

№ 2267

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РФ

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ АВТОНОМНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ  
ВЫСШЕГО ПРОФЕССИОНАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ  
«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ «МИСиС»

Кафедра функциональных наносистем  
и высокотемпературных материалов

Э.Л. Дзидзигури

Е.Н. Сидорова

# Методы исследования характеристик и свойств металлов

Исследование металлов  
на рентгеновском дифрактометре  
«Дифрей»

Лабораторный практикум

Рекомендовано редакционно-издательским  
советом университета



Москва 2013

УДК 669.02/9  
Д43

Рецензент  
д-р физ.-мат. наук, проф. *А.Л. Петелин*

**Дзидзигури, Э.Л.**

Д43 Методы исследования характеристик и свойств металлов : исследование металлов на рентгеновском дифрактометре «Дифрей» : лаб. практикум / Э.Л. Дзидзигури, Е.Н. Сидорова. – М. : Изд. Дом МИСиС, 2013. – 138 с.  
ISBN 978-5-87623-751-4

В лабораторном практикуме изложено описание устройства дифрактометра «Дифрей» и его программного обеспечения. В отдельной главе приведены лабораторные работы по исследованию материалов методами рентгеновской дифрактометрии. Представленный материал является руководством к практической работе по съёмке дифрактограмм на дифрактометре «Дифрей» и определению фазового состава, параметров кристаллической структуры, размеров областей когерентного рассеяния (ОКР) у порошковых материалов, а также решению разнообразных задач материаловедения.

Лабораторный практикум предназначен для бакалавров и магистров, обучающихся по направлениям 150100 «Материаловедение и технологии материалов», 150400 «Металлургия», 152100 «Наноматериалы», а также для студентов, магистрантов и аспирантов других направлений и слушателей курсов повышения квалификации. Может быть полезен преподавателям, инженерам и научным работникам, не имеющим специальной подготовки для работы на рентгеновском дифрактометре с позиционно-чувствительным детектором.

**УДК 669.02/9**

**ISBN 978-5-87623-751-4**

© Э.Л. Дзидзигури,  
Е.Н. Сидорова, 2013

## СОДЕРЖАНИЕ

|  |     |
|--|-----|
| Введение   | 4   |
| 1 Устройство дифрактометра   | 8   |
| 2 Модуль <i>Съёмка</i>   | 22  |
| 3 Модуль <i>Обработка</i>  | 30  |
| Вкладка <i>Калибровка</i>  | 36  |
| Вкладка <i>Анализ</i>  | 38  |
| Вкладка <i>Сшивка</i>  | 40  |
| Вкладка <i>Lwave + обраб</i>   | 43  |
| 4 Модуль <i>Анализ</i>   | 48  |
| Вкладка <i>Список</i>  | 57  |
| Окно <i>Расчёт параметров элементарной ячейки</i>                                | 62  |
| Окно <i>База данных</i> для проведения ручного поиска фаз по базе данных         | 63  |
| Окно <i>Окно поиска</i> для проведения автоматического поиска фаз по базе данных | 69  |
| Вкладка <i>Предварительная обработка (Пред.обр.)</i>                             | 74  |
| Вкладка <i>Расчёт ОКР</i>  | 78  |
| 5 Проведение калибровки  | 81  |
| 6 Съёмка дифрактограмм   | 88  |
| 7 Сшивка рентгенограмм   | 91  |
| 8 Вычитание фона   | 97  |
| Ручное вычитание фона  | 97  |
| Автоматическое вычитание фона  | 100 |
| 9 Качественный фазовый анализ  | 102 |
| Качественный фазовый анализ в ручном режиме                                      | 103 |
| Автоматический поиск фаз для качественного фазового анализа                      | 104 |
| 10 Расчёт межплоскостных расстояний  | 109 |
| Расчёт межплоскостных расстояний по максимумам пиков                             | 109 |
| Расчёт межплоскостных расстояний по центру тяжести пика                          | 114 |
| 11 Расчёт параметров элементарной ячейки   | 118 |
| 12 Расчёт среднего размера ОКР и распределения ОКР по размерам                   | 121 |
| 13 Лабораторные работы   | 131 |
| Список использованных источников   | 137 |

## Введение

В настоящее время рентгеновская дифрактометрия является одним из наиболее мощных и распространенных инструментов исследования материалов. Метод позволяет определять фазовый качественный и количественный составы вещества, параметры элементарной ячейки кристаллов, величину макро- и микроискажений, дефекты кристаллической решётки, размеры областей когерентного рассеяния, ориентировку монокристаллов и уровень упругих деформаций кристаллической решётки, исследовать текстуры. Рентгеновская дифрактометрия является методом неразрушающего контроля. Кроме того, популярность и распространённость рентгеновского анализа для исследования структуры вещества обусловлена его простотой и экономичностью по сравнению с другими дифракционными методами.

Главными компонентами дифрактометра являются рентгеновская трубка и детектор. Они размещаются на гониометре – устройстве прецизионной установки геометрических параметров съёмки. Гониометр позволяет точно задать угол облучения образца рентгеновским лучом и определить угол брэгговского отражения  $\theta$  излучения от образца.

На рисунке 1 представлена схема гониометра от плоского образца по методу Брэгга – Брентано. Источник излучения (рентгеновская трубка) и счётчик (детектор) рентгеновского излучения располагаются на одной окружности, в центре которой находится плоский образец. В процессе измерения счётчик перемещается по окружности и регистрирует в каждой точке интенсивность отражённого рентгеновского излучения в течение определённого интервала времени. При изменении положения детектора на угол  $2\theta$  образец поворачивается на угол  $\theta$ , в 2 раза меньший угла поворота счётчика.

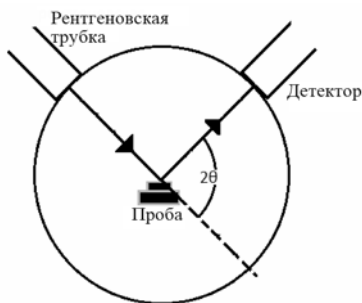


Рисунок 1 – Схема гониометра при пошаговой съёмке по методу Брэгга – Брентано

Наиболее известные рентгеновские дифрактометры, например «ДРОН» или Rigaku, осуществляют анализ в пошаговом режиме. Это означает, что детектор в процессе измерений производит регистрацию количества импульсов от начального до конечного угла съёмки последовательно через определённый интервал (шаг) и в течение заданного времени экспозиции в каждой точке.

Однако в пошаговом режиме съёмки заложен большой недостаток – длительность эксперимента. Для уменьшения времени одного анализа возникает необходимость использования рентгеновских трубок мощностью от 1000 до 3000 Вт. Это, в свою очередь, требует применения серьёзных мер защиты окружающей среды от ионизирующего излучения.

Хорошо известно, что рентгеновское излучение способно негативно воздействовать на ткани живых организмов. Это может быть причиной возникновения многих тяжёлых заболеваний. Рентгеновское излучение является также мутагенным фактором. Непосредственному влиянию рентгеновского излучения подвергаются научно-технические работники, обслуживающие и использующие исследовательскую рентгеновскую аппаратуру. Вследствие этого персоналу, работающему с рентгеновским излучением, необходимо обеспечивать специальные меры защиты.

Решением проблемы длительности эксперимента является применение координатно-чувствительных детекторов, которые позволяют регистрировать дифракционную картину одновременно в большом интервале углов. Использование координатно-чувствительных детекторов реализовано в линейке рентгеновских дифрактометров «Дифрей».

*Дифрей 401 – это настольный рентгеновский дифрактометр, предназначенный для решения широкого круга аналитических, технологических и научно-исследовательских задач материаловедения. Основное назначение прибора – качественное и количественное определение фазового состава порошковых проб, проволоки, пластин, монокристаллов и т.д. Достоинствами прибора является компактность, лёгкость перестройки режимов съёмки (замена рентгеновской трубки, детектора), экспрессность съёмки, простота эксплуатации, экологическая безопасность, невысокая стоимость.*

Использование координатно-чувствительных детекторов обеспечивает высочайшую скорость проведения эксперимента и одновременно очень большое по сравнению с пошаговой съёмкой время экспозиции. Например, для пошаговой съёмки интервала  $50^\circ$  с шагом  $0,05^\circ$  и экспо-

зией 5 с требуется  $50/0,05 \cdot 5 = 1,4$  ч. Этот же угловой интервал дифрактометр с координатно-чувствительным детектором регистрирует за 5...15 мин, при этом продолжительность экспозиции в каждой точке этого интервала составляет 120, 300, 600 и более секунд.

Большие возможности по набору статистических данных позволяют, в свою очередь, снизить мощность используемой рентгеновской трубки. В рентгеновских дифрактометрах «Дифрей» применяются трубки мощностью 100 Вт, что в 10–30 раз меньше, чем в приборах с пошаговой регистрацией. В свою очередь, резко сокращается продолжительность одного исследования, которая составляет в приборах «Дифрей» для фазового анализа 10...15 мин против 1,5...2 ч в традиционных дифрактометрах. Малая мощность источника позволяет использовать более мягкое рентгеновское излучение, например, хрома. Данные усовершенствования в совокупности с применением защитного корпуса и автоматического отключения (блокировки) рентгеновского источника при открывании прибора обеспечивают полную радиационную безопасность рентгеновских дифрактометров «Дифрей».

Радиационная безопасность прибора подтверждена «Санитарно-эпидемиологическим заключением», на основании которого прибор освобождён от радиационного контроля и учета, а также от необходимости оформления специального разрешения (лицензии) на право работы с ним. Благодаря высокой радиационной безопасности для размещения рентгеновского дифрактометра «Дифрей» не требуется специального помещения, а рядом с ним могут находиться другие приборы и персонал, не связанный с работой с источниками ионизирующего излучения.

Таким образом, использование прибора, в котором регистрация дифракционной картины осуществляется координатно-чувствительным детектором, позволяет проводить исследования студентам и аспирантам, не имеющим специальной подготовки, без угрозы для здоровья. Можно надеяться, что в ближайшие годы дифрактометры «Дифрей» станут привычным средством исследования материалов в высших учебных заведениях.

Лабораторный практикум предназначен для приобретения практических навыков работы на дифрактометре: съёмке дифрактограмм, обработке полученных графиков и расчёту по экспериментальным данным различных характеристик исследуемых материалов. Принята следующая методика изложения материала: вначале

приведены сведения по устройству и программному обеспечению дифрактометра «Дифрей», затем даны лабораторные работы и примеры решения материаловедческих задач.

Авторы выражают благодарность сотрудникам ЗАО «Научные приборы» С.Н. Архипову, А.В. Богомазову, В.И. Николаеву, Л.А. Пянковой, А.Г. Сатарову и П.К. Шульженко за неоценимую помощь в подготовке рукописи.

## 1 Устройство дифрактометра

Установка «Дифрей-401» (рисунок 2) состоит из настольного приборного корпуса 1, персонального компьютера IBM PC 2, системы водяного охлаждения источника рентгеновского излучения 3 и системы газоснабжения детектора рентгеновского излучения 4.

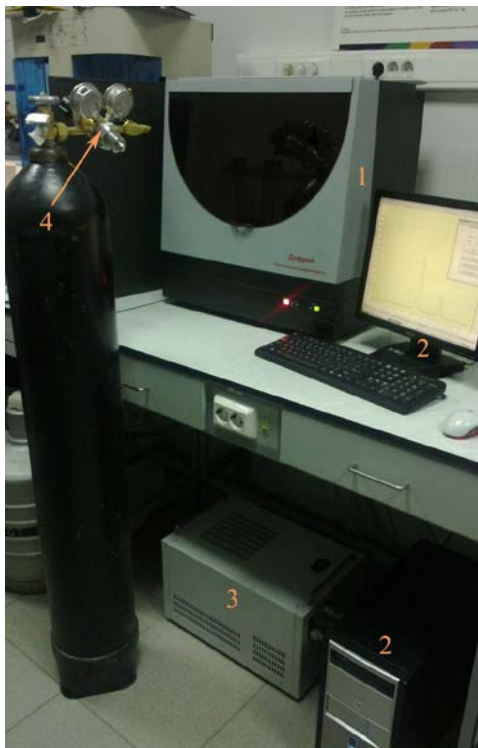


Рисунок 2 – Установка «Дифрей-401»:  
1 – приборный корпус; 2 – компьютер;  
3 – система водяного охлаждения;  
4 – система газоснабжения детектора

В приборном корпусе располагается дифрактометр. От воздействия рентгеновского излучения операторов предохраняет дюралевый кожух и защитная крышка, изготовленная из просвинцованного стекла. Передняя стенка кожуха может подниматься (рисунок 3). Если в момент поднятия крышки включён источник рентгеновского излучения, то срабатывает блокировка и рентгеновская трубка выключается.

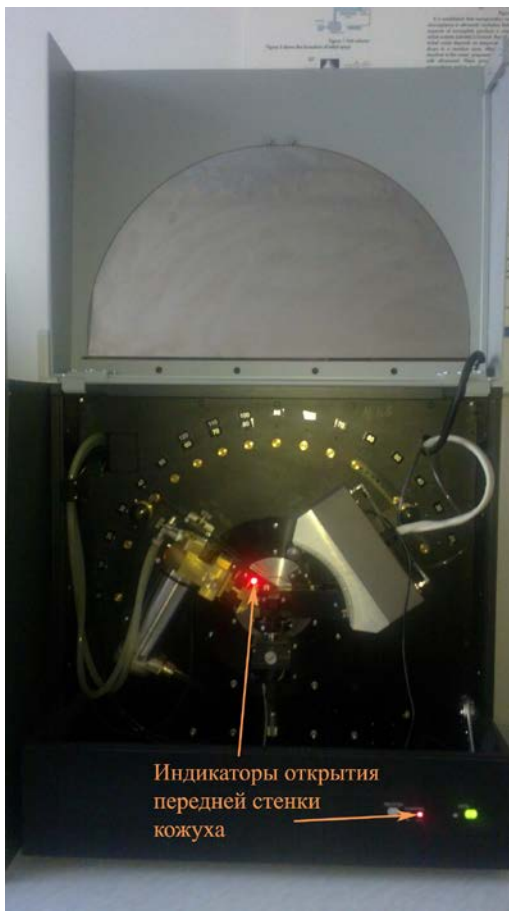


Рисунок 3 – Дифрактометр  
с открытой передней стенкой кожуха

Подъём металлического кожуха необходим при осуществлении различного рода наладочных работ, например, юстировке или замене рентгеновской трубки. Для смены образцов достаточно поднимать стеклянную крышку (рисунок 4).

Если стеклянная крышка открывается, когда включена рентгеновская трубка, то срабатывает блокировочный выключатель (рисунок 5), внутри рентгеновской трубки закрывается специальная шторка и рентгеновское излучение перестаёт попадать в рабочее пространство дифрактометра.



Рисунок 4 – Дифрактометр с открытой защитной стеклянной крышкой

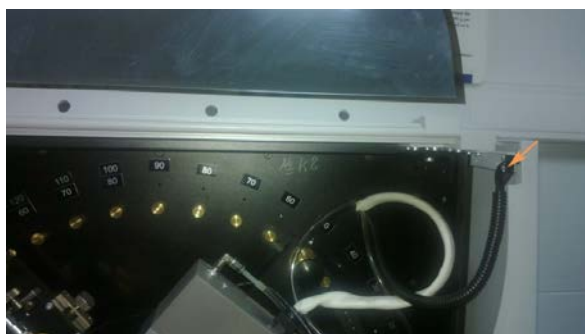


Рисунок 5 – Блокировочный выключатель (указан стрелкой)

На внешней стенке корпуса (рисунок 6) установлены переключатели и индикаторы работы дифрактометра.

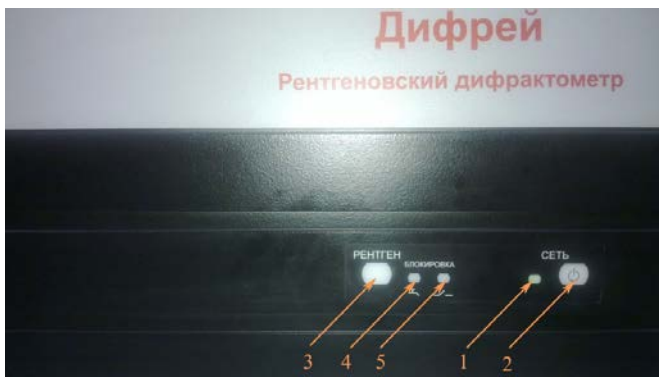


Рисунок 6 – Переключатель и индикаторы работы дифрактометра:

- 1 – индикатор сети; 2 – кнопка включения электропитания;
- 3 – кнопка включения высокого напряжения на рентгеновской трубке;
- 4 – индикатор подачи воды; 5 – индикатор открытия передней стенки кожуха

Зелёный цвет индикатора 1 показывает, что прибор включён в сеть электропитания. При нажатии сенсорной кнопки «СЕТЬ» 2 включается электропитание дифрактометра, сама кнопка начинает светиться зелёным цветом, индикатор 1 выключается. Кнопка «РЕТЕНГЕН» 3 включает высокое напряжение на источнике рентгеновского излучения, при этом она начинает светиться красным цветом. Если индикаторы 4 и 5 загораются красным цветом, то это означает, что сработала блокировка работы дифрактометра вследствие нарушения условий безопасного функционирования. Индикатор 4 загорается красным цветом, когда нарушена подача воды. Индикатор 5 загорается красным цветом, когда открывается металлический кожух прибора (см. рисунок 3). В случае срабатывания какой-либо блокировки источник рентгеновского излучения выключается автоматически.

Внутри корпуса установлен двухосевой гониометр (рисунок 7), закреплённый на массивной разделительной плите 1. За плитой размещаются источники питания, плата управления, двигатели держателя образцов и преобразователь выходного сигнала детектора.

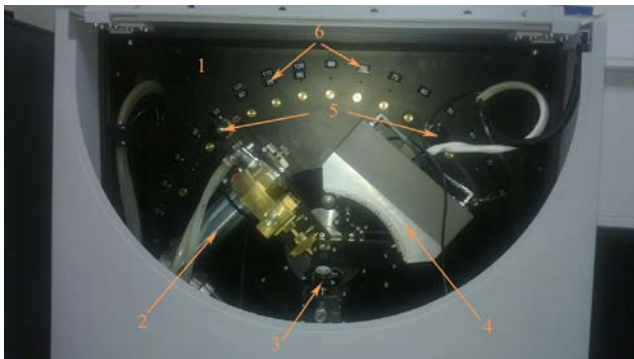


Рисунок 7 – Гониометр: 1 – плата; 2 – источник рентгеновского излучения (рентгеновская трубка); 3 – держатель образцов; 4 – изогнутый координатно-чувствительный детектор; 5 – винты закрепления источника и детектора; 6 – шкалы

Гониометр включает в себя источник рентгеновского излучения (рентгеновская трубка) 2, держатель образцов 3 и изогнутый координатно-чувствительный детектор 4. Фокусировка в дифрактометре осуществляется по схеме Брегга – Брентано. Радиус гониометра 114 мм. Диапазон углов  $2\theta$ , в котором возможно проведение съёмки, составляет от 0 до  $154^\circ$ .

В центре дифрактометра расположен держатель образцов (рисунок 8).

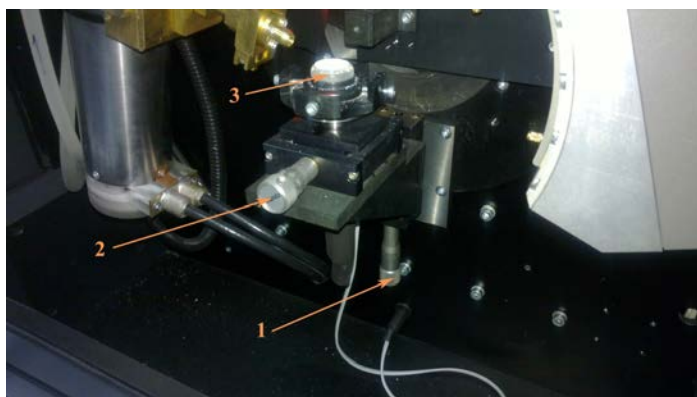


Рисунок 8 – Держатель образцов:  
1 – винт вертикальной регулировки; 2 – винт горизонтальной регулировки; 3 – кювета с образцом

В данном приборе установлен двухкоординатный столик, снабжённый винтами вертикальной 1 и горизонтальной регулировки 2. Исследуемое вещество помещается в специальную кювету 3. Во время съёмки рентгенограммы кювета вращается в горизонтальной плоскости.

Вокруг держателя образцов в вертикальной плоскости вручную передвигаются источник и детектор рентгеновского излучения, которые фиксируются в заданном положении винтами (см. рисунок 7, позиция 5). По внешней шкале гониометра передвигается детектор, по внутренней шкале – рентгеновская трубка.

Углы установки источника  $\alpha$  и детектора  $\beta$  (рисунок 9) определяются по круговым шкалам (см. рисунок 7, позиция 6). При этом сумма углов установки равна двойному углу дифракции:  $\alpha + \beta = 2\theta$ .

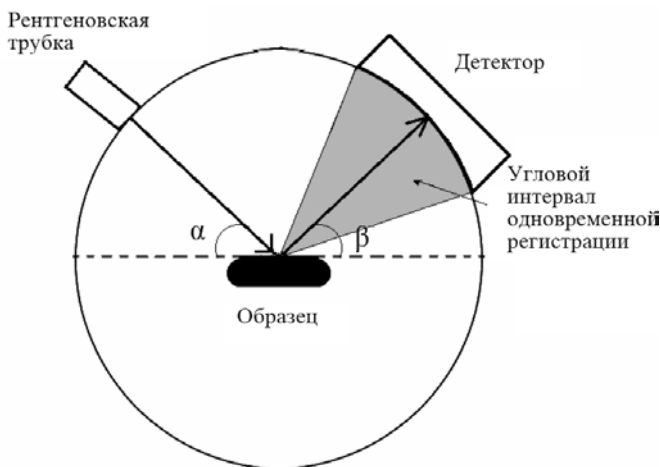


Рисунок 9 – Углы установки источника  $\alpha$  и детектора  $\beta$

В ходе съёмки источник и детектор неподвижны. Дифрактограмма регистрируется одновременно в диапазоне углов  $2\theta$ , составляющим  $58^\circ$ . Если нужно получить дифрактограмму в диапазоне  $2\theta$ , превышающем  $58^\circ$ , то рентгеновскую трубку и детектор необходимо передвинуть в новые положения  $\alpha$  и  $\beta$ , после чего произвести следующую съёмку. На рисунке 7 угол  $\alpha = 50^\circ$ ,  $\beta = 50^\circ$ , на рисунке 10 –  $\alpha = 20^\circ$ ,  $\beta = 20^\circ$ .

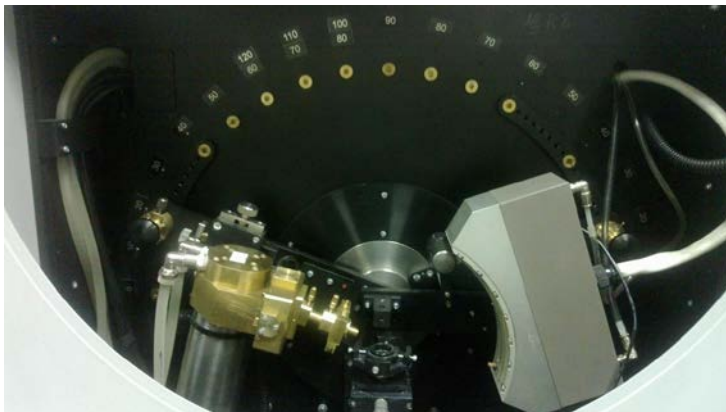


Рисунок 10 – Установка рентгеновской трубки ( $\alpha = 20^\circ$ ) и детектора ( $\beta = 20^\circ$ )

Для одного и того же углового интервала измерений  $2\theta$  можно одновременно менять углы установки рентгеновской трубки  $\alpha$  и детектора  $\beta$ , сохраняя постоянной их сумму  $\alpha + \beta$ . Однако наибольшая точность достигается при симметричной съёмке, когда  $\alpha = \beta$ .

Время съёмки одного углового интервала обычно составляет от десятков секунд до несколько минут. Верхнего предела у времени съёмки нет.

В качестве источника рентгеновского излучения в дифрактометре применяются острофокусные рентгеновские трубки марки БСВ-33 производства АОЗТ «Светлана – Рентген», Россия. При сравнительно небольшой мощности, от 50 до 150 Вт в зависимости от типа анода, данный тип трубок обеспечивает достаточно высокую силу рентгеновского излучения. Это достигается благодаря маленькой поперечной площади рентгеновского луча, равной всего  $0,1 \text{ мм}^2$ . Рабочий режим рентгеновских трубок марки БСВ-33 составляет  $3...4 \text{ мА}$  и  $25...30 \text{ кВ}$ . В данном дифрактометре возможно использование источников с анодами из Cr, Fe, Co и Cu.

Поскольку анод рентгеновской трубки нагревается при работе, в дифрактометре предусмотрено его охлаждение автономным источником воды (см. рисунок 2, позиция 3).

