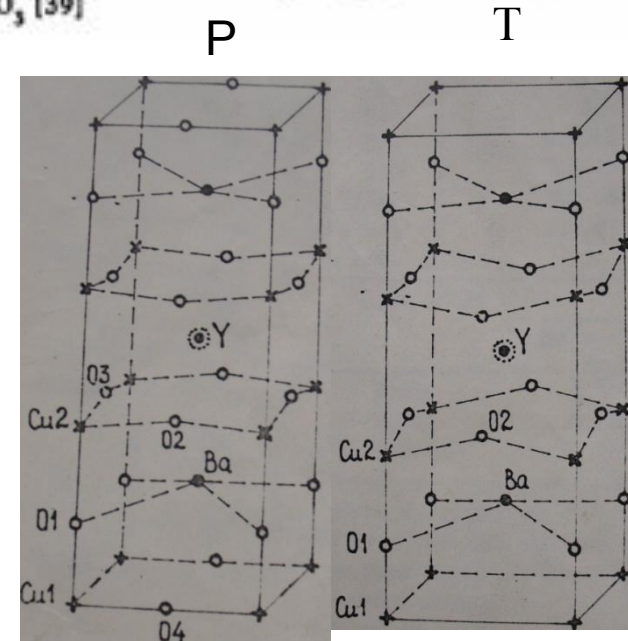


Рис.27 Зависимости периодов a, b, c элементарной ячейки керамики $YBa_2Cu_3O_{7-delta}$ от температуры

Рис.28. Элементарные ячейки ромбической (Р) и тетрагональной (Т) фаз



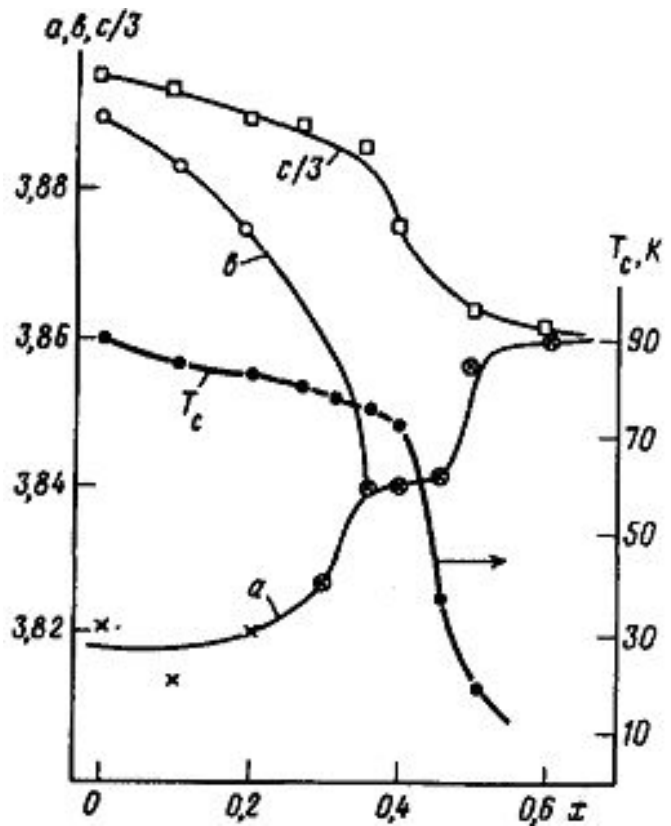


Рис.29. Зависимости периодов a , b , $c/3$ элементарной ячейки керамики $\text{YBa}_{2-x}\text{La}_x\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ от содержания лантана