*Существуют различные варианты процесса охлаждения компонентов измерительных приборов. В качестве охлаждающего тела может применяться воздух, газовые смеси, масло, жидкие углеводороды. Но самым доступным и простым в реализации, а потому и чаще всего использу-*

емым, является водяное охлаждение. В простейшем случае применяется проточная вода из водопровода. В этом случае холодная вода из водопровода подается в охлаждаемую часть установки. Нагретая вода сливается в канализацию. Схема предельно проста. Однако за этой простотой скрывается серьезный недостаток. В случае нарушения подачи воды из водопровода работа на установке становится невозможной.

Кардинальным решением данного вопроса является установка автономной системы охлаждения. Устроена она несложно, наподобие современной системы отопления, в которой вода в радиаторы подается циркуляционным насосом. Основными частями автономной системы охлаждения (рисунок 11) являются: ёмкость, содержащая запас воды 1; насос, который прокачивает воду по контуру «ёмкость – рентгеновская трубка – ёмкость» 2; соединительные трубки 3.

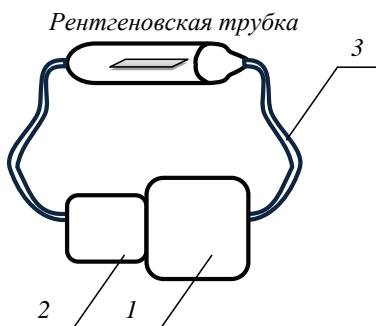


Рисунок 11 – Схема системы автономного охлаждения дифрактометра

Детектор представляет устройство, преобразующее попадающее в него рентгеновское излучение в электрический сигнал. Регистрация дифракционной картины в дифрактометрах «Дифрей» производится координатно-чувствительным (или позиционно-чувствительным) детектором (см. рисунок 7, позиция 4), работа которого основана на явлении газового усиления, как и в традиционных пропорциональных счётчиках.

**Пропорциональный счётчик** – газоразрядный прибор для регистрации ионизирующих излучений.

Принципиальная схема пропорционального счётчика (детектора) представлена на рисунке 12. Чаще всего корпус детекторов выполняется в виде цилиндра 1, рабочее пространство 2 которого заполнено нейтральным газом. Катод 3 также представляет собой цилиндр, расположенный соосно корпусу

счётчика. Внутри рабочего пространства счётчика протянута тонкая металлическая проволока – анод 4. Между анодом и катодом приложено высокое напряжение порядка 1,5...3 кВ. В корпусе детектора имеется входное окно 5, выполненное из бериллия – материала, хорошо пропускающего рентгеновские лучи. Это окно может быть расположено как в торце, так и на боковой поверхности корпуса.

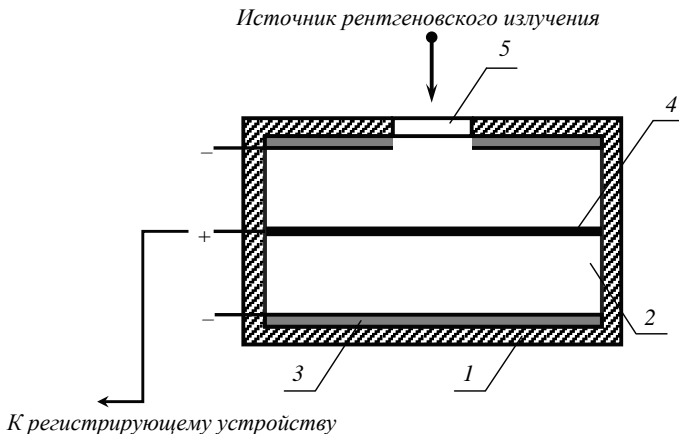


Рисунок 12 – Принципиальная схема координатно-чувствительного детектора: 1 – корпус; 2 – рабочее пространство; 3 – катод; 4 – анод; 5 – входное окно

Работа пропорционального счётчика основана на явлении газового усиления. Кванты рентгеновского излучения, попадая в счётчик, вызывают ионизацию рабочего газа детектора, создавая пары ион–первичный электрон. Под действием электрического поля электроны движутся к аноду, ионы – к катоду. Первичные электроны за счёт больших электрических полей приобретают энергию, достаточную для ударной ионизации следующих нейтральных атомов газа. Образующиеся вторичные электроны вместе с первичными участвуют в дальнейшей ионизации газа. Таким образом, один квант рентгеновского излучения вызывает ионизацию нескольких сотен атомов. В результате, к аноду будет двигаться нарастающая электронная лавина.

Принципиальное устройство координатно-чувствительных детекторов подобно пропорциональным счётчикам. Координатно-чувствительные детекторы состоят из корпуса 1, рабочего пространства 2, катода 3, анода 4 и входного окна 5 (рисунок 13).



Рисунок 13 – Схема координатно-чувствительного детектора:

1 – корпус; 2 – рабочее пространство; 3 – катод; 4 – анод;  
5 – входное окно

Рабочее пространство 2 заполняется чаще всего аргон-метановой смесью  $Ar + CH_4$ . В особых случаях, для увеличения быстродействия устройства, используется газовая смесь состава  $He + CH_4$ .

Однако имеется ряд отличий, обуславливающих новое качество позиционно-чувствительных детекторов.

Корпус имеет C-образную форму. Катод выполнен в виде прямоугольника, а не цилиндра. Щелевое входное отверстие расположено с боковой поверхности счётчика. Основным отличием координатно-чувствительных детекторов от пропорциональных счетчиков является применение анода не из металлической, а из стеклянной нити, покрытой оксидами металлов. Использование непроводящих материалов позволяет повысить сопротивление анода, которое в координатно-чувствительных детекторах составляет порядка 100 кОм.

В традиционном пропорциональном счетчике электрический импульс, поступающий в регистрирующее устройство, не зависит от места поглощения электронов анодом. Другая картина возникает, если нить анода имеет заметное сопротивление. В этом случае происходит увеличение времени сбора импульсов, абсолютное значение которого пропорционально длине анода. Кроме того, одновременная регистрация сигнала с обоих концов анода даёт возможность определения координаты поглощения электронов. Например, задержка им-



Для этого достаточно поставить на пути рентгеновского луча селективно поглощающий фильтр – тонкую пластинку из вещества, содержащего элемент с порядковый номер на единицу (иногда – две) ниже порядкового номера вещества анода.  $\alpha$ -лучи легко пройдут через фильтр,  $\beta$ -лучи выйдут из фильтра ослабленными во много раз. Происходит это потому, что при разнице порядковых номеров вещества анода и фильтра на единицу скачок коэффициента поглощения лучей в веществе фильтра лежит как раз между линиями  $\alpha$  и  $\beta$  анода.



Рисунок 15 –  $\beta$ -фильтр,  
прикрепленный к детектору рентгеновского излучения

Используемый в дифрактометре координатно-чувствительный детектор является проточным, т.е. газ должен постоянно подаваться в рабочее пространство счётчика и отводиться из него. Рабочий газ, в данном приборе это аргон-метановая смесь, поступает в детектор

из баллона (см. рисунок 2, позиция 4). Подача газа контролируется специальным индикатором, установленным на задней стенке корпуса прибора (рисунок 16).



Рисунок 16 – Индикатор подачи газа

Индикатор состоит из пластмассовой U-образной пробирки, заполненной жидкостью – вакуумным маслом. Когда газ выключен, уровень жидкости в обоих коленах пробирки одинаков. В рабочем состоянии поступающий из баллона газ изменяет соотношение уровней жидкости, как показано на рисунке 16. Скорость подачи газа можно оценить по интенсивности выделяющихся пузырьков.

Регистрация, обработка и хранение экспериментальных данных производится на персональном компьютере с процессором Pentium IV, RAM 1024Мб, HDD объемом памяти от 500 Гб и лицензионной версией ОС Windows 2000/XP (см. рисунок 2, позиция 2). Совместная работа с дифрактометром осуществляется с помощью программы Difract, которая состоит из трех модулей: *Съёмка* (Difract\_Mesuring), *Обработка* (Difract\_Work), *Анализ* (Difract\_Base) (рисунок 17).

Модуль *Съёмка* позволяет управлять работой прибора: устанавливать ток и напряжение на трубке и детекторе, проводить набор спектра, отображать дифрактограмму в режиме реального времени на мониторе, сохранять файлы.

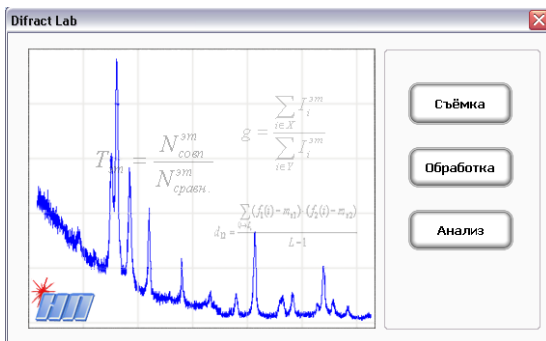


Рисунок 17 – Стартовая панель программы Diffract

Модуль **Обработка** предоставляет возможность сшивать части дифрактограмм, сглаживать экспериментальные кривые, вычитать фон, аппроксимировать пики, сравнивать дифрактограммы, конвертировать файлы в различные форматы.

Модуль **Анализ** предназначен для проведения фазового анализа, осуществления автоматического поиска соединений по базе данных, расчёта параметров элементарной ячейки и ОКР.

## 2 Модуль *Съёмка*

Запуск модуля *Съёмка* осуществляется из стартовой панели (см. рисунок 17). После загрузки модуля на экране монитора появляются два окна (рисунок 18).

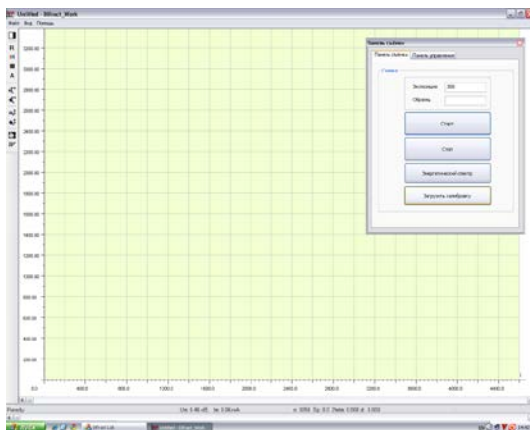


Рисунок 18 – Модуль *Съёмка*, стартовое окно

Большое окно – окно вывода дифрактограмм – служит для отображения дифракционной картины в ходе эксперимента. При включении модуля *Съёмка* на нём визуализируются светло-зелёное поле с сеткой и осями координат «номер канала – интенсивность излучения» (см. рисунок 18). В ходе эксперимента дифракционная картина обновляется каждые 5 с.

Слева от окна вывода дифрактограмм находится вертикальная боковая панель (панель быстрого доступа), которая содержит кнопки управления, снабженные всплывающими подсказками:



– свёртка малого окна, т.е. просмотр дифракционной картины во весь экран (рисунок 19);



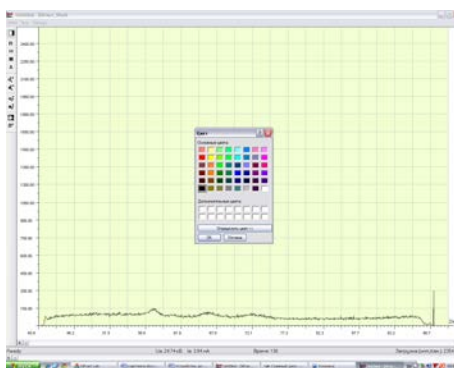
– очистка окна вывода дифрактограмм;



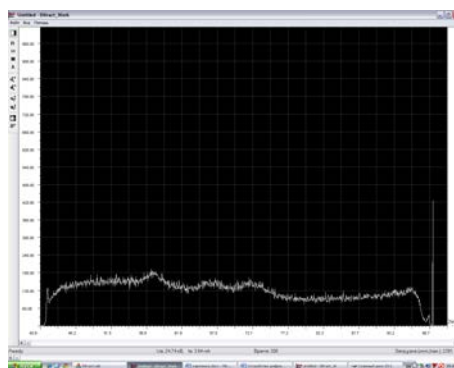
– выбор цвета экрана. При нажатии этой кнопки открывается окно, как показано на рисунке 20, а. Выбранным цветом (выделено рамочкой) в данном случае является чёрный. После нажатия на кнопку **OK** окно вывода дифрактограмм будет выглядеть так, как показано на рисунке 20, б;



Рисунок 19 – Модуль *Съёмка*, просмотр дифракционной картины во весь экран



*а*



*б*

Рисунок 20 – Модуль *Съёмка*, выбор цвета экрана

 – снятие сетки с окна вывода дифрактограмм (рисунок 21);

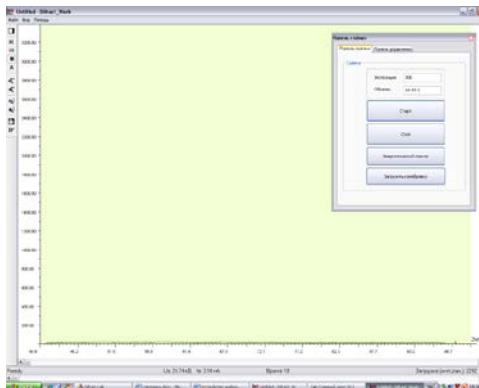

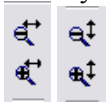


Рисунок 21 – Модуль *Съёмка*, окно вывода дифрактограмм без сетки

 – установка автоматического масштаба по оси  $Y$ ;

 – изменение масштаба графика по горизонтали и вертикали;

 – видеочамера;

 – сохранение дифрактограммы в формате Word.

Под окном вывода дифрактограмм находится строка, на которой происходит индикация значений тока и напряжения на рентгеновской трубке. На рисунке 18 отображены значения тока и напряжения, когда рентгеновская трубка ещё не включена, на рисунке 22 – в рабочем состоянии.

Правее в ходе эксперимента индицируется текущее время съёмки (см. рисунок 22).

Когда съёмка не производится, индикация времени сменяется строкой, содержащей значения номера канала  $n$ , угла дифракции  $2\theta$ , межплоскостного расстояния  $d$ , соответствующих той точке рентгенограммы, на которую указывает стрелка мышки (рисунок 23).

Малое окно содержит две вкладки: *Панель съёмки* и *Панель управления*. При загрузке окно отображается на экране с открытой вкладкой *Панель съёмки* (см. рисунок 18).

Вкладка *Панель съёмки* содержит поля ввода *Экспозиция*, *Образец* и клавиши *Старт*, *Стоп*, *Энергетический спектр*, *Загрузка калибровки*.

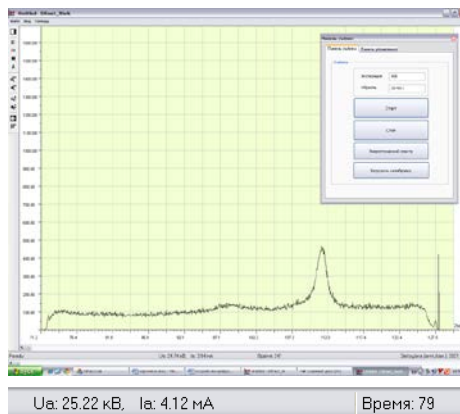


Рисунок 22 – Модуль *Съёмка*, индикация тока и напряжения на рентгеновской трубке и текущего времени съёмки

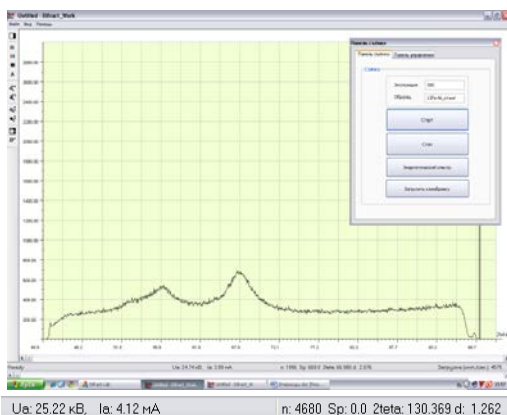


Рисунок 23 – Модуль *Съёмка*, индикация номера канала, угла  $2\theta$  и межплоскостного расстояния

В поле *Экспозиция* устанавливается числовое значение времени съёмки (экспозиции) образца в данном интервале углов в секундах. На рисунке 23 это 300 с. Минимальное значение времени съёмки 1 с, максимальное значение не ограничено. Экспозиция устанавливается в зависимости от природы материала исследуемого образца, его размеров, совершенства кристаллической структуры и других факторов. Практика показала, что для получения качественных рентгенограмм необходимо устанавливать такое время съёмки, чтобы интенсивность максимального пика была не менее 1000 импульсов.

В поле **Образец** присваивается имя файлу, в который будет записан результат измерения. Название файла может содержать буквы русского и латинского алфавитов, цифры, дефис, нижнее подчёркивание. Нельзя использовать знаки №, \$, @, \*, +, = и другие специальные символы. Количество знаков в названии файла не ограничено, однако необходимо руководствоваться соображениями удобства при дальнейшей работе с файлом. На рисунке 23 образцу присвоено имя «12Fe-Ni\_отжиг».

Клавиша **Старт** – начало съёмки дифрактограммы.

Клавиша **Стоп** – прерывание съёмки дифрактограммы.

Клавиша **Энергетический спектр** – при нажатии данной клавиши открывается дополнительное окно с графиком энергетического спектра, регистрируемого детектором. Данный спектр является суммой излучения рентгеновской трубки и вторичного излучения образца (рисунок 24).

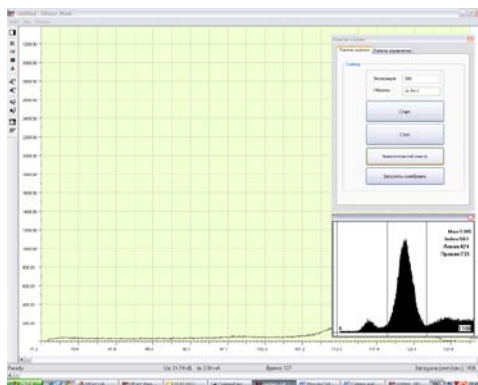


Рисунок 24 – Модуль **Съёмка**, график энергетического спектра

Энергетический спектр закрасен на графике чёрным цветом. Вертикальные линии обозначают границы пика энергетического излучения трубки. Выставленные границы позволяют выделить полезный сигнал, формирующий дифракционную картину, и отсечь вторичное излучение, ответственное за интенсивность фона. В правом верхнем углу выводится информация об интенсивности и положении максимума энергетического излучения, его интенсивности, а также его правой и левой границе.

Установка границ энергетического спектра осуществляется следующим образом:

- поставить курсор на левый край максимума (или любое необходимое значение энергетического спектра);
- нажать левую кнопку мыши;
- удерживая левую кнопку мыши, вести курсор к правому краю максимума (или к любому необходимому значению энергетического спектра);
- отпустить левую кнопку мыши.

Клавиша **Загрузить калибровку** – загрузка калибровки.

Назначение калибровки заключается в присвоении каждому каналу детектора определённого значения угла  $2\theta$ . Если калибровку не проводить, то все отснятые файлы будут воспроизводиться в координатах канал–интенсивность (формат файла \*.pte). При этом различий по оси абсцисс у рентгенограмм, снятых в разных угловых интервалах, не будет, что видно из рисунка 25, а. После калибровки те же самые рентгенограммы будут располагаться, как показано на рисунке 25, б (формат файла \*.fii).

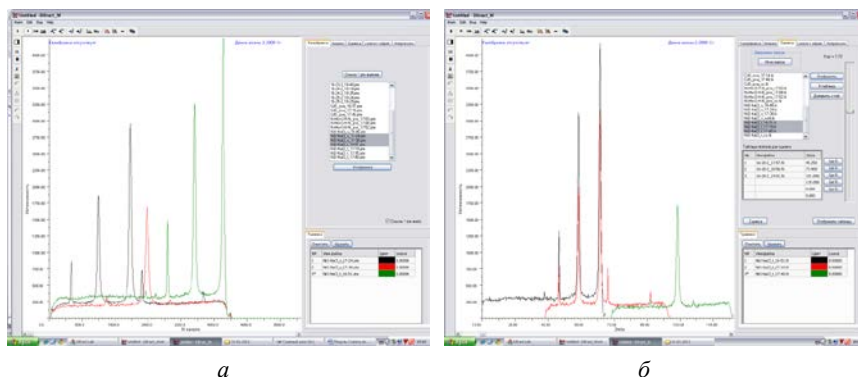


Рисунок 25 – Модуль **Обработка**, вывод дифрактограмм в формате \*.pte (а) и формате \*.fii (б)

Калибровка проводится с помощью эталона, в качестве которого могут использоваться разнообразные вещества, например, Si, Ge, SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. В данном дифрактометре калибровка проводится по порошку  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

Вкладка **Панель управления** (рисунок 26) содержит блоки **Система регистрации**, **Рентгеновская трубка** и **Параметры управления контроллером**.

Зелёный цвет индикатора означает, что на детекторе установлено рабочее напряжение, указанное в левом поле рядом с кнопкой **Установить**.

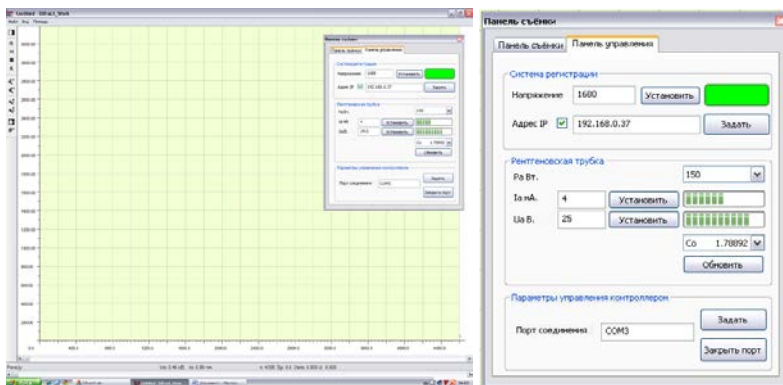


Рисунок 26 – Модуль *Съёмка*, вкладка *Панель управления*

IP адрес вводится один раз при первом запуске прибора.

В поле *Рентгеновская трубка* устанавливаются: мощность рентгеновской трубки *Ра Вт*, ток *Ia mA* и напряжение *Ua В* (рисунок 27), материал и длина волны излучения анода рентгеновской трубки (рисунок 28).

Данные значения тока и напряжения должны установиться на рентгеновской трубке при её включении, что отображается в окне *Съёмка* в нижней части экрана (см. рисунок 22). Установленные длина волны рентгеновского излучения, значения тока и напряжения на рентгеновской трубке сохраняются при последующих открытиях программы.

Окно *Параметры управления контроллером* предназначено для отладки прибора.

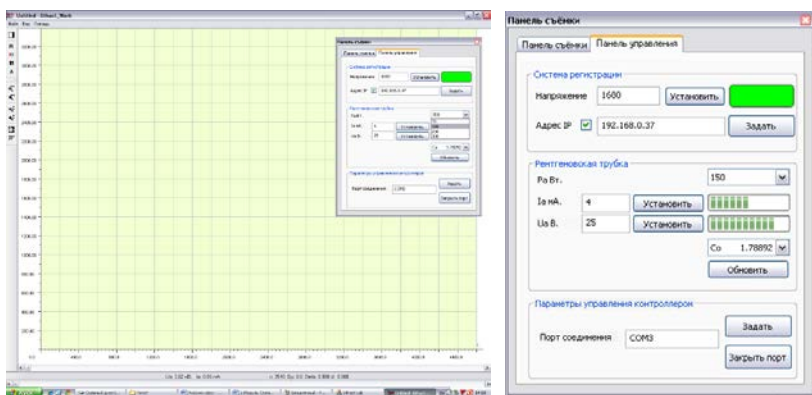


Рисунок 27 – Модуль *Съёмка*, установка мощности рентгеновской трубки во вкладке *Панель управления*

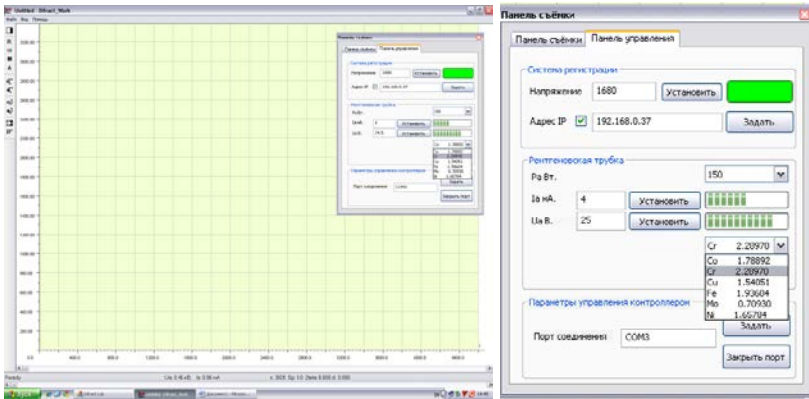


Рисунок 28 – Модуль *Съёмка*, установка материала анода и длины рентгеновского излучения во вкладке *Панель управления*

### 3 Модуль *Обработка*

Запуск модуля *Обработка* осуществляется из стартовой панели (см. рисунок 17). После загрузки модуля на экране монитора открывается вкладка *Калибровка* (рисунок 29).

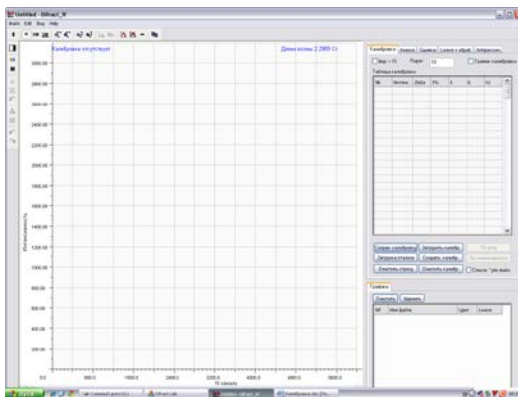


Рисунок 29 – Модуль *Обработка*, стартовое окно – вкладка *Калибровка*

Модуль *Обработка* состоит из пяти вкладок: *Калибровка*, *Анализ*, *Сшивка*, *Lwave + обраб*, *Аппроксимация* (см. рисунок 29). Постоянными для всех вкладок являются большое окно вывода дифрактограмм, окно *Графики*, а также вертикальная и горизонтальная панели быстрого доступа.

Окно вывода дифрактограмм расположено на большей части экрана. При включении на экране визуализируются светлое поле с сеткой и осями координат «номер канала – интенсивность излучения» (см. рисунок 29). Окно вывода дифрактограмм снабжено горизонтальным бегунком, позволяющим перемещать дифракционную картину по оси *X*.

Окно Графики находится в правом нижнем углу экрана, в нём выводятся названия файлов, дифрактограммы и штрих-диаграммы которых отображены в окне вывода дифрактограмм, и цвет соответствующего графика (рисунок 30).

Над окном *Графики* расположены кнопки *Очистить* и *Удалить*.

Очистить – удаляет все дифрактограммы, выведенные на экран.

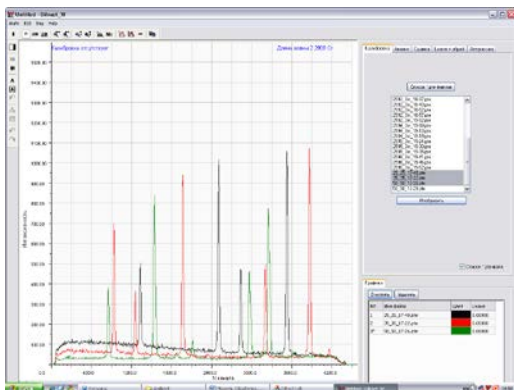


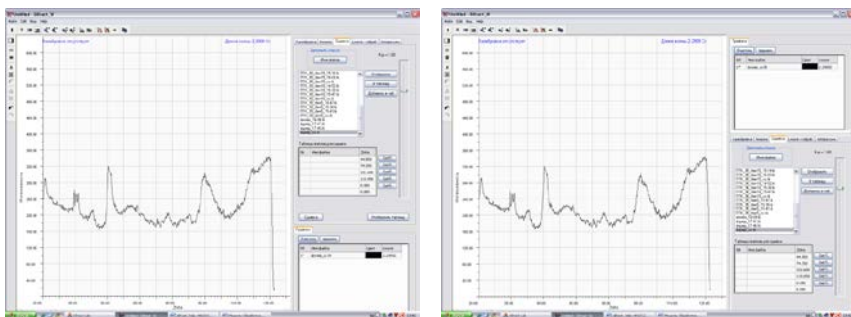
Рисунок 30 – Модуль **Обработка**,  
заполнение окна **Графики**

**Удалить** – удаляет файл из выделенной строки. Выделение обозначается звёздочкой \* около номера файла. На рисунке 30 это строка номер три.

В левом верхнем углу от окна вывода дифрактограмм находятся вертикальная и горизонтальная панели быстрого доступа, которые содержат кнопки управления, снабженные всплывающими подсказками.

Горизонтальная панель включает в себя следующие кнопки:

**↕** – смена расположения окон в правой части экрана (рисунок 31);



*a*

*б*

Рисунок 31 – Модуль **Обработка**, стартовый вид экрана (*a*);  
смена расположения окон в правой части экрана (*б*)

**п** – установка в окне просмотра дифракционной картины по горизонтальной оси координаты «номер канала» (рисунок 32);

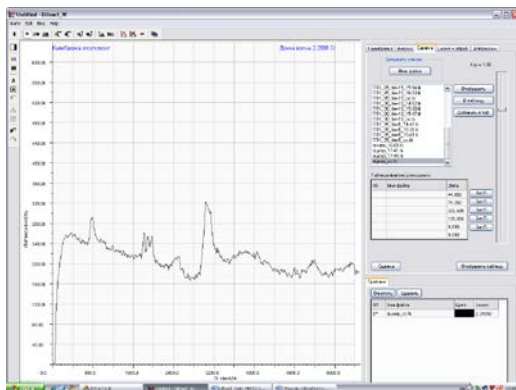
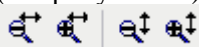


Рисунок 32 – Модуль **Обработка**, в окне просмотра дифракционной картины по горизонтальной оси установлена координата «номер канала»

**20** – установка в окне просмотра дифракционной картины по горизонтальной оси координаты «углы» – неравномерная шкала. Работает для файлов формата \*.pte при загруженной калибровке;

**20** – установка в окне просмотра дифракционной картины по горизонтальной оси координаты «углы» – равномерная шкала (см. рисунок 31);



– изменение масштаба графика по горизонтали и вертикали;



– автоматическая обработка дифракционного спектра – вычитание фона методом наименьших квадратов (рисунок 33);

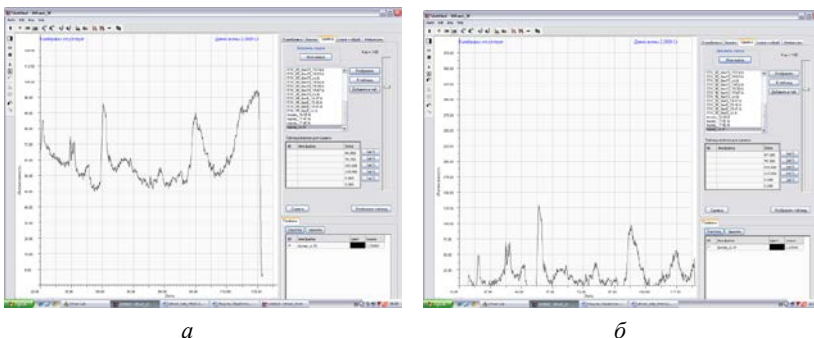
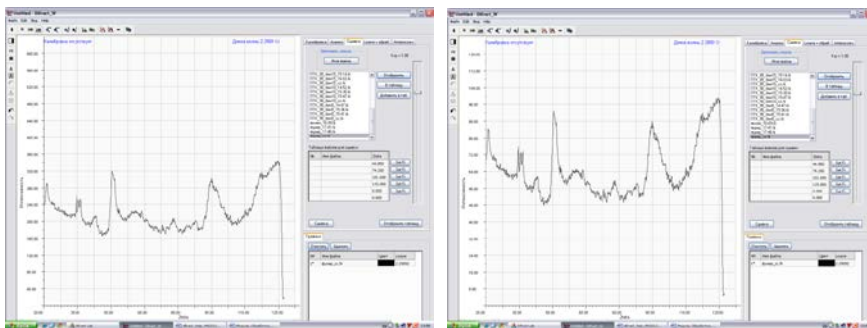


Рисунок 33 – Модуль **Обработка**, исходная дифрактограмма (а), дифрактограмма после вычитания фона (б)

**Ns** – нормировка на 100 % по оси Y (рисунок 34).



*a*

*б*

Рисунок 34 – Модуль **Обработка**, исходная дифрактограмма (*a*), дифрактограмма после нормировки по оси Y (*б*)






– создание фона;




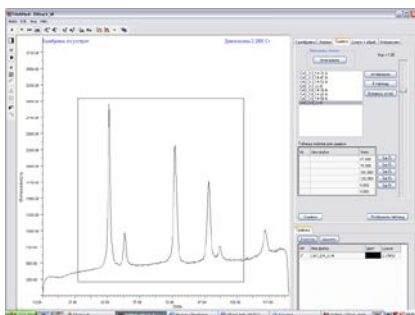
– сброс фона;



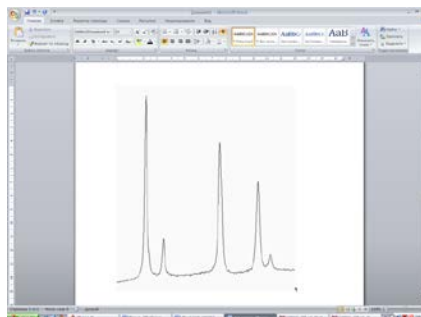
– вычитание фона;

кнопки    предназначены для вычитания фона в ручном режиме;

 – копирование изображения, выделенного прямоугольником (рисунок 35, *a*), которое можно вставить в файл Word (рисунок 35, *б*).



*a*



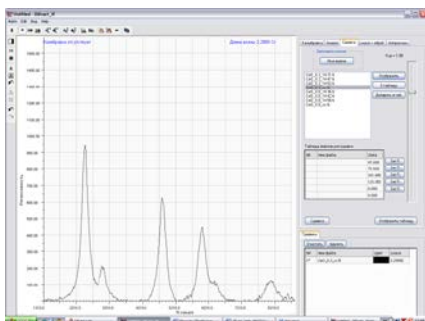
*б*

Рисунок 35 – Модуль **Обработка**, выделение прямоугольником области копирования (*a*), копирование в файл Word выделенной области (*б*)

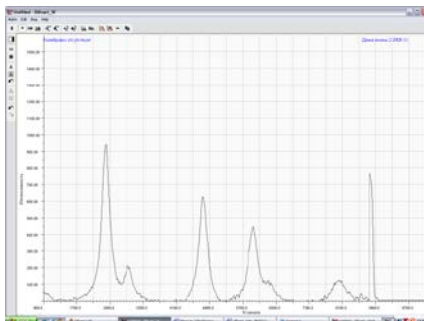
Вертикальная панель включает в себя следующие кнопки:



– просмотр дифракционной картины во весь экран (рисунок 36);



*a*

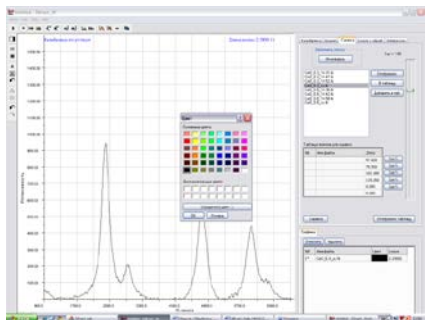


*б*

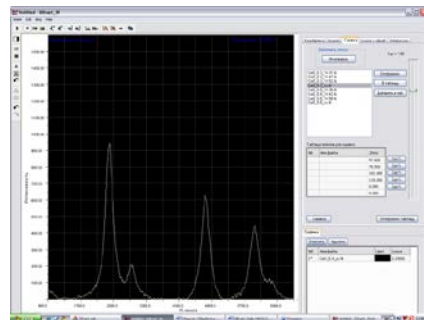
Рисунок 36 – Модуль **Обработка**, стартовый вид экрана (*a*), просмотр дифракционной картины во весь экран (*б*)



– выбор цвета экрана. При нажатии этой кнопки открывается окно, как показано на рисунке 37, *a*. Выбранным цветом (выделено рамочкой) в данном случае является чёрный. После нажатия на кнопку **ОК** окно вывода дифрактограмм будет выглядеть так, как показано на рисунке 37, *б*;



*a*



*б*

Рисунок 37 – Модуль **Обработка**, выбор цвета окна просмотра дифракционной картины (*a*), смена цвета окна просмотра дифракционной картины на чёрный (*б*)



– снятие или отображение координатной сетки в окне вывода дифрактограмм (рисунок 38);

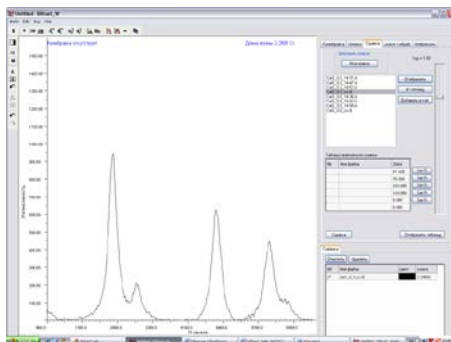
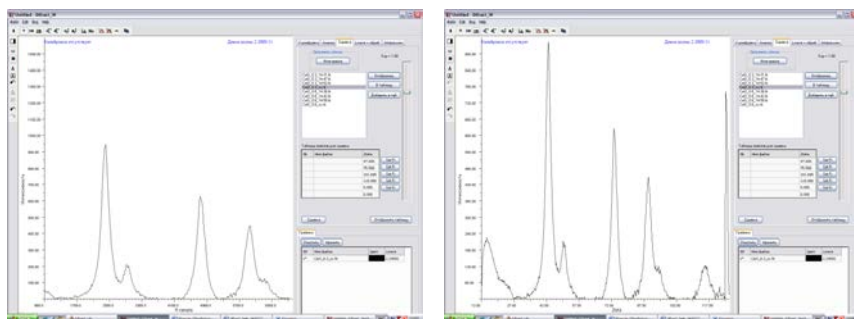


Рисунок 38 – Модуль **Обработка**, окно просмотра дифракционной картины без координатной сетки

**A** – установка автоматического масштаба по оси Y (рисунок 39);






а


б

Рисунок 39 – Модуль **Обработка**, исходная дифрактограмма (а), дифрактограмма после установки автоматического масштаба по оси Y (б)

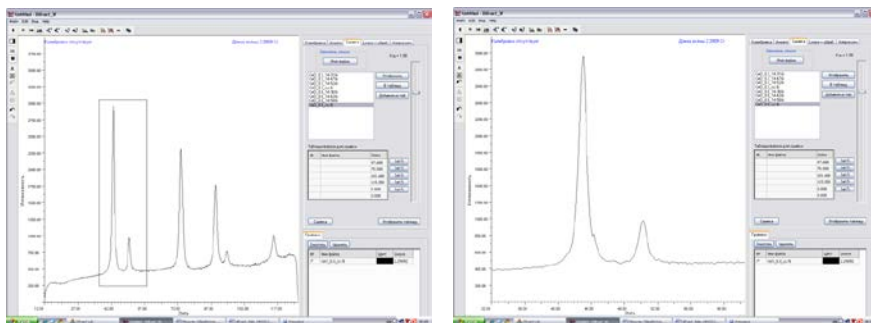
**A** – отображение в окне просмотра дифракционной картины области выделения (рисунок 40);

 – возврат последнего действия;

 – создание привязки канал–угол для рте-файлов. После нажатия эта кнопка становится неактивной , можно сохранять файлы в формате fii;

 – просмотр калибровочного файла в **Таблице калибровки** вкладки **Калибровка**;

– показать предыдущую дифрактограмму, вернуть дифрактограмму.



а

б

Рисунок 40 – Модуль *Обработка*, выделение прямоугольником области (а), увеличение области выделения во всё окно просмотра дифракционной картины (б)

### Вкладка *Калибровка*

В правой трети экрана во вкладке *Калибровка* расположены *Таблица калибровки*, в которую заносятся табличные данные на материал эталона, экспериментальные результаты съёмки эталона и градуировочные коэффициенты. Над *Таблицей калибровки* находятся маленькие окна *limp*→*I*%, *Порог* и *График калибровки*:

limp -> I%

– перевод импульсы в проценты;

Порог:

– порог определения анализируемых максимумов.

На рисунке 29 в окне выставлено значение 10. Это означает, что анализироваться будут только пики, интенсивность которых больше 10 % по отношению к максимальному пику;

График калибровки

– при щелчке в область данного окна в нём появля-

ется «галочка»  График калибровки, а на экране вывода дифрактограмм – график калибровки.

Под *Таблицей калибровки* расположены клавиши: *Сохранить калибровку*, *Загрузка эталона*, *Очистить строку*, *Загрузить ка-*

**либровку, Создать калибровку, Очистить калибровку, По углу, По интенсивности**, в также маленькое окно **Список pte-файлов**:

– загрузка табличных значений углов  $2teta$ , соответствующих выбранной длине волны, и интенсивностей пиков калибровочного образца;

– создание калибровки, т.е. присвоение номерам каналов определённых значений углов. При нажатии этой клавиши в таблице заполняются столбцы коэффициентов  $k$ ,  $b$  и  $k1$ ;

– удаление строки в **Таблице калибровки**;

– проверка правильности проведения калибровки.

В окне вывода дифрактограмм появляется калибровочный график зелёного цвета. Если калибровочный график представляет собой прямую линию, на нём отсутствуют изгибы, то калибровка прошла успешно. Клавиша активна после создания калибровки;

– проверка правильности проведения калибровки.

Клавиша работает только в диапазоне углов, который содержит 100%-ный максимум. В окне вывода дифрактограмм появляется ломаная линия зелёного цвета. Эта кривая не должна иметь резких изломов. Клавиша активна после создания калибровки;

– сохранение калибровочного файла, который затем может быть неоднократно использован для «привязки» к углам, отснятых в этом угловом интервале образцов;

– загружает только что сделанную калибровку для дальнейшей работы;

Список \*.pte файл.

– загрузка файлов в формате \*.pte. Если в данном окне поставить галочку, то вместо **Таблицы калибровки** появится окно, в котором выводится список pte-файлов (рисунок 41).

Сверху окна, в котором выводятся pte-файлы, находится клавиша **Список pte-файлов**. При загрузке списка файлов в формате \*.pte вкладка **Калибровка** будет выглядеть, как показано на рисунке 42.

Ниже окна, в котором выводится список файлов в формате \*.pte, находится клавиша **Отобразить**. При нажатии на неё в окне вывода дифрактограмм отобразится отснятая рентгенограмма эталона, одновременно в окне **Графики** появится строка с названием файла, дифрактограмма которого выведена на экран чёрным цветом (рисунок 43).

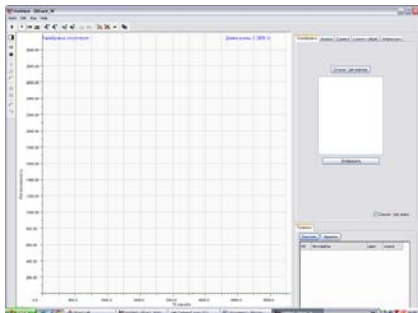


Рисунок 41 – Модуль **Обработка**, вкладка **Калибровка**. Открыто окно вывода списка файлов в формате \*.pte

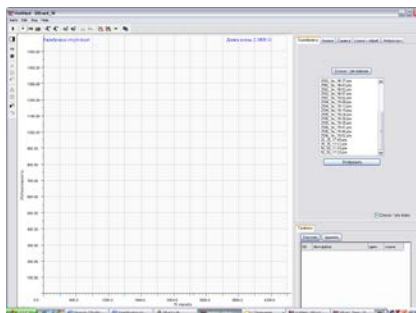


Рисунок 42 – Модуль **Обработка**, вкладка **Калибровка**. В окне **Список рте-файлов** выведены файлы в формате \*.pte

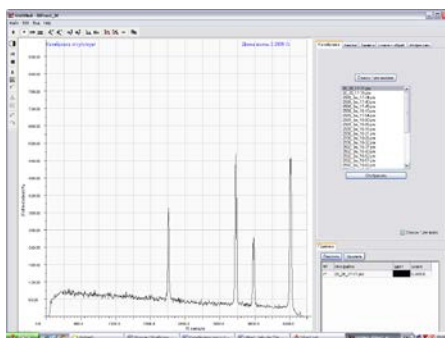


Рисунок 43 – Модуль **Обработка**, вкладка **Калибровка**. В окне вывода дифрактограмм отображена рентгенограмма эталона в координатах номер канала – интенсивность

### Вкладка **Анализ**

Вкладка **Анализ** (рисунок 44) позволяет получать в табличном виде значения дифракционных углов, абсолютных и относительных интенсивностей, межплоскостных расстояний, а также переводить экспериментальные результаты в различные форматы, в том числе в формат dat, работающий в программе Full Prof, для анализа методом Ритвельда.

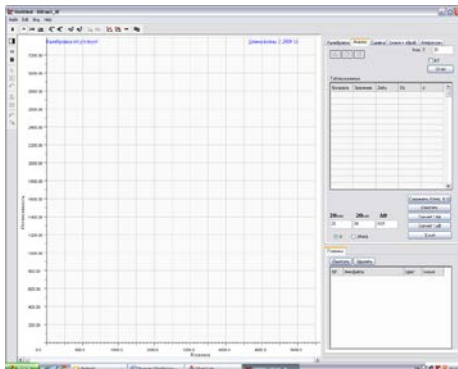


Рисунок 44 – Модуль **Обработка**, вкладка **Анализ**

В правой верхней части экрана находятся следующие кнопки:



– автоматический поиск максимумов при заданном пороге  $I_{max}$ , %;



– кнопка добавления максимумов вручную;



– кнопка удаления максимумов вручную;

$I_{max}$ , %  – задание относительной интенсивности дифракционных максимумов, начиная с которой максимумы анализируются автоматически. Например, на рисунке 45 задан порог 20 %. Это означает, что автоматически будут проанализированы только пики, интенсивность которых больше 20 % по отношению к максимальному пику;

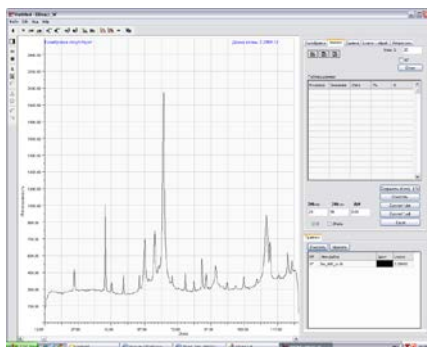





Рисунок 45 – Модуль **Обработка**, вкладка **Анализ**.  
Кнопки автоматического поиска, добавления и удаления максимумов активизированы

NT  
Отчет

– создание отчёта в формате Word.

На рисунке 44 кнопки ,  и  не активны. Они активируются при загрузке дифрактограммы (рисунок 45).

Ниже этих кнопок располагается **Таблица данных** (см. рисунок 44), которая автоматически заполняется при анализе дифрактограмм. Для каждого дифракционного пика в **Таблицу данных** выводится следующая информация: номер канала (*№ канала*), на котором располагается максимум пика, абсолютное значение интенсивности пика в импульсах (*Значение*), угол (*2teta*) максимума пика, относительная интенсивность пика (*I, %*) в процентах, рассчитанное значение межплоскостного расстояния (*d*) в ангстремах.

Значения межплоскостных расстояний и относительных интенсивностей, содержащиеся в **Таблице данных**, можно сохранить в текстовом формате \*.txt.

Под **Таблицей данных** располагаются следующие клавиши:

– сохранение в текстовом формате значений межплоскостных расстояний и относительных интенсивностей дифракционных пиков, содержащихся в **Таблице данных**;

– удалить таблицу данных;

– конвертация экспериментального файла в формат \*.dat;

– конвертация экспериментального файла в формат \*.udf;

– открытие экспериментальной дифрактограммы в формате программы Excel.

Для проведения конвертации необходимо установить значения

начального

20

и конечного

98

углов и шага съёмки

0,01

, а также выбрать межплоскостное расстояние  D или угол  2theta, которые будут выводиться в новый файл.

## Вкладка *Сшивка*

В правой трети экрана во вкладке **Сшивка** расположены: окно, в котором отображается список файлов в формате \*.fii, **Таблица файлов для сшивки** и бегунок (рисунок 46).

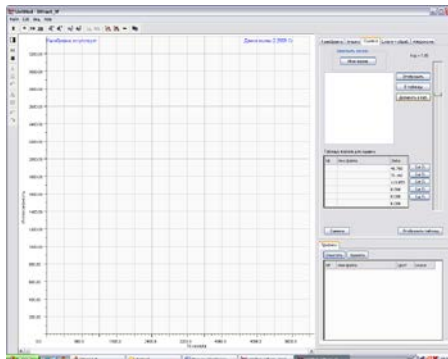


Рисунок 46 – Модуль *Обработка*, вкладка *Сшивка*

Бегунок позволяет скорректировать дифрактограммы по интенсивности. Над окном для вывода списка файлов в формате \*.fii расположена клавиша **Имя файла** и коэффициент нормировки:

**Имя файла**

– клавиша вызова окна **Открыть** с перечнем файлов в формате \*.fii;

$K_{\text{нр}} = 1.00$

– коэффициент нормировки (интенсивности), равный единице.

Между окном для вывода списка файлов и бегунком расположены клавиши **Отобразить**, **В таблицу**, **Добавить в табл.**:

**Отобразить**

– отображение дифрактограмм, содержащихся в отмеченных файлах, в окне вывода дифрактограмм (рисунок 47);

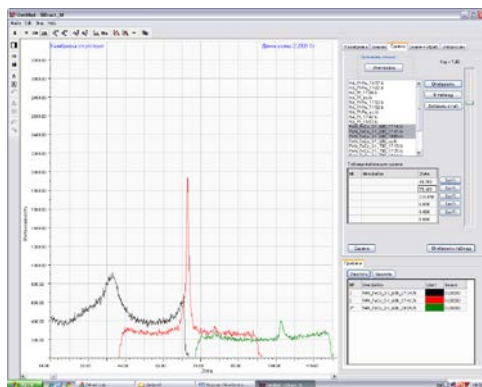


Рисунок 47 – Модуль *Обработка*, вкладка *Сшивка*.  
Отображение дифрактограмм из отмеченных файлов



В **Таблице файлов для сшивки** в колонке  **$2\theta$**  отображается угол точки сшивки, который в данном случае равен 48,000.