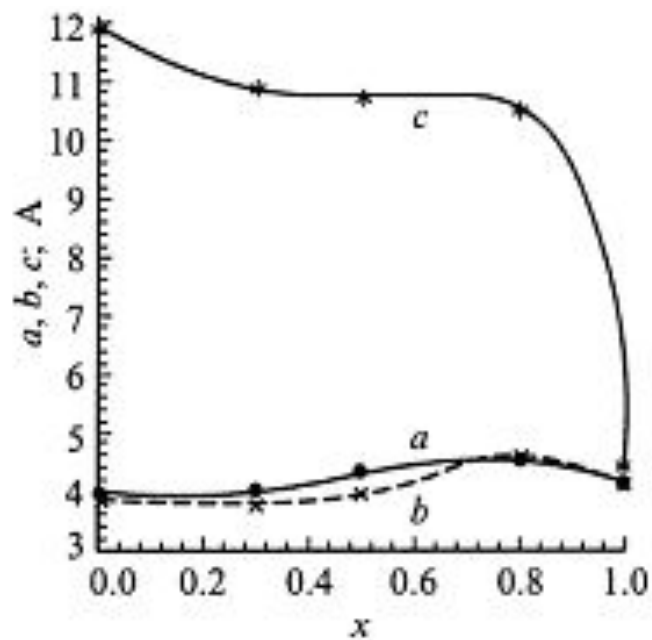


Рис.30. Зависимости периодов a , b и c элементарной ячейки керамики $\text{Y}_\alpha\text{Va}_2\text{Ti}_\beta\text{Cu}_\gamma\text{O}_{7-\delta}$ от величины $x = \beta / (\alpha + 2 + \gamma)$.

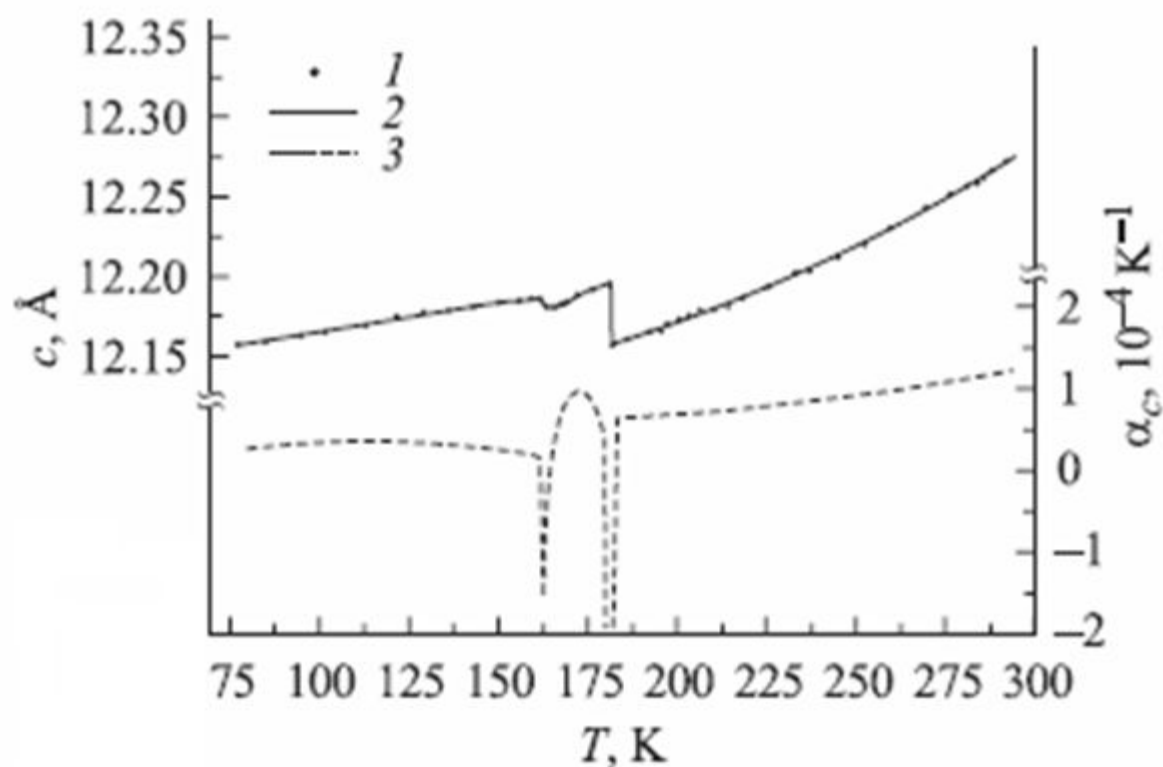


Рис.3 1. Температурная зависимость параметра элементарной ячейки c : экспериментальные точки (1), аппроксимация экспериментальных данных (2), зависимость КТР α_c от температуры (3).