Под **Таблицей файлов для сшивки** расположены клавиши **Сшивка** и **Отобразить таблицу**:

Сшивка

– сшивка дифрактограмм (рисунок 50);

Отобразить таблицу

– возвращение к исходному отображению дифрактограмм (см. рисунок 48).

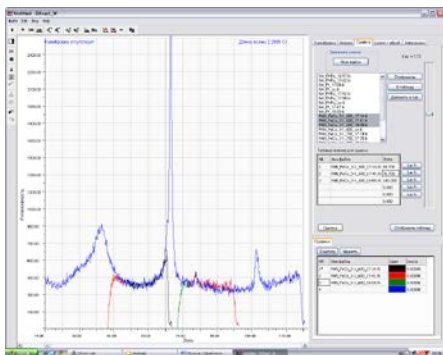


Рисунок 50 – Модуль **Обработка**, вкладка **Сшивка**.  
В окне вывода дифрактограмм отображены исходные и сшитая (синий цвет) дифрактограммы

### Вкладка **Lwave + обраб**

В правой трети экрана во вкладке **Lwave + обраб** расположены: таблица **Изменение длины волны** и окно **Алгоритм обработки** (рисунок 51).

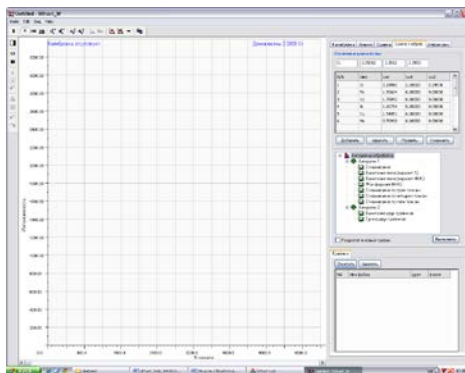


Рисунок 51 – Модуль **Обработка**, вкладка **Lwave + обраб**

Таблица **Изменение длины волны** позволяет изменять длину волны рабочего излучения при переходе на другой анод либо с  $\lambda_{\text{аср}}$  на  $\lambda_{\alpha 1}$ .

Над таблицей находятся четыре окна 

|    |         |        |        |
|----|---------|--------|--------|
| Cr | 2.29092 | 2.2862 | 2.2953 |
|----|---------|--------|--------|

, в которых вводятся значения длин волн рабочего излучения. Под таблицей расположены следующие кнопки:


**Добавить** – добавление в таблицу значений длин волн, введённых в окна над таблицей;

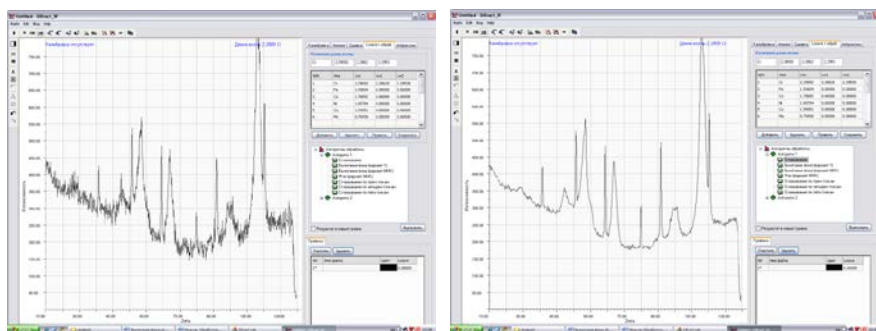
**Удалить** – удаление первой строки таблицы;

**Править** – внесение изменений во введённые значения;

**Сохранить** – сохранение введённых данных.

Окно **Алгоритм обработки** позволяет проводить обработку дифрактограмм – сглаживание, вычитание и суммирование:


 **Сглаживание** – сильное сглаживание дифрактограммы по точкам между пиками (рисунок 52);






а

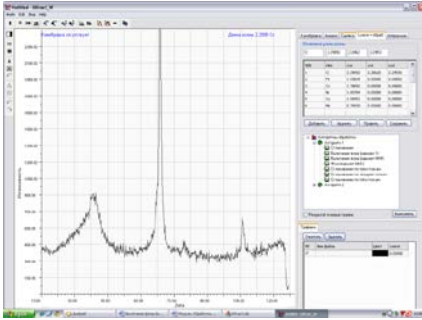
б

Рисунок 52 – Модуль **Обработка**, вкладка **Lwave + обраб.** Исходная дифрактограмма (а) и дифрактограмма после сглаживания фона (б)

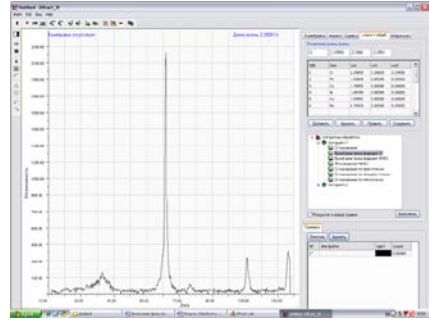
 **Вычитание фона (вариант 1)** – линейное вычитание фона по точкам между пиками (рисунок 53);

 **Вычитание фона (вариант МНК)** – вычитание фона методом наименьших квадратов, соответствует клавише  на горизонтальной панели быстрого доступа (рисунок 54);

 **Фон (вариант МНК)** – отображение линии фона, определённого методом наименьших квадратов (рисунок 55);

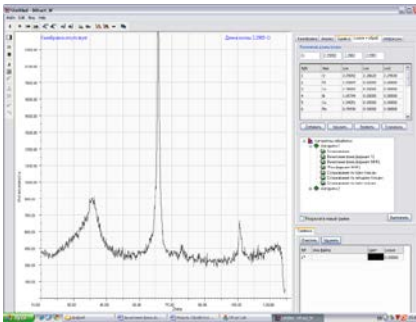


*a*

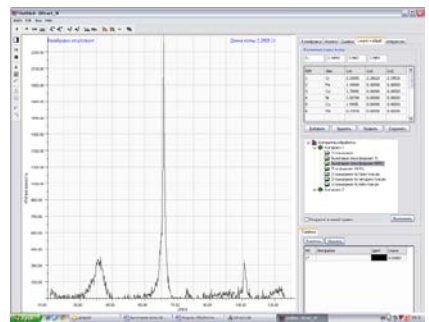


*б*

Рисунок 53 – Модуль **Обработка**, вкладка **Lwave + обраб.**  
Исходная дифрактограмма (*a*) и дифрактограмма после  
вычитания фона по точкам между пиками (*б*)



*a*



*б*

Рисунок 54 – Модуль **Обработка**, вкладка **Lwave + обраб.**  
Исходная дифрактограмма (*a*) и дифрактограмма после  
вычитания фона методом наименьших квадратов (*б*)

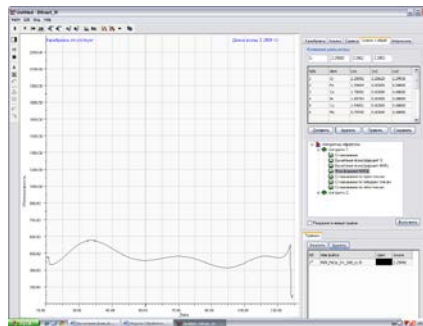




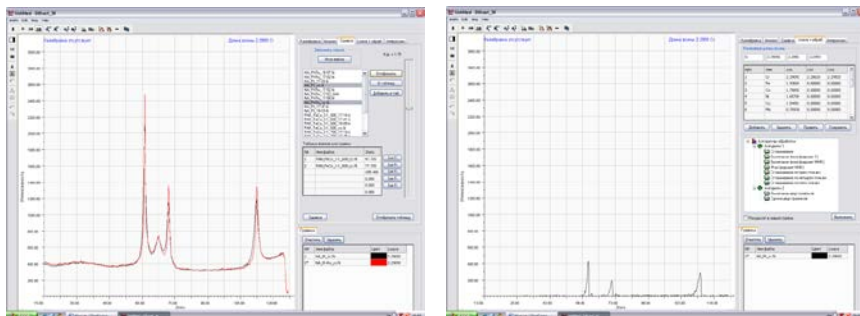


Рисунок 55 – Модуль **Обработка**, вкладка **Lwave + обраб.** Отображение  
линии фона, определённого методом наименьших квадратов


-  Сглаживание по трем точкам – сильное сглаживание;
-  Сглаживание по четырем точкам – среднее сглаживание;
-  Сглаживание по пяти точкам – слабое сглаживание;
-  Вычитание двух графиков – позволяет вычитать два графика, например, из экспериментальной кривой вычесть внутренний эталон (рисунок 56);

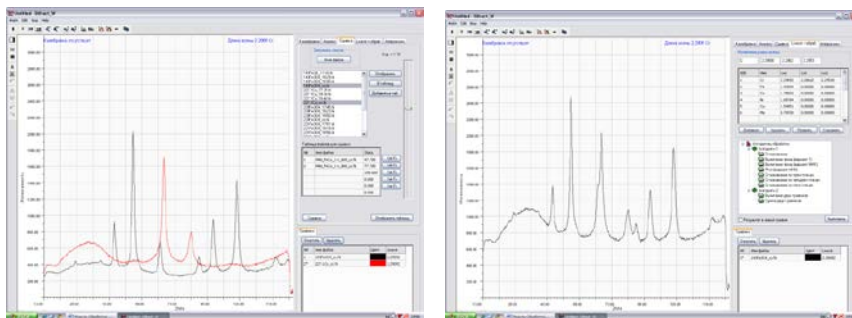


*a*

*б*

Рисунок 56 – Модуль **Обработка**, вкладка **Lwave + обраб.**  
Уменьшаемая (чёрный цвет) и вычитаемая (красный цвет)  
дифрактограммы (*a*) и дифрактограмма после вычитания (*б*)

-  Сумма двух графиков – позволяет суммировать два графика, например, смоделировать в примитивном виде дифрактограмму от смеси двух фаз из дифрактограмм однофазных образцов (рисунок 57);



*a*

*б*

Рисунок 57 – Модуль **Обработка**, вкладка **Lwave + обраб.**  
Исходные дифрактограммы (*a*) и дифрактограмма  
после суммирования (*б*)

Результат в новый график – каждый этап обработки отображается в окне вывода дифрактограмм как новый график;

– выполнение выбранного способа обработки.

Выполнение любого способа обработка можно осуществить двойным щелчком по выбранной строчке.

## 4 Модуль *Анализ*

Запуск модуля *Анализ* осуществляется из стартовой панели (см. рисунок 17). После загрузки модуля на экране монитора открывается вкладка *Список* (рисунок 58).

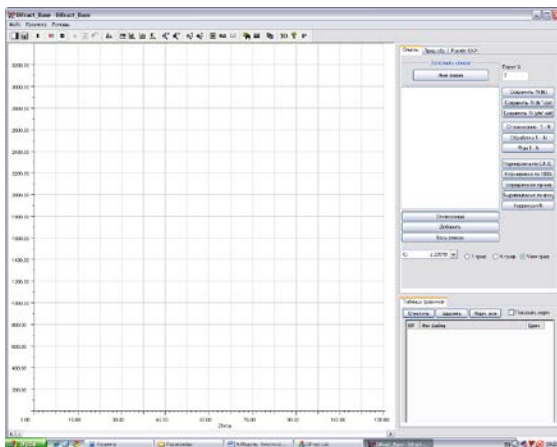


Рисунок 58 – Модуль *Анализ*,  
стартовое окно – вкладка *Список*

Модуль *Анализ* состоит из вкладок: *Список*, *Предварительная обработка (Пред.обр.)*, *Расчёт ОКР*. Постоянными для всех вкладок являются большое окно вывода дифрактограмм, окно *Таблица графиков* и горизонтальная панель быстрого доступа.

Окно вывода дифрактограмм расположено на большей части экрана. При включении на экране визуализируются светлое поле с сеткой и осями координат «угол дифракции  $2\theta$  – интенсивность излучения» (см. рисунок 58). Окно вывода дифрактограмм снабжено горизонтальным бегунком, позволяющим перемещать дифракционную картину по оси  $X$ .

Окно *Таблица графиков* находится в правом нижнем углу экрана, в нём выводятся названия файлов, дифрактограммы и штрих-диаграммы которых отображены в окне вывода дифрактограмм, и цвет соответствующего графика (рисунок 59).

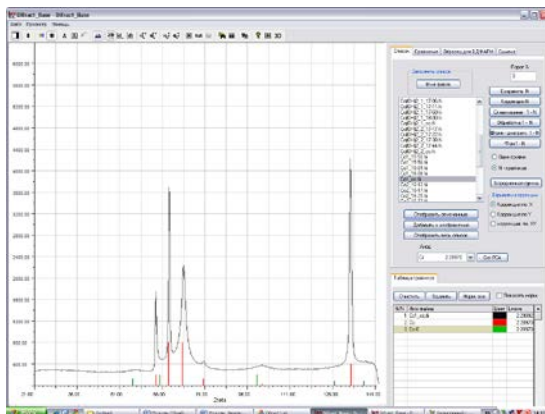





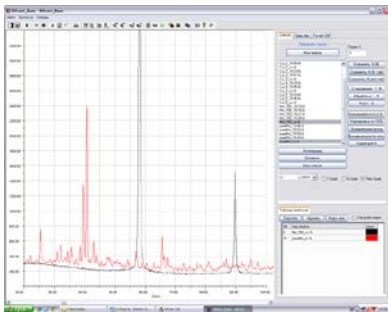
Рисунок 59 – Модуль *Анализ*, заполнение окна *Таблица графиков*

Над окном *Таблица графиков* расположены кнопки *Очистить*, *Удалить*, *Норм. все* и окошко *Показать норм.*:

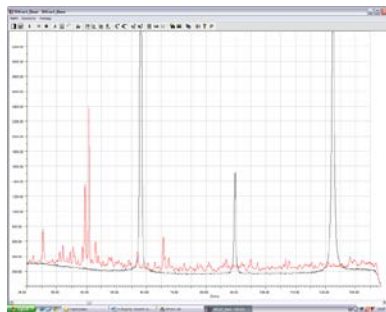
- удаляет все дифрактограммы, выведенные на экран;
- удаляет файл из выделенной строки. Выделение обозначается жёлтым цветом. На рисунке 59 это строка номер три;
- нормировка всех графиков на 100 %;
- Показать норм.* – воспроизведение нормированных дифрактограмм на экране.

В левом верхнем углу окна вывода дифрактограмм находится горизонтальная панель быстрого доступа, которая содержит кнопки управления, снабженные всплывающими подсказками:

-  – просмотр дифракционной картины во весь экран (рисунок 60);
-  – смена расположения окон в правой части экрана (рисунок 61);
-  – выбор цвета экрана. При нажатии этой кнопки открывается окно, как показано на рисунке 62, а. Выбранным цветом (выделено рамочкой) в данном случае является жёлтый. После нажатия на кнопку **ОК** окно вывода дифрактограмм будет выглядеть так, как показано на рисунке 62, б;

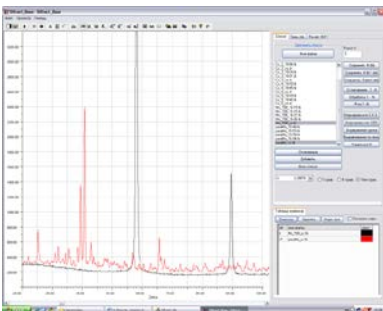


*a*

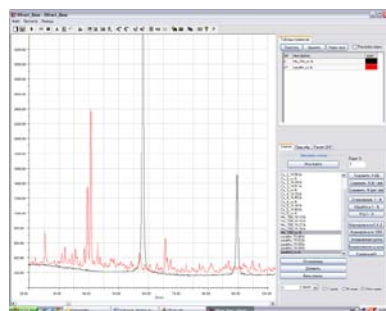


*б*

Рисунок 60 – Модуль *Анализ*, стартовый вид экрана (*a*), просмотр дифракционной картины во весь экран (*б*)

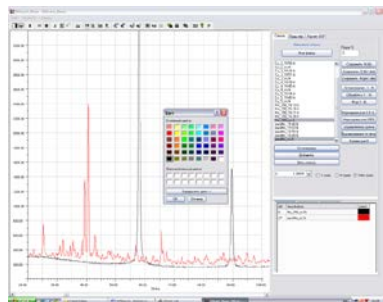


*a*

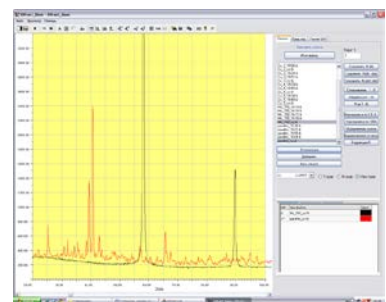


*б*

Рисунок 61 – Модуль *Анализ*, стартовый вид экрана (*a*), смена расположения окон в правой части экрана (*б*)




*a*



*б*

Рисунок 62 – Модуль *Анализ*, выбор цвета окна просмотра дифракционной картины (*a*), смена цвета окна просмотра дифракционной картины на жёлтый (*б*)

 – снятие или отображение координатной сетки в окне вывода дифрактограмм (рисунок 63);

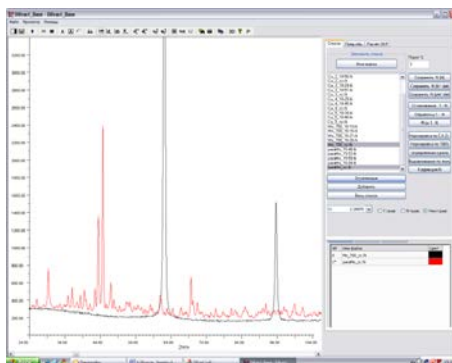

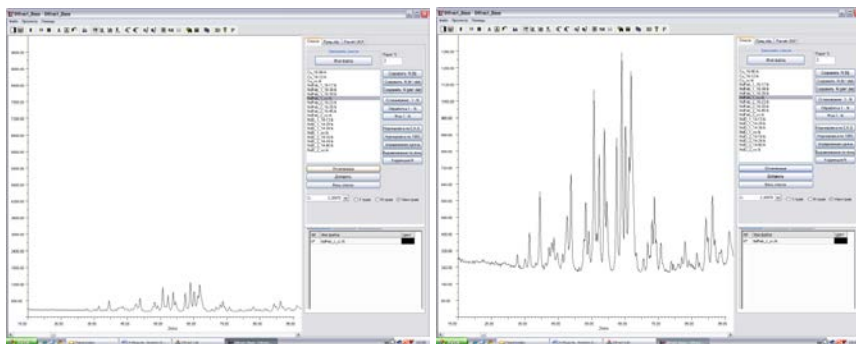


Рисунок 63 – Модуль *Анализ*, окно просмотра дифракционной картины без координатной сетки


 – установка автоматического масштаба по оси  $Y$  (рисунок 64);





*а*


*б*

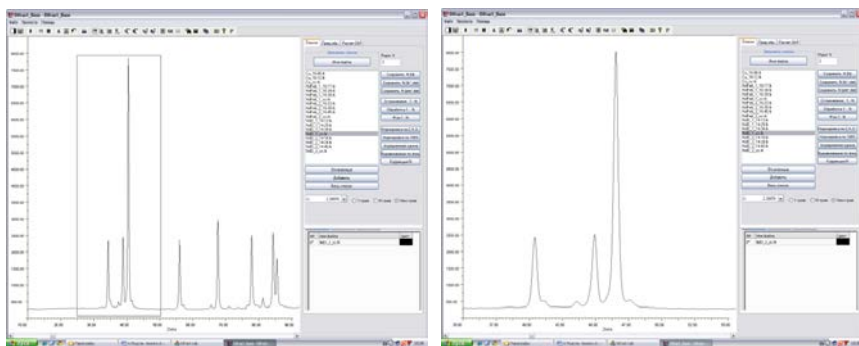
Рисунок 64 – Модуль *Анализ*, исходная дифрактограмма (*а*), дифрактограмма после установки автоматического масштаба по оси  $Y$  (*б*)

 – отображение в окне просмотра дифракционной картины области выделения (рисунок 65);

 – возврат к предыдущему масштабу;

 – установка выбора масштаба по оси  $Y$  независимо для каждого графика. Если данное окно не активно, то все графики, находящиеся

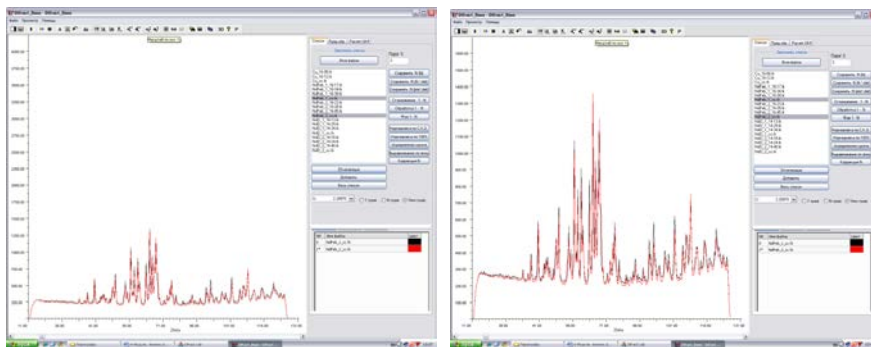
в окне вывода дифрактограмм, изменяют масштаб по оси  $Y$  синхронно (рисунок 66). Если окно  активировать (щёлочком мыши), то изменять масштаб по оси  $Y$  можно для каждой дифрактограммы или штрих-диаграммы независимо (рисунок 67). Изменение масштаба по оси  $Y$  происходит для того графика, номер которого в *Таблице графиков* отмечен звёздочкой \*;



*a*


*б*

Рисунок 65 – Модуль *Анализ*, выделение прямоугольником области (*a*), увеличение области выделения во всё окно просмотра дифракционной картины (*б*)



*a*

*б*

Рисунок 66 – Модуль *Анализ*, окно  не активно. Исходное расположение дифрактограмм (*a*), расположение дифрактограмм после изменения масштаба по оси  $Y$  (*б*)

**2θ**

– установка в окне просмотра дифракционной картины по горизонтальной оси координаты «углы» – равномерная шкала (рисунок 68, *a*);

**1d**

– установка в окне просмотра дифракционной картины по горизонтальной оси координаты «межплоскостное расстояние» – неравномерная шкала (рисунок 68, *б*);

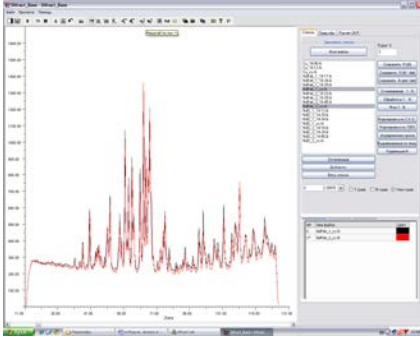
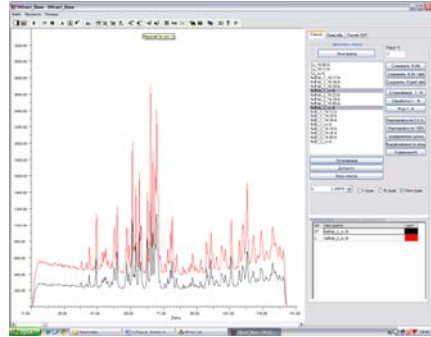

*a**б*

Рисунок 67 – Модуль *Анализ*, окно  активно.  
Исходное расположение дифрактограмм (*a*), расположение дифрактограмм после изменения масштаба по оси *Y* для дифрактограммы чёрного цвета (*б*)

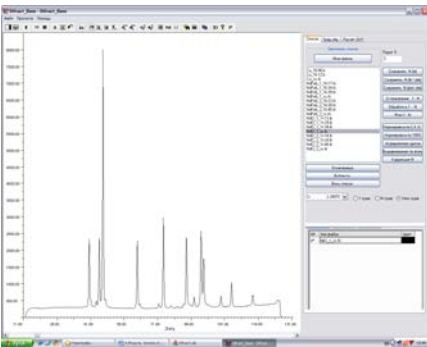
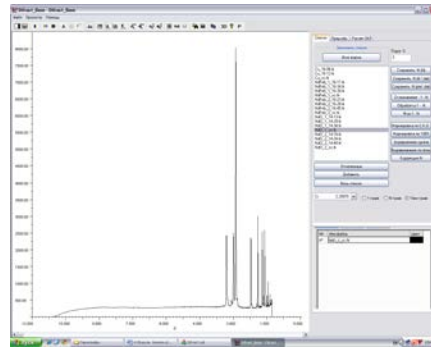

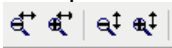
*a**б*

Рисунок 68 – Модуль *Анализ*, координата по горизонтальной оси «углы» – равномерная шкала (*a*), координата по горизонтальной оси «межплоскостное расстояние» – неравномерная шкала (*б*)

**1d**

– установка в окне просмотра дифракционной картины по горизонтальной оси координаты «межплоскостное расстояние» – равномерная шкала (рисунок 69);

 – установка в окне просмотра дифракционной картины по горизонтальной оси координаты «N канала»;

 – изменение масштаба графика по горизонтали и вертикали;

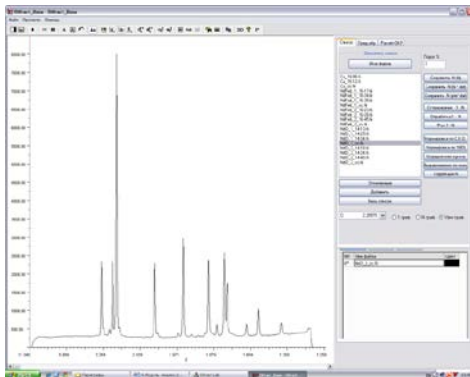


Рисунок 69 – Модуль *Анализ*, координата по горизонтальной оси «межплоскостное расстояние» – равномерная шкала

 – вызов окна *Расчёт параметров элементарной ячейки* (рисунок 70);

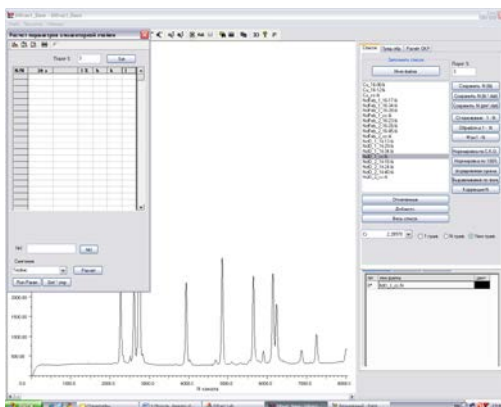


Рисунок 70 – Модуль *Анализ*,  
окно расчёта параметров элементарной ячейки

**БД**

– вызов окна **База данных** для проведения ручного поиска фаз по базе данных (рисунок 71);



– таблица массовых коэффициентов поглощения;



– вызов окна **Окно поиска** для проведения автоматического поиска фаз по базе данных (рисунок 72);

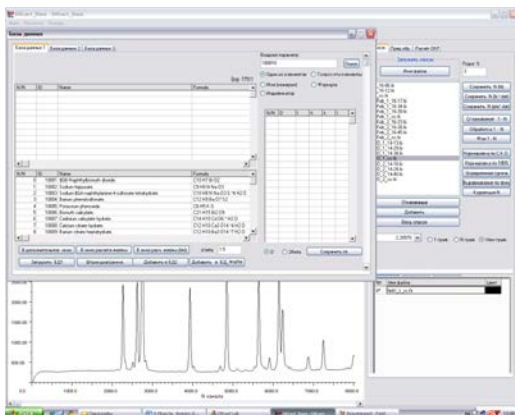


Рисунок 71 – Модуль *Анализ*, вкладка *Список*, окно **База данных** ручного поиска фаз по базе данных

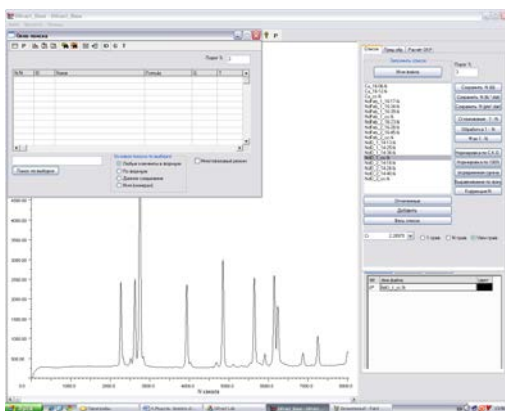


Рисунок 72 – Модуль *Анализ*, окно **Окно поиска** автоматического поиска фаз по базе данных



– вызов дополнительного окна для перемещения отображенных результатов (рисунок 73). Работает совместно с окном **База данных** для проведения ручного поиска фаз по базе данных. Целесообразно использовать при многофазном анализе;



– копирование изображения, выделенного прямоугольником (рисунок 74, а), которое можно вставить в файл Word (рисунок 74, б);



– вызов справки;

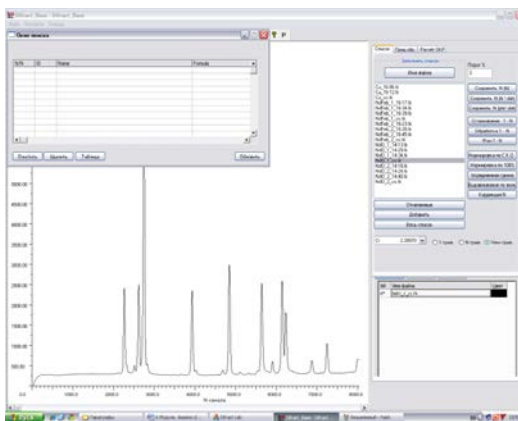
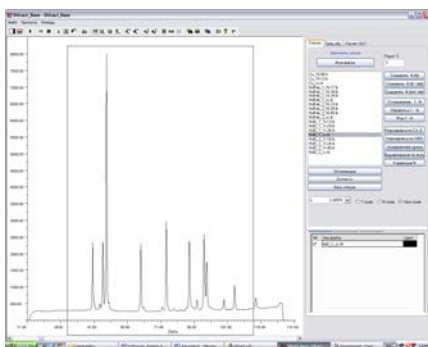
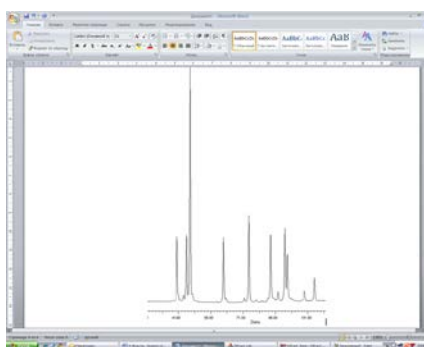


Рисунок 73 – Модуль **Анализ**, дополнительное окно для перемещения отображенных результатов



а



б

Рисунок 74 – Модуль **Анализ**, выделение прямоугольником области копирования (а), копирование в файл Word выделенной области (б)

**3D** – окно **3D график** – преобразование данных методом главных компонент (рисунок 75);

**P** – вызов окна обработки (рисунок 76).

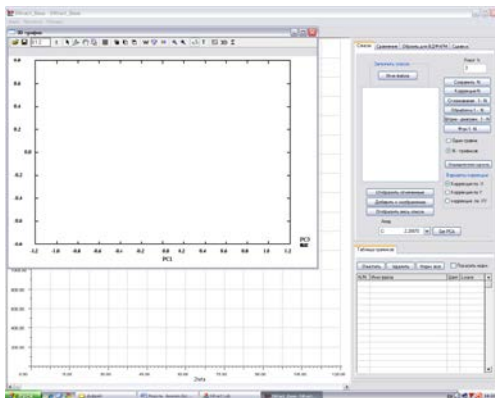


Рисунок 75 – Модуль *Анализ*, окно **3D график**

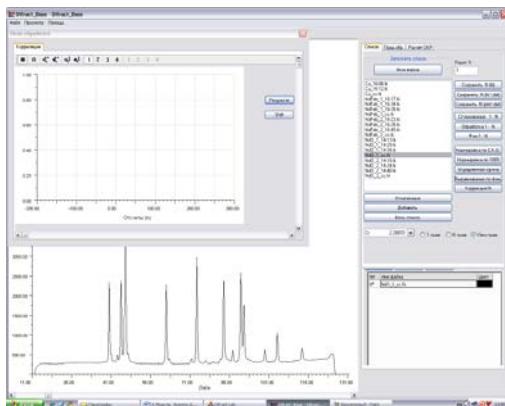


Рисунок 76 – Модуль *Анализ*, окно обработки

### Вкладка **Список**

В правой верхней трети экрана во вкладке **Список** расположено окно для вывода списка файлов в формате \*.fii, окно **Порог, %** и окно задания длины излучения, а также различные клавиши.

Над окном для вывода списка файлов в формате \*.fii расположены окно **Порог %** и клавиша **Имя файла**:

**Имя файла** – вызов окна **Открыть** с перечнем файлов в формате \*.fii (рисунок 77);

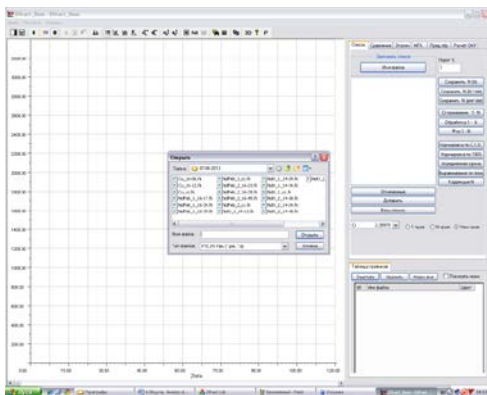
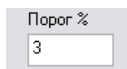


Рисунок 77 – Модуль **Анализ**, вкладка **Список**.  
Открыто окно **Открыть**



– установка порога поиска максимумов в процентах.

Рядом с окном для вывода списка файлов находятся следующие клавиши:

**Сохранить N (fii)** – сохранение  $N$  графиков, открытых в окне вывода дифрактограмм, в формате \*.fii в одной папке с сохранением их имён;

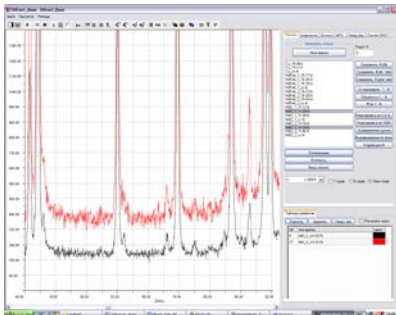
**Сохранить N (fii \*.dat)** – сохранение  $N$  файлов, открытых в окне вывода дифрактограмм, из формата \*.fii в формат \*.dat в одной папке с сохранением их имён;

**Сохранить N (pte\*.dat)** – сохранить  $N$  файлов, открытых в окне вывода дифрактограмм, из формата \*.pte в формат \*.dat в одной папке с сохранением их имён;

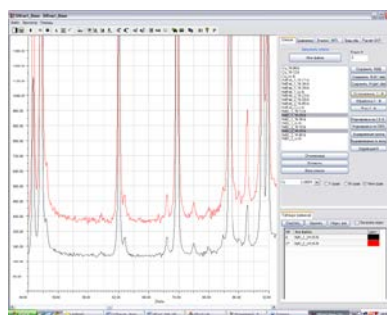
**Сглаживание 1 - N** – сглаживание дифрактограмм (рисунок 78);

**Обработка 1 - N** – вычитание фона полином 6-й степени (рисунок 79);

**Фон 1 - N** – отображение линии фона, определённого методом последовательных приближений (рисунок 80);

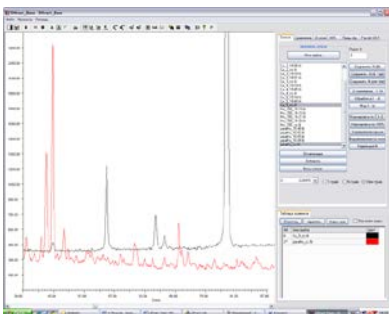


*a*

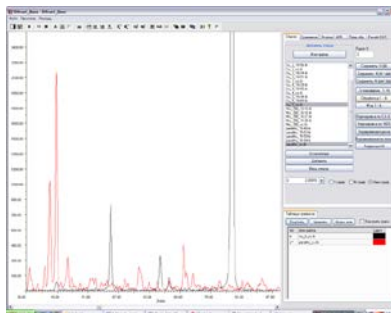


*б*

Рисунок 78 – Модуль *Анализ*, вкладка *Список*. Исходные дифрактограммы (*a*), дифрактограммы после сглаживания (*б*)

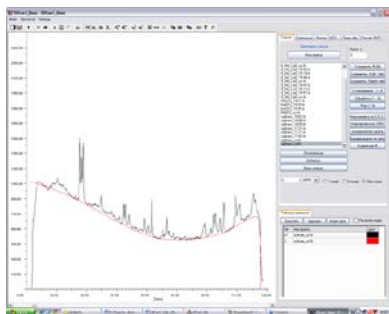


*a*

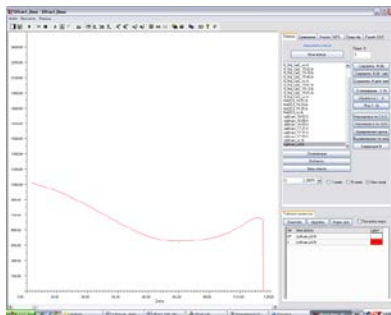


*б*

Рисунок 79 – Модуль *Анализ*, вкладка *Список*. Исходные дифрактограммы (*a*), дифрактограммы после вычитания фона (*б*)



*a*



*б*

Рисунок 80 – Модуль *Анализ*, вкладка *Список*. Дифрактограмма с линией фона (*a*), изображение линии фона (*б*)

Нормировка по С.К.О.

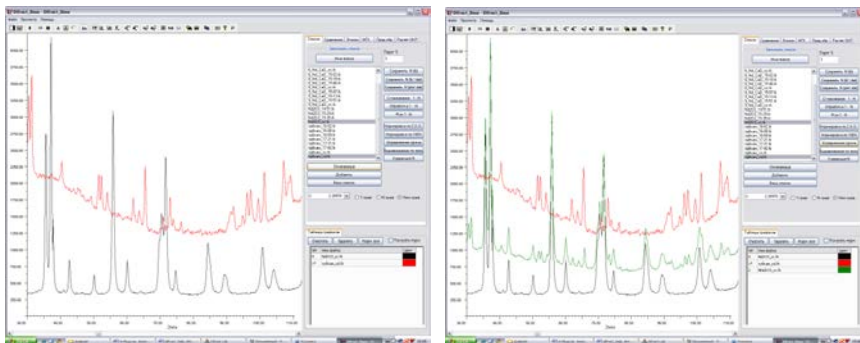
– нормировка дифрактограмм методом среднеквадратичных отклонений;

Нормировка по 100%

– нормировка дифрактограмм по максимуму;

Усредненная сумма

– складывание выведенных на экран дифрактограмм (рисунок 81);



а

б

Рисунок 81 – Модуль *Анализ*, вкладка *Список*.  
Исходные рентгенограммы (а), суммарная рентгенограмма  
обозначена зелёным цветом (б)

Выравнивание по фону

– тестовая процедура;

Коррекция N

– коррекция  $N$  спектров по одному максимуму (либо по местоположению пика  $X$ , либо по интенсивности пика  $Y$ );

Под окном для вывода списка файлов находятся следующие клавиши:

Отобразить отмеченные

– отображение дифрактограмм, содержащихся в отмеченных файлах, в окне вывода дифрактограмм (рисунок 82). В окне вывода дифрактограмм отобразятся дифракционные кривые, содержащиеся во всех выделенных файлах. Одновременно в окне *Таблица графиков* появятся названия файлов и цвета, которые им присвоены. При решении задачи качественного фазового анализа, как правило, удобно работать с одной дифрактограммой. Но это не обязательно;

Добавить к изображению

– дополнительный вывод (см. рисунок 82) отмеченных файлов в окне вывода дифрактограмм (рисунок 83);

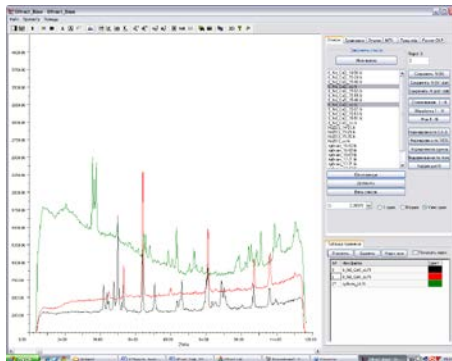


Рисунок 82 – Модуль *Анализ*, вкладка *Список*.  
Отображение дифрактограмм, содержащихся  
в отмеченных файлах, в окне вывода дифрактограмм

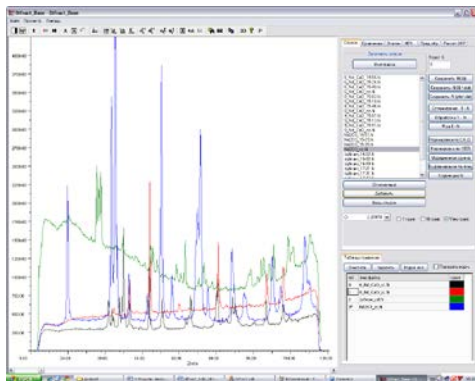


Рисунок 83 – Модуль *Анализ*, вкладка *Список*.  
Вывод дополнительного файла в окно вывода дифрактограмм

– отображение в окне вывода дифрактограмм графиков всех файлов, содержащихся в окне *Имя файла* (рисунок 84). Одновременно можно загружать до 24 файлов. Изображение файла можно занулять щелчком мыши на цветную графу в *Таблице графиков*;

– установка длины излучения;

1 граф.  N граф.  View граф.

– обработка 1-го, N-го или View (видимых) на экране графиков.

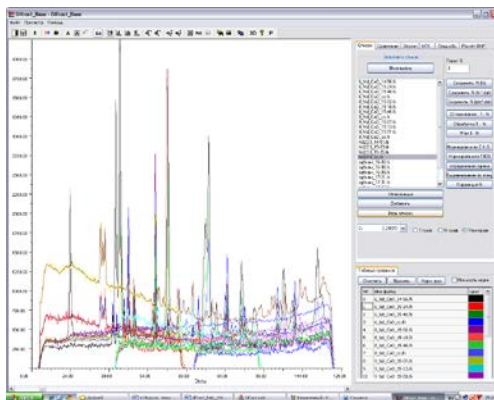



Рисунок 84 – Модуль *Анализ*, вкладка *Список*. Отображение в окне вывода дифрактограмм графиков всех файлов, содержащихся в окне *Имя файла*

### Окно *Расчёт параметров элементарной ячейки*

При нажатии на окно  на панели быстрого доступа открывается окно *Расчёт параметров элементарной ячейки*, которое содержит таблицу *Количество пиков*, горизонтальную панель быстрого доступа, снабжённую всплывающими подсказками, окна *Порог %*, *hkl*, *Сингония*, кнопки *Set*, *hkl* и *Расчёт* (см. рисунок 70).

Горизонтальная панель содержит следующие кнопки:



– автоматический поиск максимумов при заданном пороге  $I_{max}$ , %;



– кнопка добавления максимумов вручную;



– кнопка удаления максимумов вручную;



– удаление строки, выделенной звёздочкой \*, из таблицы *Количество пиков*;

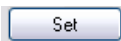


– отмена последнего действия.

Над таблицей *Количество пиков* находятся окно *Порог %* и кнопка *Set* (см. рисунок 70).

Порог %

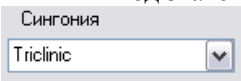
– задание относительной интенсивности дифракционных максимумов, начиная с которой максимумы анализируются автоматически. Например, на рисунке 70 задан порог 3 %. Это означает, что автоматически будут проанализированы только пики, интенсивность которых больше 3 % по отношению к максимальному пику;

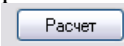
 – удаление.


Под таблицей **Количество пиков** находятся окна **hkl**, **Сингония** и кнопки **hkl**, **Расчет**, **Run Param** и **Get\*.smp** (см. рисунок 70):

 – набор значений **hkl** вручную;

 – ввод значений **hkl** из окна **hkl** в таблицу **Количество пиков**;

 – задание сингонии кристаллической решётки рассчитываемой фазы;


 – проведение расчёта параметров элементарной ячейки;

 – проверка расчетов в программе PDWin;

 – проверка расчетов в программе PDWin.

### Окно **База данных**


для проведения ручного поиска фаз по базе данных

При нажатии на окно  на панели быстрого доступа открывается окно **База данных** для проведения ручного поиска фаз по базе данных (см. рисунок 71), которое состоит из вкладок: **База данных 1**, **База данных 2**, **БД ФАРМ** и **Дополнительные таблицы**.

В окне **База данных 1** расположены две горизонтальные и одна вертикальная таблицы, окно **Входной параметр**, пять окошек для задания параметров поиска и клавиши.

Верхняя горизонтальная таблица предназначена для вывода списка фаз по заданным параметрам поиска. В нижней горизонтальной таблице выводится список всех фаз, содержащихся в базе данных. В вертикальной таблице отображаются данные на фазу, штрих-диаграмма которой выводится в окне вывода дифрактограмм.

Перемещение по таблицам осуществляется с помощью бегунков, расположенных внизу и справа таблицы. Для вертикального перемещения по нижней горизонтальной таблице предусмотрен дополнительный бегунок, расположенный в крайней правой части окна **База данных**.

 – окно для введения элементного состава фаз;

- Один из элементов
- Только эти элемент
- Имя (минерал)
- Формула
- Индикатор

– задание параметров поиска фаз;

- Один из элементов

– поиск фаз, в которых содержится хотя бы один из элементов, заданных в окне **Входной параметр** (рисунок 85);

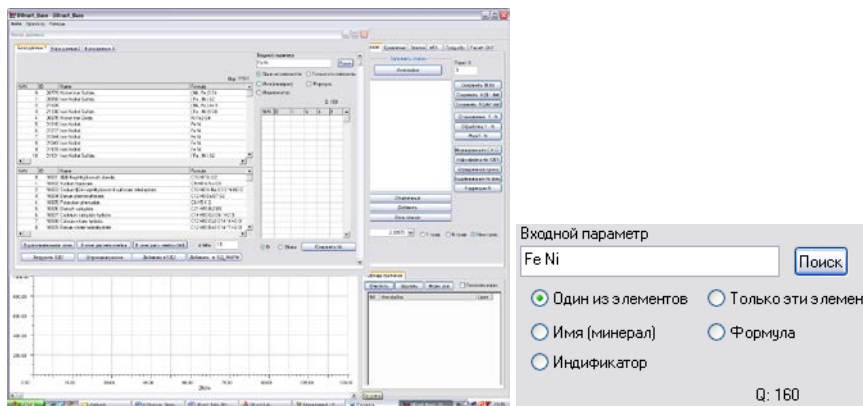


Рисунок 85 – Модуль **Анализ**, окно **База данных**, задание элементов в окне **Входной параметр** и параметра поиска **Один из элементов**

- Только эти элемент

– поиск фаз, которые состоят только из элементов, заданных в окне **Входной параметр** (рисунок 86);

- Имя (минерал)

– поиск фаз по названию минерала (рисунок 87);

- Формула

– поиск фаз по формуле (рисунок 88);

- Индикатор

– поиск по номеру карточки (фазы) в базе данных;

**Поиск**

– поиск фаз по заданному элементному составу в окне **Входной параметр** и параметрам поиска. Результаты поиска отображаются в верхней горизонтальной таблице (см. рисунок 88); в верхнем правом углу окна над вертикальной таблицей выводится общее значение отобранных фаз. На рисунке 88 это 7;

**Штрих-диаграмма**

– отображение в окне вывода дифрактограмм штрих-диаграммы фазы, информация о которой выведена в вертикальной таблице и над верхней горизонтальной таблицей (рисунок 89). Одновременно в **Таблице графиков** отображается название фазы и цвет штрих-диграммы, который ей соответствует,

а в верхнем поле над горизонтальными таблицами (рисунок 90) для этой же фазы появляется информация по периодам решётки  $a$ ,  $b$ ,  $c$ ; углам элементарной ячейки  $alpha$ ,  $beta$ ,  $gamma$ ;  $D_x$  – рентгеновская плотность фазы, сингонии фазы;  $N$  – количество пиков;  $ID$  – номер карточки;  $Qpic$  – количество пиков на рентгенограмме;  $Qsp$  – количество фаз в базе данных.