Аппроксимационные кривые разбивались на температурные отрезки длиной 0.7–1.5 К, на которых расчет КТР проводился согласно формуле $\alpha_L = \frac{1}{L} \frac{\Delta L}{\Delta T}$, где L — параметр элементарной ячейки, соответствующий середине отрезка ΔT , ΔL — изменение параметра на этом отрезке.

Рентгеновский дифрактометр ARL X'TRA

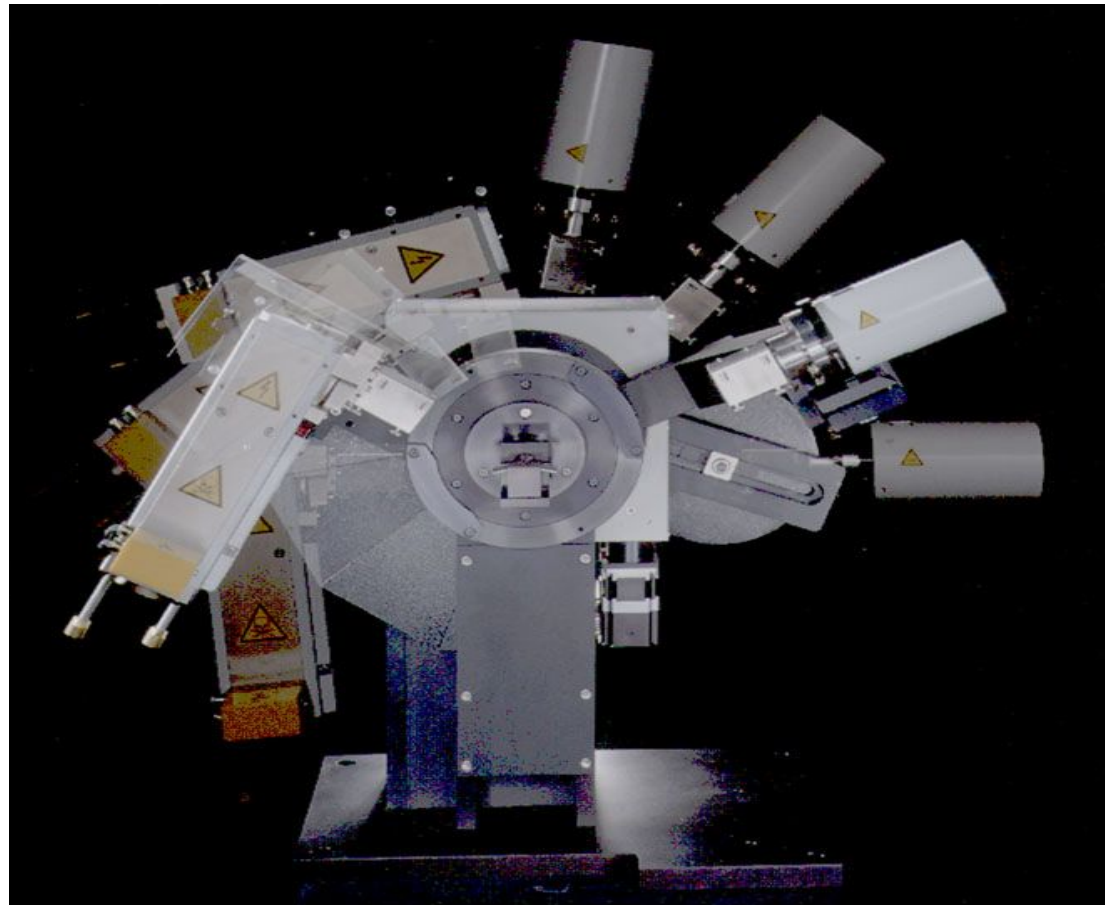


Рис. 21.