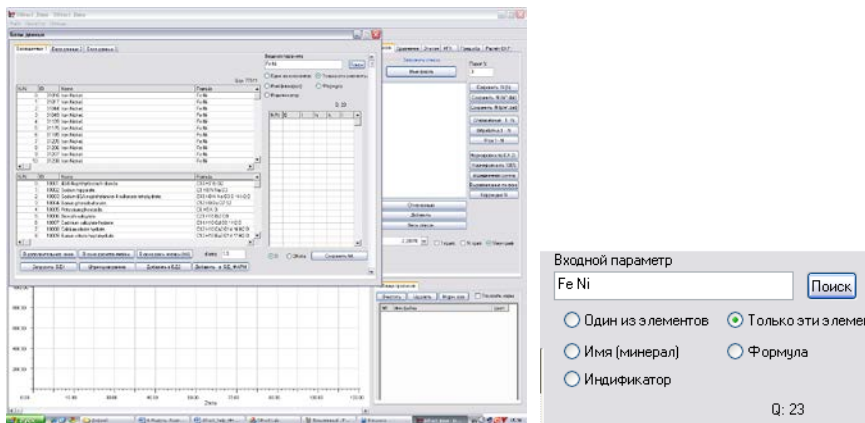


Рисунок 86 – Модуль *Анализ*, окно *База данных*, задание элементов в окне *Входной параметр* и параметра поиска *Только эти элементы*

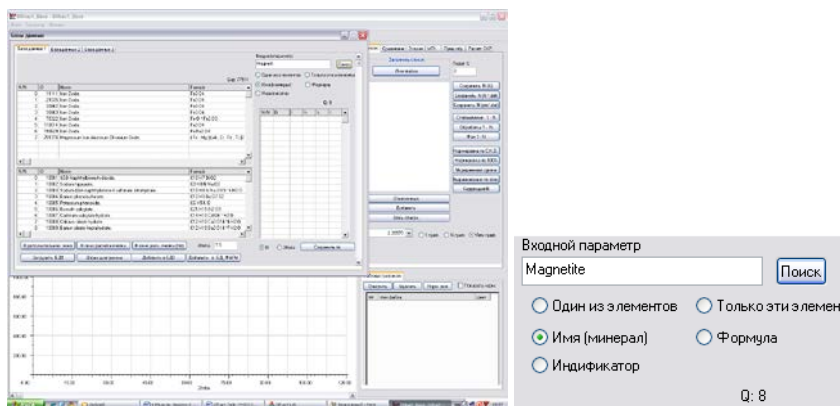


Рисунок 87 – Модуль *Анализ*, окно *База данных*, задание элементов в окне *Входной параметр* и параметра поиска *Имя (минерал)*

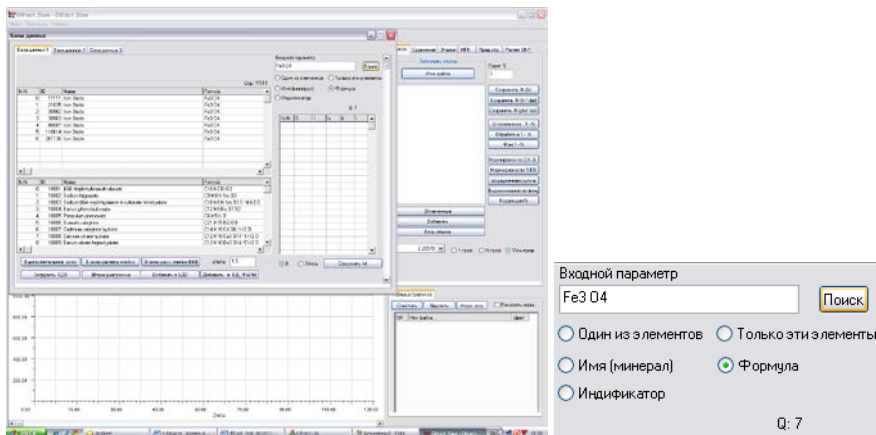


Рисунок 88 – Модуль *Анализ*, окно *База данных*, задание элементов в окне *Входной параметр* и параметра поиска *Формула*

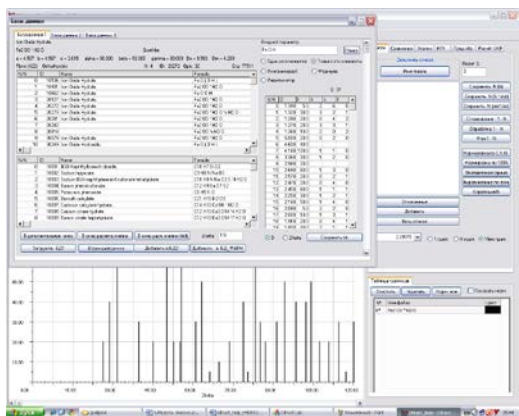


Рисунок 89 – Модуль *Анализ*, окно *База данных*, в окне вывода дифрактограмм отображена штрих-диаграмма фазы, табличные данные на которую выведены в вертикальной таблице

На рисунке 91 в окне вывода дифрактограмм отображены две штрих-диаграммы. В вертикальной таблице приведены данные на фазу, штрих-диаграмма которой выводилась последней. В данном случае она отображена красным цветом. При необходимости на экспериментальную дифрактограмму можно наложить несколько штрих-диаграмм (рисунок 92). Одновременно на экран может быть выведено до 24 графиков.

Iron Oxide Hydrate.

Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> \* H<sub>2</sub>O

Goethite.

a = 4.587 b = 4.587 c = 3.015 alpha = 90.000 beta = 90.000 gamma = 90.000 Dx = 8.589 Dm = 4.280

Pbrm (422) Orthorhombic

N: 4 ID: 20272 Qpic: 32

Qsp: 77511

Рисунок 90 – Модуль *Анализ*, вкладка *Список*, окно *База данных*.  
Отображение табличных данных на фазу в верхнем поле над горизонтальными таблицами

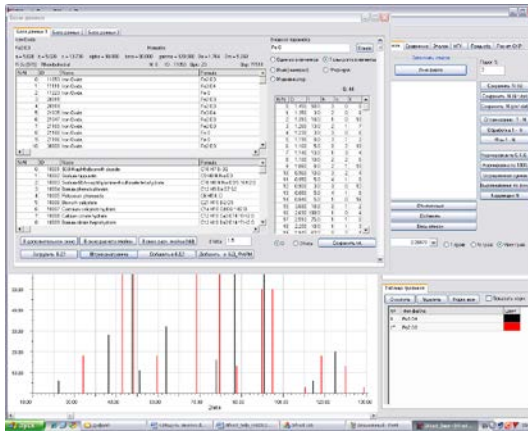


Рисунок 91 – Модуль *Анализ*, окно *База данных*, в окне вывода дифрактограмм отображены штрих-диаграммы двух фаз

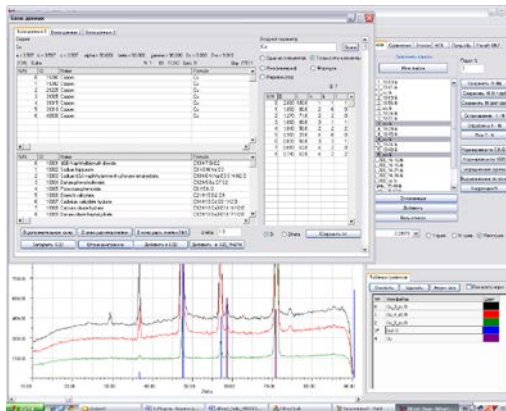


Рисунок 92 – Модуль *Анализ*, вкладка *Список*, окно *База данных*.  
Отображение в окне вывода дифрактограмм штрих-диаграмм нескольких фаз

В нижней части окна **База данных** находятся следующие кнопки:

– отправить выбранную карточку в **Дополнительное окно**;

– отправить в окно **Расчёт параметров элементарной ячейки** данные на все пики эталона;

– отправить в окно **Расчёт параметров элементарной ячейки** данные на все пики экспериментальной дифрактограммы;

d telta  – задание ошибки по углу дифракции для корректировки индексов плоскостей  $h, k, l$ ;

– загрузка базы данных № 1;

– загрузка базы данных № 2;

– специфическая база данных;

D  2theta – вывод в вертикальную таблицу данных на выбранную фазу по межплоскостным расстояниям (рисунок 93, а) или углам  $2theta$  (рисунок 93, б);

| N/N | D     | l     | h | k | l |  |
|-----|-------|-------|---|---|---|--|
| 0   | 2.080 | 23.0  | 4 | 0 | 0 |  |
| 1   | 1.920 | 1.0   | 3 | 3 | 1 |  |
| 2   | 1.700 | 13.0  | 4 | 2 | 2 |  |
| 3   | 1.600 | 33.0  | 5 | 1 | 1 |  |
| 4   | 1.480 | 53.0  | 4 | 4 | 0 |  |
| 5   | 1.320 | 4.0   | 6 | 2 | 0 |  |
| 6   | 1.270 | 9.0   | 5 | 3 | 3 |  |
| 7   | 1.210 | 3.0   | 4 | 4 | 4 |  |
| 8   | 1.110 | 3.0   | 6 | 4 | 2 |  |
| 9   | 1.090 | 13.0  | 7 | 3 | 1 |  |
| 10  | 1.040 | 4.0   | 8 | 0 | 0 |  |
| 11  | 0.982 | 1.0   | 6 | 6 | 0 |  |
| 12  | 0.962 | 5.0   | 7 | 5 | 1 |  |
| 13  | 4.820 | 7.0   | 1 | 1 | 1 |  |
| 14  | 2.950 | 20.0  | 2 | 2 | 0 |  |
| 15  | 2.510 | 100.0 | 3 | 1 | 1 |  |
| 16  | 2.410 | 5.0   | 2 | 2 | 2 |  |

D  2theta

а

| N/N | Theta  | l     | h | k | l |  |
|-----|--------|-------|---|---|---|--|
| 0   | 66.79  | 23.0  | 4 | 0 | 0 |  |
| 1   | 73.21  | 1.0   | 3 | 3 | 1 |  |
| 2   | 84.67  | 13.0  | 4 | 2 | 2 |  |
| 3   | 91.37  | 33.0  | 5 | 1 | 1 |  |
| 4   | 101.35 | 53.0  | 4 | 4 | 0 |  |
| 5   | 120.30 | 4.0   | 6 | 2 | 0 |  |
| 6   | 128.70 | 9.0   | 5 | 3 | 3 |  |
| 7   | 142.23 | 3.0   | 4 | 4 | 4 |  |
| 8   | 180.00 | 3.0   | 6 | 4 | 2 |  |
| 9   | 180.00 | 13.0  | 7 | 3 | 1 |  |
| 10  | 180.00 | 4.0   | 8 | 0 | 0 |  |
| 11  | 180.00 | 1.0   | 6 | 6 | 0 |  |
| 12  | 180.00 | 5.0   | 7 | 5 | 1 |  |
| 13  | 27.48  | 7.0   | 1 | 1 | 1 |  |
| 14  | 45.67  | 20.0  | 2 | 2 | 0 |  |
| 15  | 54.27  | 100.0 | 3 | 1 | 1 |  |
| 16  | 56.72  | 5.0   | 2 | 2 | 2 |  |


D  2theta

б

Рисунок 93 – Модуль **Анализ**, окно **База данных**, отображение табличных данных на фазу в вертикальной таблице по межплоскостным расстояниям (а) или углам  $2theta$  (б)

– сохранение выведенной таблицы в формате \*.txt.

## Окно *Окно поиска* для проведения автоматического поиска фаз по базе данных


При нажатии на окно  на панели быстрого доступа открывается окно *Окно поиска* для проведения автоматического поиска фаз по базе данных (см. рисунок 72), которое содержит таблицу, вертикальную панель быстрого доступа, окно *Порог %*, окно и клавиша *Поиска по выборке* и четыре окошка, определяющие *Условия поиска по выборке*.


В таблице выводятся результаты поиска фаз по базе данных. Перемещение по таблице осуществляется с помощью вертикального и горизонтального бегунков. В правом верхнем углу окна над таблицей находится окно *Порог %*:

Порог %

– задание относительной интенсивности дифракционных максимумов, начиная с которой максимумы анализируются автоматически. Например, на рисунке 72 задан порог 10 %. Это означает, что автоматически будут проанализированы только пики, интенсивность которых больше 10 % по отношению к максимальному пику.

Панель быстрого доступа содержит следующие кнопки управления, снабжённые всплывающими подсказками:

 – очистить таблицу поиска;

 – вызов окна *Условия поиска* (рисунок 94);

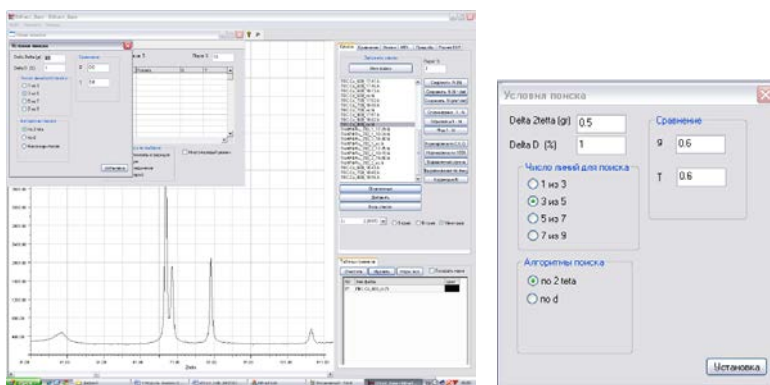



Рисунок 94 – Модуль *Анализ*,  
окно *Окно поиска*, окно *Условия поиска*

 – автоматический поиск максимумов при заданном значении в окне *Порог %*. Над таблицей появляется надпись о количестве отобранных пиков. На рисунке 95 их пять;

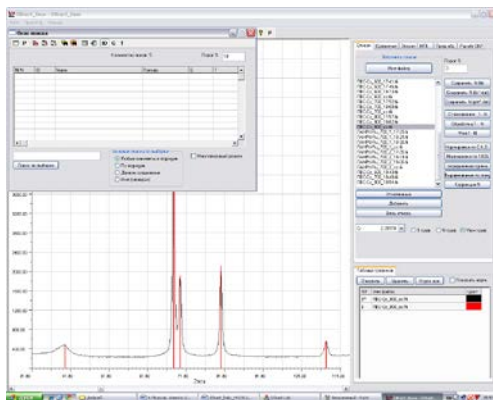





Рисунок 95 – Модуль *Анализ*, окно *Окно поиска*, результат автоматического поиска максимумов

-  – кнопка добавления максимумов вручную;
-  – кнопка удаления максимумов вручную;
-  – поиск фаз по всей базе данных, результаты поиска отображаются в таблице (рисунок 96).

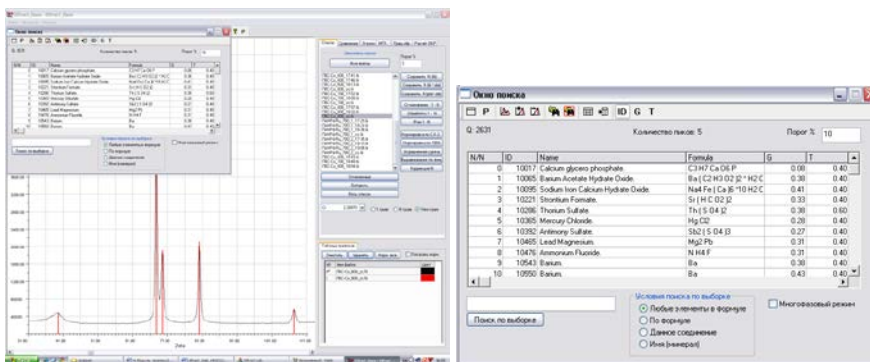


Рисунок 96 – Модуль *Анализ*, окно *Окно поиска*, результат поиска фаз по всей базе данных, сортировка по номерам фаз

В верхнем левом углу окна под горизонтальной панелью быстрого доступа выводится общее значение отобранных фаз. На рисунке 96 это 2631.



– поиск фаз из выбранного списка;



– запись результатов поиска в окно *Таблица сравнения* (рисунок 97);

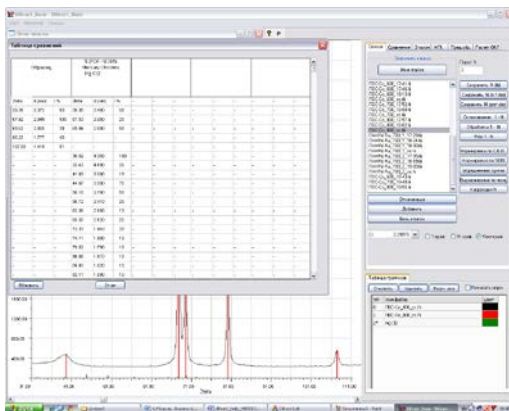


Рисунок 97 – Модуль *Анализ*, запись результатов поиска в окно *Таблица сравнения*



– запись данных на отобранные фазы в дополнительное окно (рисунок 98);

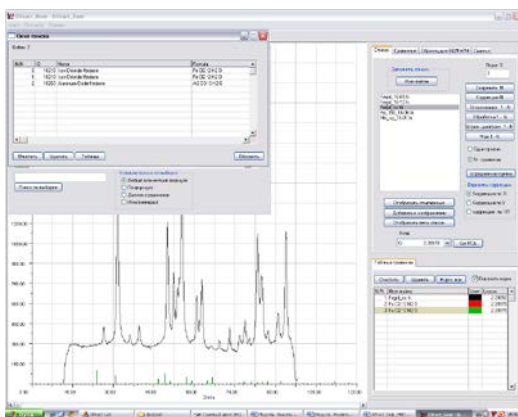
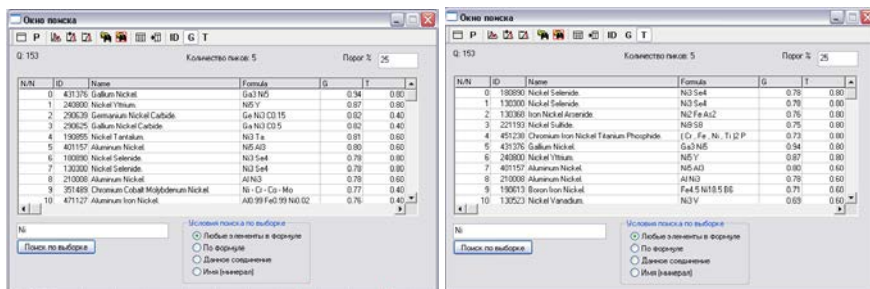


Рисунок 98 – Модуль *Анализ*, окно *Окно поиска*, запись данных на отобранные фазы в дополнительное окно



– сортировка выбранных фаз по идентификатору по номеру карточки (см. рисунок 96);

**G** – сортировка выбранных фаз по наибольшему числу совпавших линий по интенсивности  $G$  (рисунок 99, а);



а

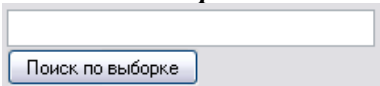
б

Рисунок 99 – Модуль *Анализ*, окно *Окно поиска*, результат поиска фаз по всей базе данных, сортировка по наибольшему числу совпавших линий по интенсивности  $G$  (а) и сортировка выбранных фаз по наибольшему числу совпавших линий по углу  $T$  (б)

**T** – сортировка выбранных фаз по наибольшему числу совпавших линий по углу  $T$  (рисунок 99, б).

По умолчанию результаты поиска выводятся в таблицу согласно идентификатору ID (по номерам фаз в базе данных) (см. рисунок 96). При этом на панели быстрого доступа окна автоматического поиска фаз активно окно **ID**. Если активировать окно **G** (щёлкнуть мышью), то сортировка той же выборки фаз будет произведена по наибольшему числу совпавших линий по интенсивности (см. рисунок 99, а). Аналогично производится сортировка фаз по наибольшему числу совпавших линий по углу  $T$  (см. рисунок 99, б).

Под таблицей вывода результатов поиска фаз находятся окно и клавиша *Поиска по выборке* и окошки, определяющие *Условия поиска по выборке*.



– задание элементов для поиска фаз из выбранного списка. На рисунке 100 задан элемент Ni, число отобранных фаз из выборки составляет 126. Фазы в таблице расположены в порядке убывания числа совпавших линий по интенсивности  $G$ ;

Условия поиска по выборке

- Любые элементы в формуле
- По формуле
- Данное соединение
- Имя (минерал)

Многофазовый режим

– задание условий поиска.

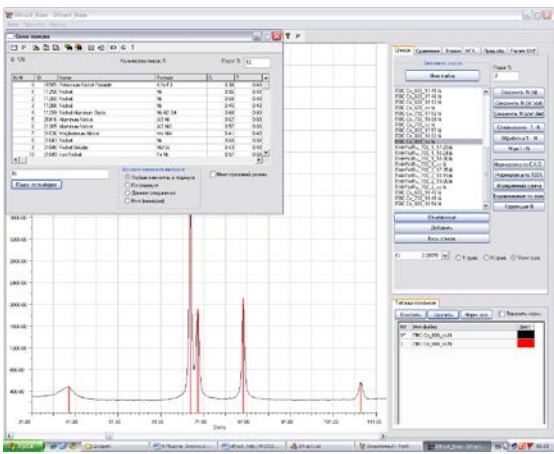


Рисунок 100 – Модуль *Анализ*, окно *Окно поиска*, результат поиска фаз из выбранного списка

Окно *Условия поиска* (см. рисунок 94) содержит окна *Delta 2teta (gr)*, *Delta D (%)*, *Число линий для поиска*, *Алгоритмы поиска*, *Сравнение* и клавишу *Установка*:

Delta 2teta (gr) 0,5

– диапазон погрешности определения угла;

Delta D (%) 1

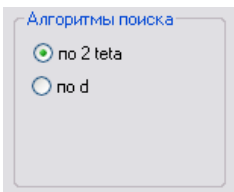
– диапазон погрешности определения межплоскостного расстояния.

В зависимости от образца и условий съемки данные параметры могут быть разными, средние значения *Delta 2teta (gr)* составляют 0,2...0,3°, *Delta D (%)* – от 0,3 до 1 %.

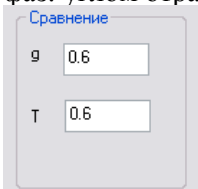
Число линий для поиска

- 1 из 3
- 3 из 5
- 5 из 7
- 7 из 9

– число линий на рентгенограмме, которые должны совпасть с максимумами эталонной фазы;



– задание параметра, по которому производится сравнение полученной дифрактограммы с табличными значениями фаз: углом отражения или межплоскостным расстоянием;



– задание критериев сравнения  $g$  и  $T$ . При этом табличные линии каждой фазы сравниваются с линиями образца по относительным интенсивностям. Критериями отбора являются  $T$  и  $g$ :

$$g_{\text{эт}} = \frac{\sum_{i \in X} I_i^{\text{эт}}}{\sum_{i \in Y} I_i^{\text{эт}}}; T_{\text{эт}} = \frac{N_{\text{совп}}^{\text{эт}}}{N_{\text{сравн}}^{\text{эт}}},$$

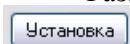
где  $X$  – набор совпавших линий эталона;

$Y$  – набор сравниваемых линий эталона;

$I$  – интенсивность пика;

$N$  – число пиков.

Фаза проходит сравнение, если  $g_{\text{эт}} \geq g$  и  $T_{\text{эт}} \geq T$ .



– установить заданные параметры поиска.

### Вкладка *Предварительная обработка (Пред.обр.)*

В правой верхней трети экрана во вкладке *Пред.обр.* расположены таблицы *Экспериментальные данные*, *Расчитанные значения* и таблица расчёта истинных физических уширений (рисунок 101).

Все таблицы снабжены клавишей проведения расчётов и автоматического заполнения строк таблицы результатами:



– клавиша проведения расчётов и вывода результатов в таблицу.

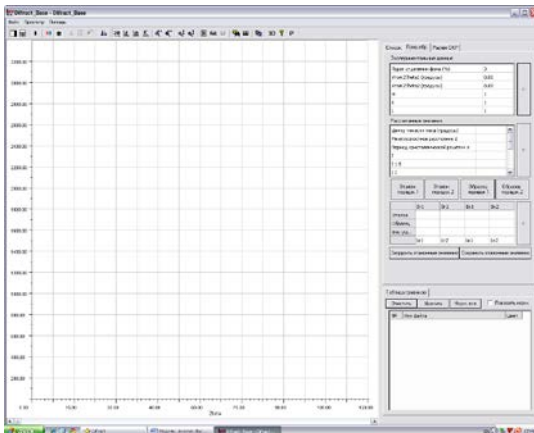


Рисунок 101 – Модуль *Анализ*, вкладка *Пред.обр.*

Таблица *Экспериментальные данные* содержит следующие строки:  
**порог отделения фона (%)** – устанавливает максимальную высоту фона по отношению в процентах от самого интенсивного пика;  
**угол  $2\theta_1$ (градусы)** – значение угла дифракции левого края рамки выделения (рисунок 102);

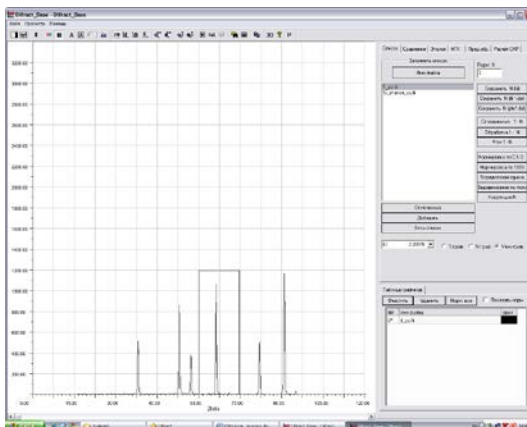


Рисунок 102 – Модуль *Анализ*, вкладка *Пред.обр.*  
 Выделение пика в окне вывода дифрактограмм

**угол  $2\theta_2$ (градусы)** – значение угла дифракции правого края рамки выделения (см. рисунок 102);  
**HKL** – индексы плоскости, соответствующие рассчитываемому пику (рисунок 103).

Таблица *Рассчитанные значения* содержит следующие строки:  
**Центр тяжести пика (градусы)** – рассчитанное значение центра тяжести пика;

**Межплоскостное расстояние** – рассчитанное значение межплоскостного расстояния, Å;

**Период решетки** – рассчитанное значение периода решётки, Å;

**I** – интенсивность пика, импульсы;

**I<sub>1,5</sub>** – интенсивность пика на высоте, на которой ширина пика составляет 1,5 ширины на полувысоте пика, импульсы;

**I<sub>2</sub>** – интенсивность пика на высоте, на которой ширина пика составляет 2,0 ширины на полувысоте пика, импульсы;

**V<sub>0.5</sub>** – ширина пика на полувысоте, градусы;

**V<sub>1.5</sub>** – ширина пика на полувысоте, умноженная на 1,5, градусы;

**V<sub>2.0</sub>** – ширина пика на полувысоте, умноженная на 2,0, градусы;

**I<sub>1,5</sub>/I** – отношение интенсивностей;

**I<sub>2,0</sub>/I** – отношение интенсивностей;

**V<sub>K</sub>** – уширение исходного профиля по Коши, градусы;

**V<sub>Г</sub>** – уширение исходного профиля по Гауссу, градусы.

Таблица *Рассчитанные значения* снабжена вертикальным бегунком. В строках **I<sub>1,5</sub>** и **I<sub>2</sub>** результаты расчёта выделены зелёным или красным цветом (см. рисунок 103).

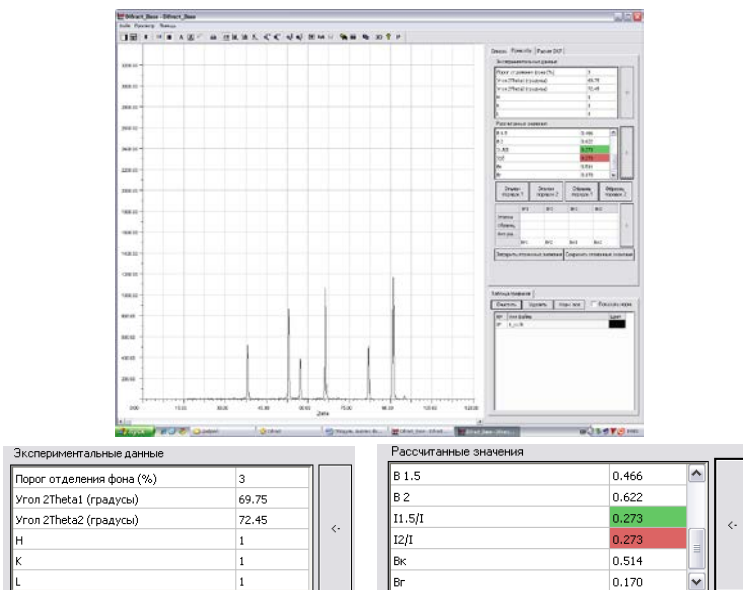
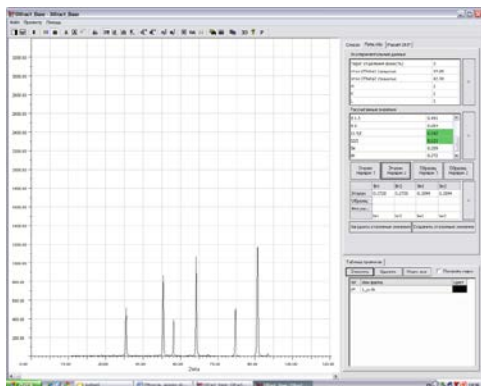


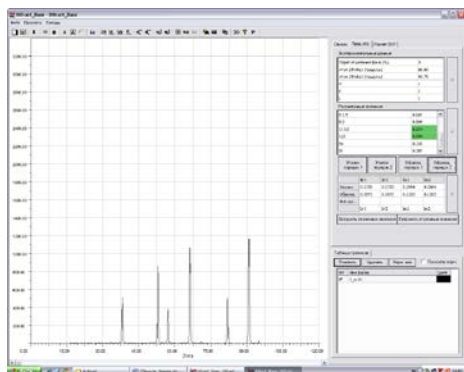
Рисунок 103 – Модуль *Анализ*, вкладка *Пред.обр.* Вывод в таблицы *Экспериментальные данные* и *Рассчитанные значения* результатов расчёта

Под таблицей *Рассчитанные значения* находятся кнопки *Эталон порядок 1*, *Эталон порядок 2*, *Образец порядок 1*, *Образец порядок 2*, при нажатии на которые значения  $V_K$  и  $V_G$  вводятся в таблицу расчёта истинных физических уширений (рисунок 104).



|           | Эталон порядок 1 | Эталон порядок 2 | Образец порядок 1 | Образец порядок 2 |    |
|-----------|------------------|------------------|-------------------|-------------------|----|
|           | Br1              | Br2              | Bk1               | Bk2               | <- |
| Эталон    | 0.2720           | 0.2720           | 0.2094            | 0.2094            |    |
| Образец   |                  |                  |                   |                   |    |
| Физ.уш... | br1              | br2              | bk1               | bk2               |    |

а

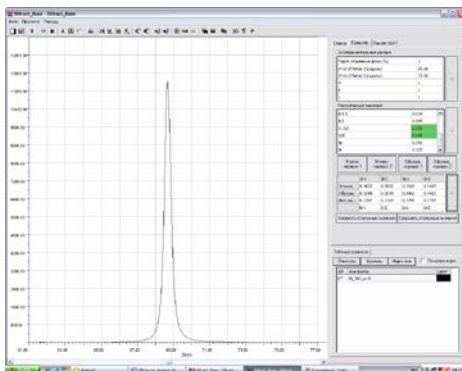


|           | Эталон порядок 1 | Эталон порядок 2 | Образец порядок 1 | Образец порядок 2 |    |
|-----------|------------------|------------------|-------------------|-------------------|----|
|           | Br1              | Br2              | Bk1               | Bk2               | <- |
| Эталон    | 0.2720           | 0.2720           | 0.2094            | 0.2094            |    |
| Образец   | 0.3872           | 0.3872           | 0.1333            | 0.1333            |    |
| Физ.уш... | br1              | br2              | bk1               | bk2               |    |

б

Рисунок 104 – Модуль *Анализ*, вкладка *Пред.обр.*  
Ввод результатов расчёта  $V_K$  и  $V_G$  для эталона (а) и образца (б)

На рисунке 104, а в таблицу введены рассчитанные значения  $V_K$  и  $V_G$  для эталона, на рисунке 104, б – для образца. При нажатии на клавишу со стрелкой производится расчёт истинного физического уширения, результат которого выводится в таблицу (рисунок 105).



|            | Br1    | Br2    | Bk1    | Bk2    |
|------------|--------|--------|--------|--------|
| Эталон     | 0.3022 | 0.3022 | 0.1665 | 0.1665 |
| Образец    | 0.3248 | 0.3248 | 0.3462 | 0.3462 |
| Физ. уш... | 0.1397 | 0.1397 | 0.1797 | 0.1797 |
|            | br1    | br2    | bk1    | bk2    |

Рисунок 105 – Модуль *Анализ*, вкладка *Пред.обр.*  
 Вывод в таблицу расчёта истинного физического уширения результатов расчёта

Под таблицей расчёта истинных физических уширений находятся следующие клавиши:

Загрузить эталонные значения

– загрузка эталонных значений из файла;

Сохранить эталонные значения

– сохранение рассчитанных значений для эталона.

### Вкладка *Расчёт ОКР*

В правой верхней трети экрана во вкладке *Расчёт ОКР* находятся таблицы *Величина ОКР*, *Распределение ОКР* и окно *g(a)* вывода графика распределения ОКР по размерам (рисунок 106).

Каждая таблица снабжена вертикальными бегунками и клавишей проведения расчётов и автоматического заполнения строк таблицы результатами



лицы результатами

В таблицу *Величина ОКР* выводятся результаты расчёта среднего размера ОКР:

$\cos(Teta1)/\cos(Teta2)$  – отношение косинусов углов центров тяжести дифракционных пиков двух порядков отражения от одной плоскости;

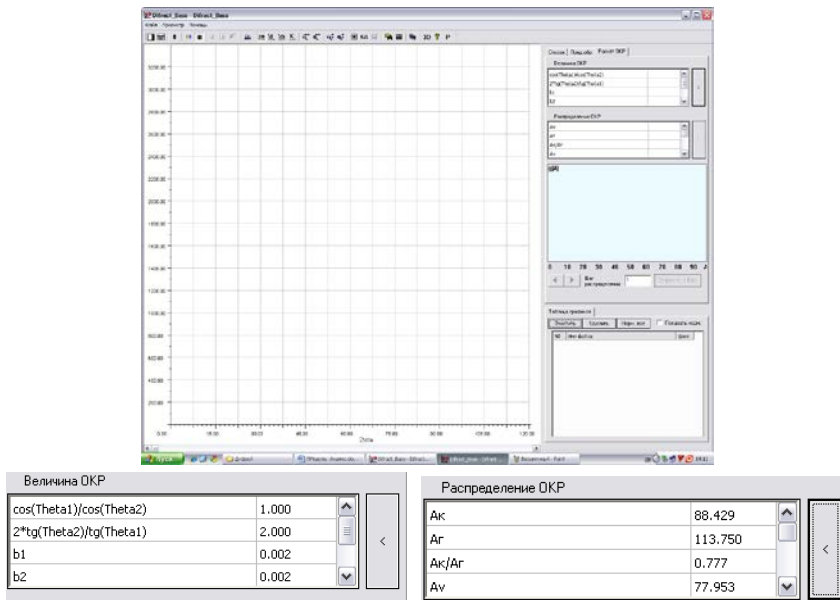


Рисунок 106 – Модуль *Анализ*, вкладка *Расчёт ОКР*.  
Вывод в таблицы *Величина ОКР* и *Распределение ОКР*  
результатов расчёта

$2 \tan(\Theta_2)/\tan(\Theta_1)$  – удвоенное отношение тангенсов углов центров тяжести дифракционных пиков двух порядков отражения от одной плоскости;

$b_1$  – истинное физическое уширение дифракционного пика первого порядка отражения от данной плоскости, градусы;

$b_2$  – истинное физическое уширение дифракционного пика второго порядка отражения от данной плоскости, градусы;

$b_2/b_1$  – отношение истинных физических уширений двух порядков отражения от данной плоскости;

$D_1$  – средний размер ОКР, рассчитанный по формуле Селякова – Шеррара, по значению истинного физического уширения первого порядка отражения, Å;

$D_2$  – средний размер ОКР, рассчитанный по формуле Селякова – Шеррара, по значению истинного физического уширения второго порядка отражения, Å.

В таблицу *Распределение ОКР* выводятся результаты расчёта распределения ОКР по размерам:

$A_K$  – диаметр ОКР по Коши, Å;

$A_T$  – диаметр ОКР по Гауссу, Å;

$A_v$  – средний объёмный диаметр ОКР, Å;

**параметр Фойгта** –  $a_i = b_{Ki} / (\sqrt{\pi} b_{Ti})$ ;

**сигма** – дисперсия распределения ОКР по размерам;

**медиана** – медиана распределения ОКР по размерам;

$g(A)$  – доля кристаллитов в выбранном интервале диаметров;

$A(sp)$  – среднеарифметический диаметр ОКР, Å;

$A(0)$  – наивероятнейший диаметр ОКР, Å;

$g_{max}$  – доля кристаллитов на максимуме распределения.

В окне для вывода графика распределения ОКР по размерам отображается рассчитанная зависимость (рисунок 107). Цифры в поле графика означают долю кристаллитов на максимуме распределения.

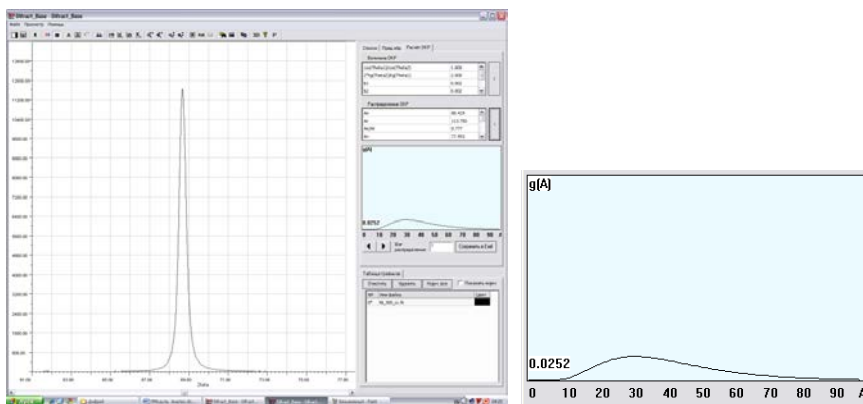
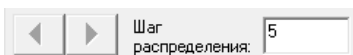
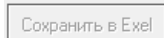


Рисунок 107 – Модуль *Анализ*, вкладка *Расчёт ОКР*.  
Вывод в окне  $g(a)$  результатов расчёта распределения ОКР по размерам



– окно изменения шага расчёта распределения ОКР по размерам, нм;



– клавиша сохранения результатов расчёта распределения ОКР по размерам.

## 5 Проведение калибровки

Прежде чем приступить к исследованию образцов, необходимо провести съёмку эталона и калибровку дифрактометра.

Калибровка заключается в построении зависимости угла  $2\theta$  от номера канала  $N$  (рисунок 108). Другими словами, это присвоение каждому каналу определённого значения дифракционного угла.

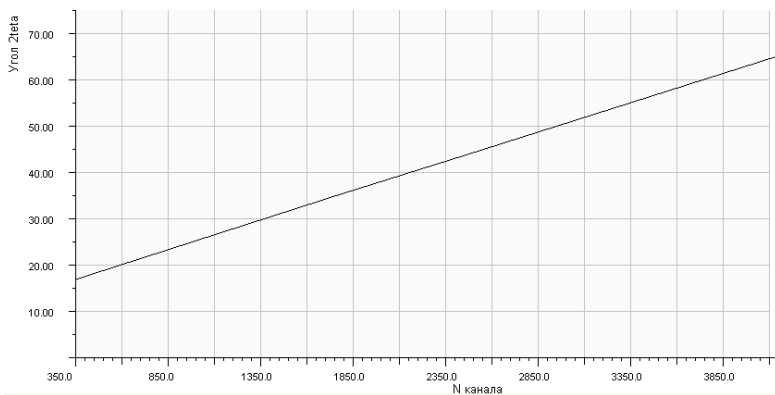


Рисунок 108 – График зависимости дифракционного угла от номера канала  $N$

В качестве эталона используется порошок оксида алюминия  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Для проведения съёмки материал эталона необходимо насыпать в кювету, уплотнить его и выровнять по краю кюветы при помощи специальной пластины (рисунок 109).



Рисунок 109 – Фотография кюветы, заполненной материалом эталона, и пластины для выравнивания

Для проведения калибровки необходимо:

1 Снять рентгенограмму эталонного образца, для чего выполнить пункты 1–10 и 12–14 в разделе 6.

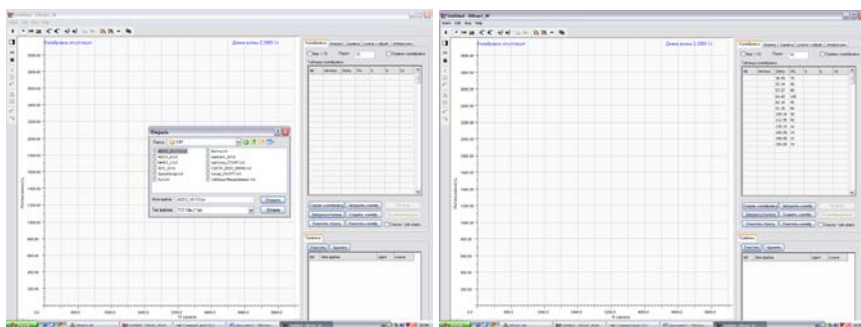
2 Из стартовой панели запустить модуль **Обработка** (см. рисунок 17).

3 Открыть вкладку **Калибровка** (см. рисунок 29).

4 Загрузить в таблицу эталонные значения межплоскостных расстояний и интенсивностей для материала калибровочного образца. Для этого:

- нажать клавишу **Загрузка эталона**;

- в открывшемся окне выбрать файл с табличными данными на материал эталона (рисунок 110, а);



а

б

Рисунок 110 – Модуль **Обработка**, вкладка **Калибровка**, окно **Открыть** с файлами данных на материалы эталонов (а) и заполнение **Таблицы калибровки** табличными данными эталона (б)

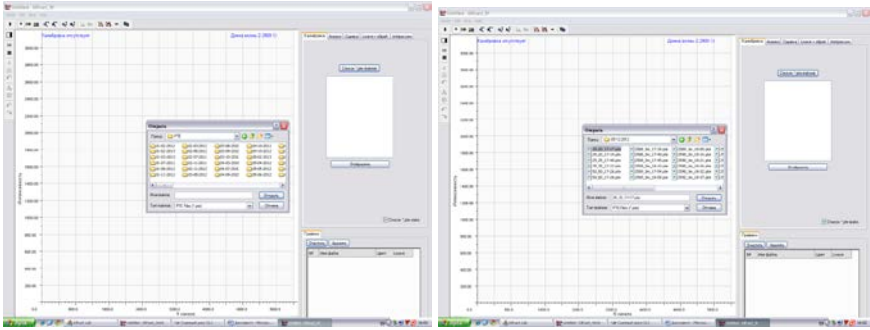
- нажать кнопку **Открыть**; в таблице отобразятся значения **2teta** и интенсивности линий эталона (рисунок 110, б).

5 Загрузить pte-файл с отснятым эталоном. Для этого:

- в окошке **Список pte-файл** поставить галочку, откроется окно вывода списка файлов в формате \*.pte (см. рисунок 41);

- нажать клавишу **Список pte-файлов**;

- в открывшемся окне выбрать необходимую папку (рисунок 111, а) и открыть её двойным щелчком;

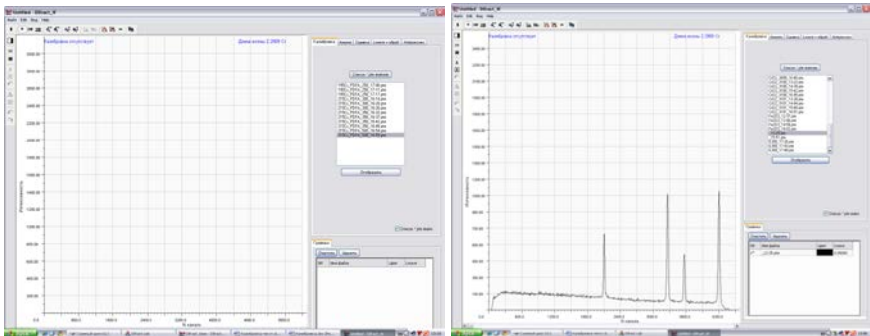


а

б

Рисунок 111 – Модуль *Обработка*, вкладка *Калибровка*, окно *Открыть* с папкой Pte (а) и с файлами в формате \*.pte (б)

- выделить любой файл (рисунок 111, б) и нажать кнопку **Открыть**;
- в окне **Список pte-файлов** отобразятся все файлы, содержащиеся в папке (рисунок 112, а);



а

б

Рисунок 112 – Модуль *Обработка*, вкладка *Калибровка* с введённым списком pte-файлов (а) и выведенном в окне вывода дифрактограмм графиком файла в формате \*.pte (б)

- выбрать необходимый файл, нажать клавишу **Отобразить**, в окне вывода дифрактограмм появится график pte-файла (рисунок 112, б);
- снять галочку в окошке **Список pte-файл**; на экране отобразится стартовый вид вкладки **Калибровка** (рисунок 113).



столбцы *№* и *Интенсивность*, на экране отобразится штрих-диаграмма красного цвета (см. рисунок 115). В окне *Графики* появится строка с тем же названием файла, но данный график имеет красный цвет.

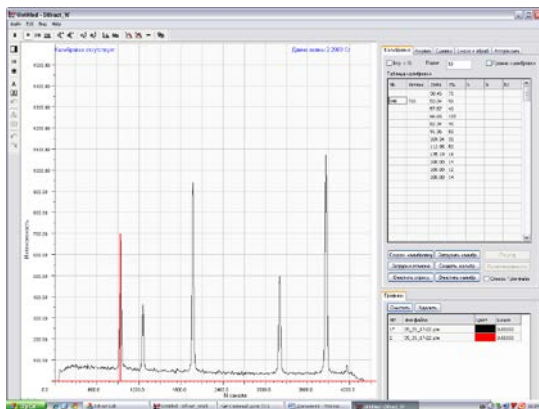


Рисунок 115 – Модуль *Обработка*, вкладка *Калибровка*. Наложение штрих-диаграммы (выделено красным цветом) на дифрактограмму эталона и заполнение таблицы калибровки экспериментальными данными

После выделения всех пиков окно вывода дифрактограмм и таблица будут выглядеть, как показано на рисунке 116.

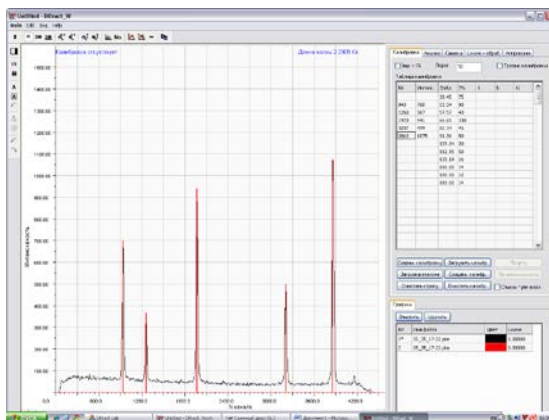


Рисунок 116 – Модуль *Обработка*, вкладка *Калибровка*. Наложение штрих-диаграммы на все пики рентенограммы эталона (выделено красным цветом) и заполнение таблицы калибровки по всем пикам

7 Нажать кнопку **Создать калибровку**, при этом в **Таблице калибровки** заполняются столбцы коэффициентов  $k$ ,  $b$  и  $k1$  (рисунок 117).

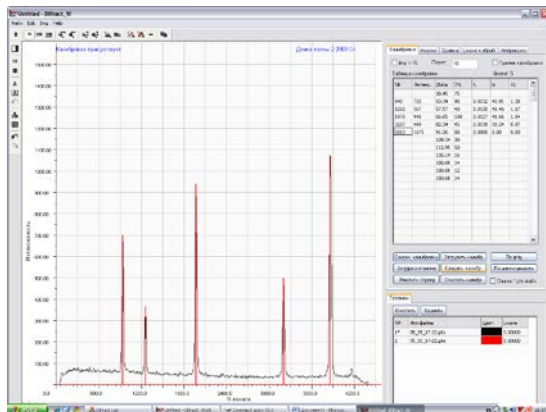


Рисунок 117 – Модуль **Обработка**, вкладка **Калибровка**.  
Заполнение таблицы калибровки коэффициентами  $k$ ,  $b$  и  $k1$

8 Проверить правильность создания калибровки: нажать кнопку **По углу** или, в случае присутствия в данном интервале самой интенсивной линии эталона, кнопку **По интенсивности**. При нажатии этих кнопок на графике появляется калибровочная линия зелёного цвета (рисунок 118). Одновременно в окне **Графики** появляется строка с названием файла и зелёным цветом выведенного графика.

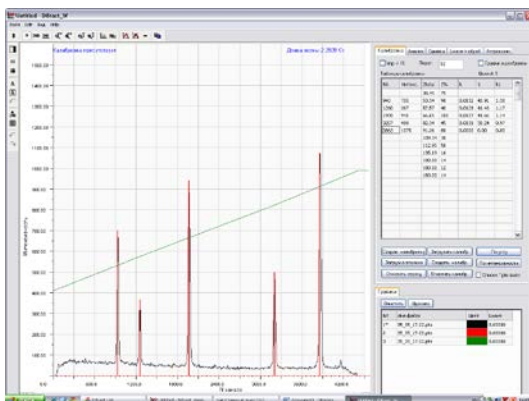


Рисунок 118 – Модуль **Обработка**, вкладка **Калибровка**.  
В окне вывода дифрактограмм: рентгенограмма эталона – чёрная;  
штрих-диаграмма – красная; калибровочная линия – зелёная

9 Сохранить калибровку: нажать кнопку **Сохранить калибровку**. В открывшемся окне **Сохранить как** (рисунок 119) выбрать папку, в которой будет сохранён файл, присвоить имя калибровочному файлу в формате \*.cst, после чего нажать кнопку **Сохранить**.

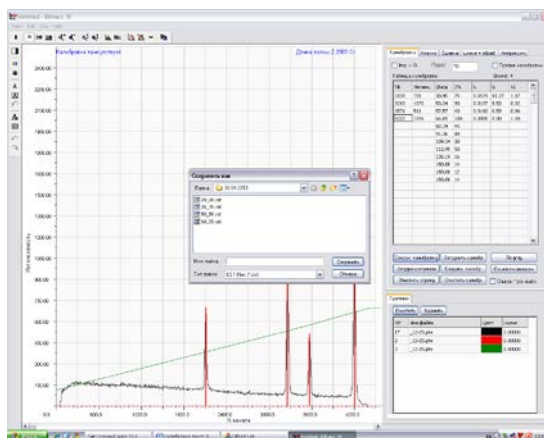


Рисунок 119 – Модуль **Обработка**, вкладка **Калибровка**, открыто окно **Сохранить как**

10 Если вновь созданная калибровка необходима для съёмки рентгенограмм, нажать кнопку **Загрузить калибровку**.

Особенности калибровки:

1 Для корректного проведения калибровки число пиков на дифрактограмме эталона, по которым происходит «привязка» номеров каналов к определённым значениям углов  $2\theta$ , должно быть не меньше трёх. При этом, чем больше максимумов содержится на дифрактограмме эталона, тем лучше происходит калибровка.

2 Для проведения калибровки пики должны иметь достаточную интенсивность – максимальный пик не менее 1000 импульсов, а остальные не менее 5 % от максимального.

3 Если калибровочная линия имеет изломы или изгибы, следует проверить правильность привязки номеров каналов к значениям углов  $2\theta$ , очистить **Таблицу калибровки** и переделать калибровку.

4 Калибровку необходимо проводить после каждой замены источника, детектора, перемещения держателя образцов или длительного перерыва в работе.