Рентгеновский дифрактометр ДРОН-6



ГУР-9;



Рис.22.

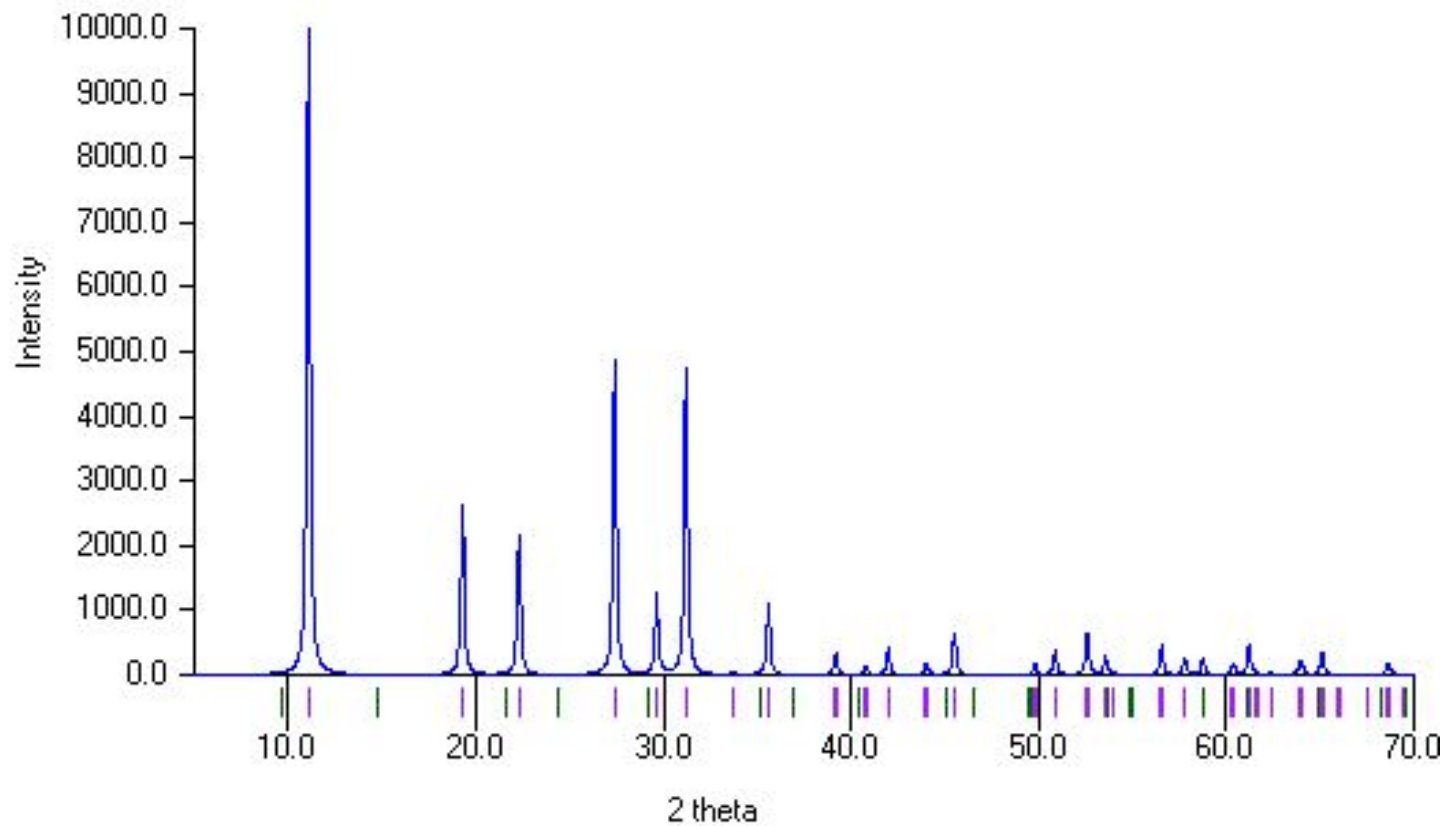


Рис. 23. Дифракционная картина берилла