## 6 Съёмка дифрактограмм

В первую очередь перед включением дифрактометра необходимо проверить наличие потока газа через индикатор. Скорость прохождения газа должна быть 5–10 пузырьков в минуту, а положение масла таким, как показано на рисунке 16. Если положение жидкости в пробирке не соответствует рисунку, то необходимо включить газ (или увеличить количество подаваемого газа). После этого работать на дифрактометре можно не ранее, чем через 24 ч.

Держатель образцов дифрактометра предназначен для исследования порошкообразных материалов (см. рисунок 8). Исследуемый материал помещается в кюветы из оргстекла (рисунок 120), которые имеют углубления разного диаметра.



Рисунок 120 – Кюветы для образцов

После равномерного заполнения кюветы порошком, его необходимо уплотнить и выровнять по краю кюветы при помощи пластины из оргстекла (рисунок 121).




Рисунок 121 – Кюветы, заполненные исследуемым материалом

Для проведения эксперимента необходимо:

1 Включить водяное охлаждение рентгеновской трубки (см. рисунок 2, позиция 3).

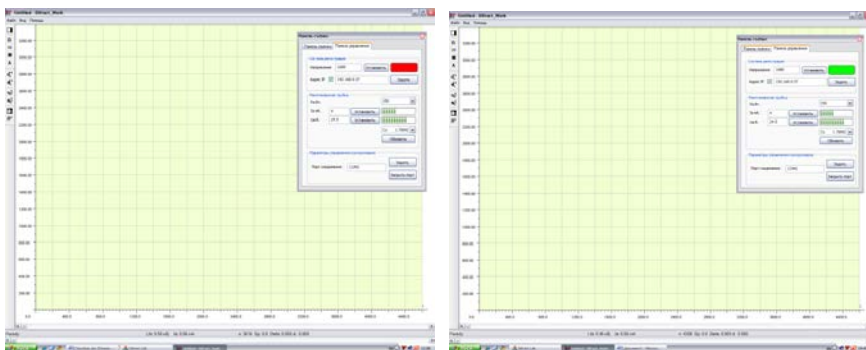
2 Включить кнопку электропитания (см. рисунок 6, позиция 2).  
Рекомендуется прогреть прибор в течение 2 ч.

3 Включить персональный компьютер (см. рисунок 2, позиция 2).

4 Загрузить программу Diffrac: нажать на значок на рабочем столе . На рабочем столе откроется стартовая панель, как показано на рисунке 17.

5 Нажать кнопку *Съёмка* (см. рисунок 17), на экране монитора открываются два окна, как показано на рисунке 18.

В малом окне переключиться на вкладку *Панель управления*. Непосредственно после включения дифрактометра во вкладке *Панель управления* индикатор имеет красный цвет (рисунок 122, *а*). Необходимо нажать расположенную рядом кнопку *Установить* и дождаться, когда индикатор станет зелёным (рисунок 122, *б*).



*а*

*б*

Рисунок 122 – Модуль *Съёмка*, открыта *Панель управления*, детектор не готов к работе (*а*), детектор готов к работе (*б*)

7 В окне *Рентгеновская трубка* необходимо выставить:

- значение мощности рентгеновской трубки *Ра Вт*, используемой для данного исследования (см. рисунок 27);

- значения тока *Ia mA* и напряжения *Ua В* (см. рисунок 27) в левых полях соответствующих строк, после чего нажать кнопку *Установить*;

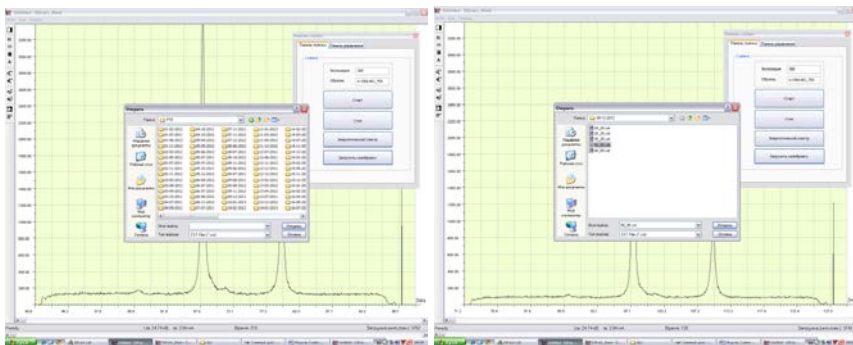
- материал и длину волны излучения анода рентгеновской трубки (см. рисунок 28), после чего нажать кнопку *Обновить*.

8 Переключиться на вкладку **Панель съёмки**.

9 В поле **Экспозиция** установить время съёмки в секундах.

10 В поле **Образец** присвоить имя файлу, в который будет записываться рентгенограмма (см. рисунок 23).

11 Нажать клавишу **Загрузить калибровку**. При нажатии данной клавиши в окне **Открыть** открывается папка **Pte** (рисунок 123, а), в которой находятся папки, названные по датам съёмки, с файлами в форматах \*.pte и \*.cst. Необходимо открыть папку, в которой находятся калибровочные файлы в формате \*.cst (рисунок 123, б).



а

б

Рисунок 123 – Модуль **Съёмка**, окно **Открыть** с папкой Pte (а) и с калибровочными файлами в формате \*.cst (б)

Далее надо выбрать калибровочный файл, соответствующий необходимым углам съёмки. На рисунке 123, б выбрана калибровка с углами  $\alpha = 50^\circ$  и  $\beta = 50^\circ$ . Затем нажать кнопку **Открыть**. На шкале абсцисс окна вывода дифрактограмм должен появиться интервал углов  $2\theta$ , соответствующий введённой калибровке. После введения калибровки все отснятые образцы будут сохраняться в формате \*.fii.

12 Нажать кнопку **РЕНТГЕН** на передней панели прибора (см. рисунок 6, позиция 3). Убедиться, что в нижней части экрана установились те значения тока и напряжения на трубке, которые были заданы в окне **Рентгеновская трубка** (см. рисунки 27 и 23).


13 Нажать кнопку **Старт**.

Окончание съёмки обозначается звуковым сигналом и автоматическим сохранением файла с рентгенограммой в папку с датой съёмки.

## 7 Сшивка рентгенограмм

Для проведения сшивки рентгенограмм необходимо:

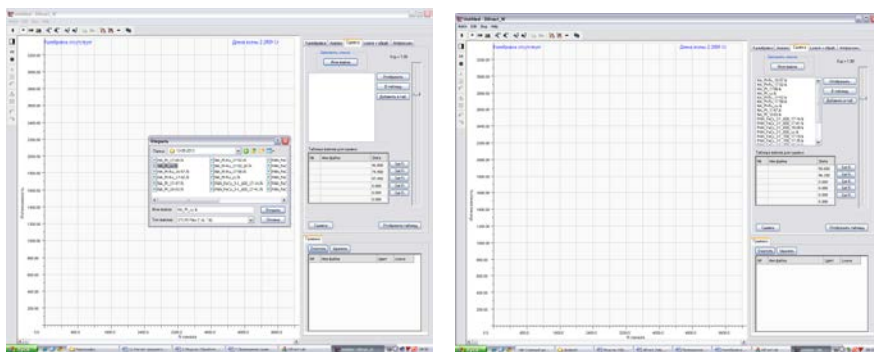
1 Загрузить программу Diffract: нажать на значок на рабочем

столе . Из стартовой панели запустить модуль **Обработка** (см. рисунок 17).

2 Открыть вкладку **Сшивка** (см. рисунок 46).

3 Загрузить файлы. Для этого:

- нажать на клавишу **Имя файла**. На экране появится окно **Открыть** с перечнем файлов в формате \*.fii (рисунок 124, а);



а

б

Рисунок 124 – Модуль **Обработка**, вкладка **Сшивка**, открыто окно **Открыть** (а), введён список файлов в формате \*.fii (б)

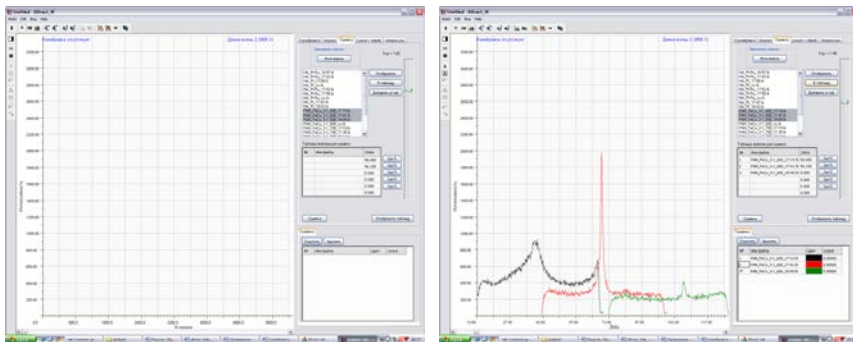
- выделить любой файл и нажать кнопку **Открыть**; в окне под клавишей **Имя файла** отобразятся все файлы, содержащиеся в папке (рисунок 124, б);

- выделить необходимые файлы (рисунок 125, а);

- нажать клавишу **Отобразить** (рисунок 125, б).

В окне вывода дифрактограмм отобразятся дифракционные кривые, содержащиеся во всех выделенных файлах. Одновременно в окне **Графики** появятся названия файлов и цвета, которые им присвоены.

4 Внести список выбранных файлов в **Таблицу файлов для сшивки**, нажав на клавишу **В таблицу** (см. рисунок 125, б).



*a*

*б*

Рисунок 125 – Модуль **Обработка**, вкладка **Сшивка**, выделение файлов для сшивки в окне **Имя файла** (а), отображение графиков в окне вывода дифрактограмм и запись в **Таблицу файлов для сшивки** названий сшиваемых файлов (б)

- 5 Выровнять дифрактограммы по интенсивности. Для этого:
- в окне **Графики** поставить звёздочку в строке с именем файла, интенсивность которого будет изменяться;
  - бегунком, расположенным в правой части вкладки **Сшивка**, подтянуть или опустить выделенную дифрактограмму (рисунок 126).

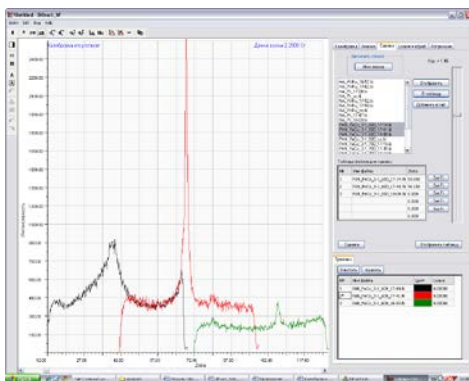


Рисунок 126 – Модуль **Обработка**, вкладка **Сшивка**. Выравнивание уровня фона сшиваемых дифрактограмм

- 6 Отметить точку сшивки дифрактограмм. Для этого:
- подвести курсор к точке сшивки;
  - удерживая левую кнопку мыши, выделить прямоугольником область сшивки (рисунок 127);

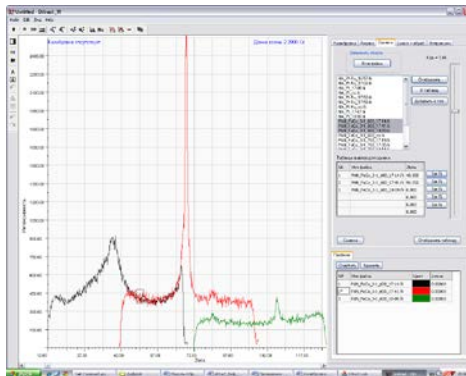


Рисунок 127 – Модуль **Обработка**, вкладка **Сшивка**.  
Выделение точки сшивки

- нажать на кнопку **Set Fi**, которая расположена в строке с названием левого из сшиваемых файлов. На рисунке 127 обозначена точка сшивки дифрактограмм, которые имеют названия PAN\_FeCo\_3-1\_600\_17-14.fii и PAN\_FeCo\_3-1\_600\_17-41.fii.

Точку сшивки необходимо выбирать в области отсутствия максимумов.

7 Провести действия согласно пунктам 5 и 6 последовательно со всеми сшиваемыми дифрактограммам (рисунок 128).

8 После того, как отмечены все точки сшивки, сшить дифрактограммы, нажав клавишу **Сшивка** (рисунок 129).

Одновременно в окне **Графики** появится пустая строка, поскольку имя вновь созданному файлу ещё не присвоено, и цвет шитого графика.

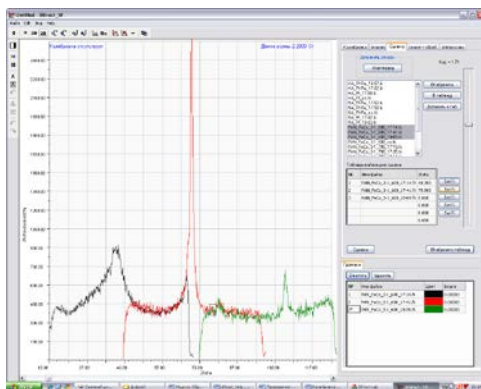


Рисунок 128 – Модуль **Обработка**, вкладка **Сшивка**.  
Выделение второй точки сшивки

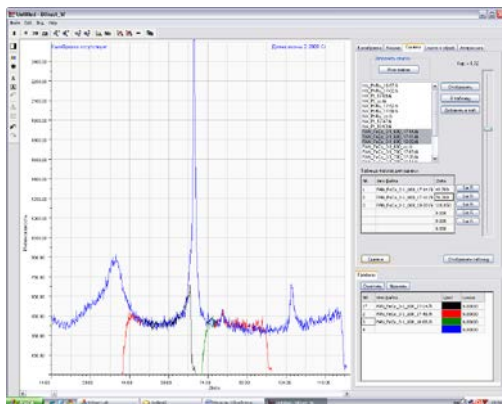


Рисунок 129 – Модуль **Обработка**, вкладка **Сшивки**.  
Сшивка дифрактограмм

9 Удалить исходные дифрактограммы нажатием кнопки **Удалить** (рисунок 130).

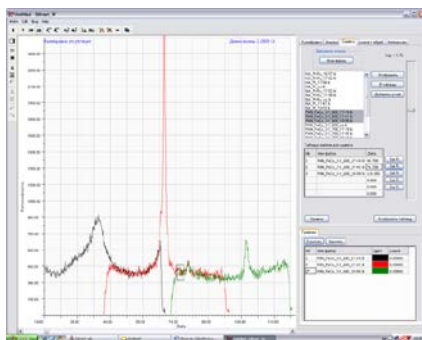
При каждом нажатии удаляется одна рентгенограмма. В частности, на рисунке 130, *а* вначале удален файл под названием PAN\_FeCo\_3-1\_600\_17-14.fii, затем PAN\_FeCo\_3-1\_600\_17-41.fii (рисунок 130, *б*). На рисунке 130, *в* представлена только считанная дифрактограмма. Одновременно с графическими изображениями удаляются названия файлов в таблице **Графики** и происходит автоматическая смена цветов оставшихся графиков в окне вывода дифрактограмм.

10 При необходимости сгладить полученную дифрактограмму (см. раздел 3) (рисунок 131).

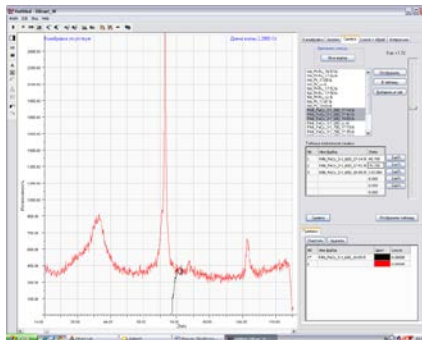
11 Сохранить дифрактограмму в формате \*.fii. Для этого:

- нажать на пункт меню **Файл** в левом верхнем углу экрана;
- в выпадающем меню выбрать строку **Сохранить \*.fii файл**, откроется окно со списком файлов формате \*.fii (рисунок 132);
- в строке **Имя файла** написать название файла, убедиться, что файл будет сохранён в нужную папку, и нажать кнопку **Сохранить**.

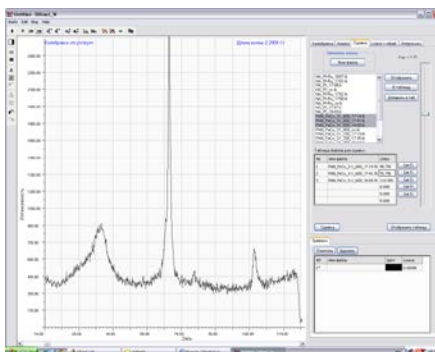
Сохранять файл можно из любой вкладки.



а



б



в

Рисунок 130 – Модуль *Обработка*, вкладка *Сшивка*.  
Последовательное удаление исходных дифрактограмм

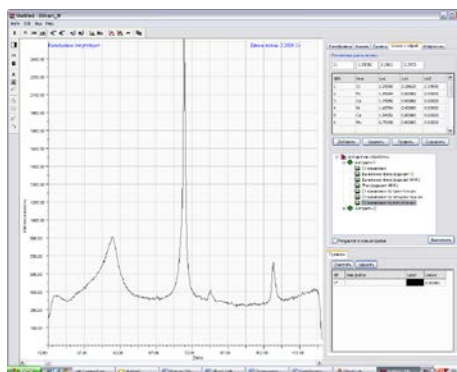


Рисунок 131 – Модуль *Обработка*, вкладка *Lwave+обраб.*  
Сглаживание шитой дифрактограммы

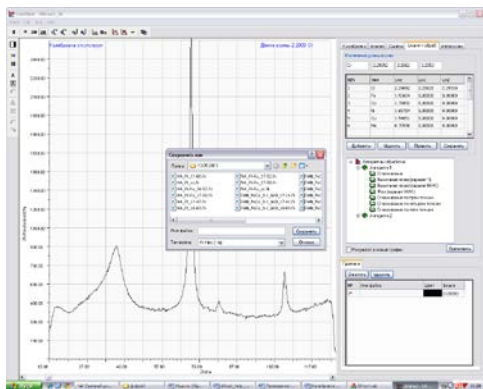



Рисунок 132 – Модуль *Обработка*, любая вкладка.  
Открыто окно *Сохранить как* для сохранения файлов

## 8 Вычитание фона

Данную процедуру можно осуществлять в ручном и автоматическом режимах.

### Ручное вычитание фона

Для ручного вычитания фона необходимо:

1 Загрузить файлы в форматах \*.pte и \*.fii. через вкладки **Калибровка** или **Сшивка** (рисунок 133). На верхней панели инструментов должна быть нажата кнопка , по оси абсцисс соответственно индицируются номера каналов.

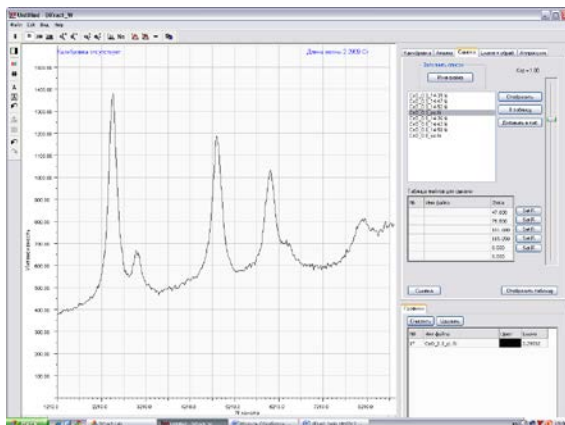




Рисунок 133 – Модуль **Обработка**, исходная дифрактограмма в формате \*.pte

2 Нажать кнопку  на верхней панели инструментов; ось абсцисс станет красной (рисунок 134).

3 Одновременным нажатием кнопки Ctrl и щелчком левой кнопки мыши отметить линию фона (рисунок 135). При проведении линии фона необходимо соблюдать основное правило – чем меньше изломов и чем ровнее линия фона, тем лучше.

4 Нажатием кнопки  на верхней панели инструментов вычесть фон (рисунок 136).

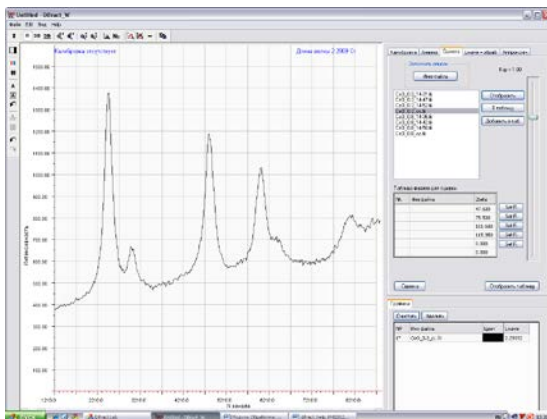


Рисунок 134 – Модуль **Обработка**, в окне вывода дифрактограмм ось абсцисс выделена красным цветом

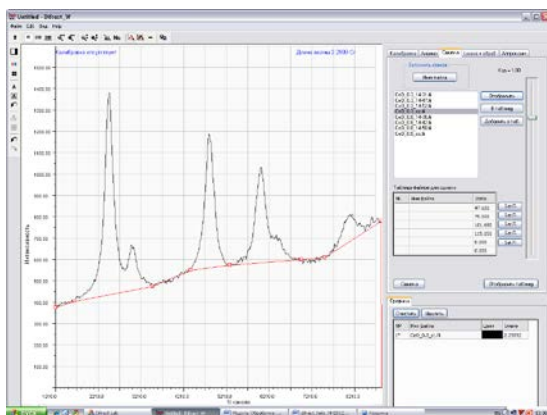




Рисунок 135 – Модуль **Обработка**, выделение фона (красная линия)

После вычитания фона кнопка  позволяет полностью удалить красную линию фона, а кнопка  позволяет её скрыть и использовать при обработке следующего файла.

Сохранить дифрактограмму без фона можно в формате \*.fii. Для этого:

- нажать на пункт меню **Файл** в левом верхнем углу экрана;

- в выпадающем меню выбрать строку **Сохранить \*.fii файл**, откроется окно **Сохранить как** со списком файлов в формате \*.fii (рисунок 137);

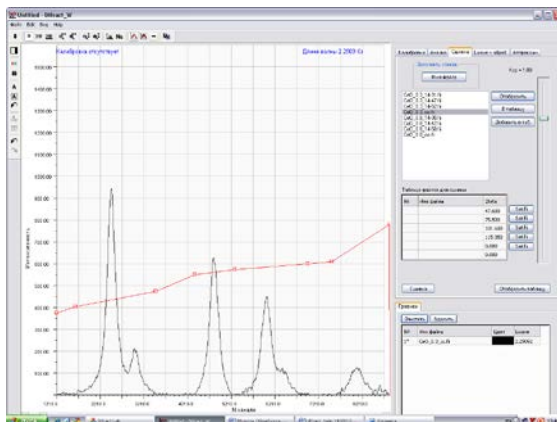


Рисунок 136 – Модуль **Обработка**, дифрактограмма после вычитания фона и линия фона (красный цвет)

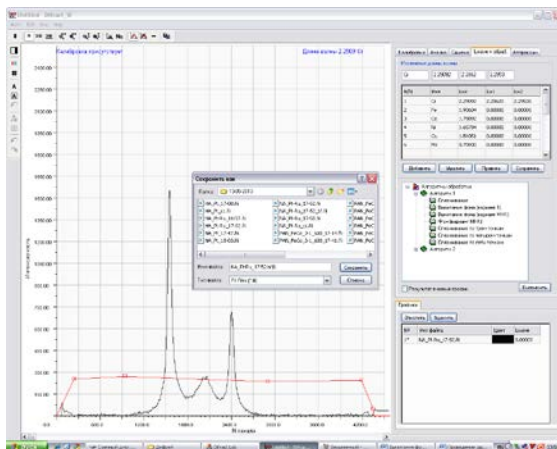




Рисунок 137 – Модуль **Обработка**, окно **Сохранить как** для сохранения файлов

- в строке **Имя файла** написать название файла, убедиться, что файл будет сохранён в нужную папку, и нажать кнопку **Сохранить**. Сохранять файл можно из любой вкладки.

## Автоматическое вычитание фона

Для автоматического вычитания фона необходимо:

1 Загрузить файлы в форматах \*.pte и \*.fii через вкладки **Калибровка** или **Сшивка**. Для файлов в формате \*.pte на верхней панели инструментов должна быть нажата кнопка , а по оси абсцисс индцироваться номера каналов. Для файлов в формате \*.fii на верхней панели инструментов должна быть нажата кнопка , а по оси абсцисс установлены углы  $2\theta$  (рисунок 138).

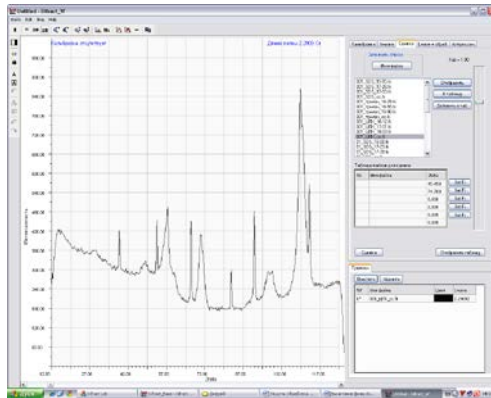


Рисунок 138 – Модуль **Обработка**, дифрактограмма в формате \*.fii

2 Войти во вкладку **Lwave + обраб** (рисунок 139). Загруженная дифракционная картина сохранится.

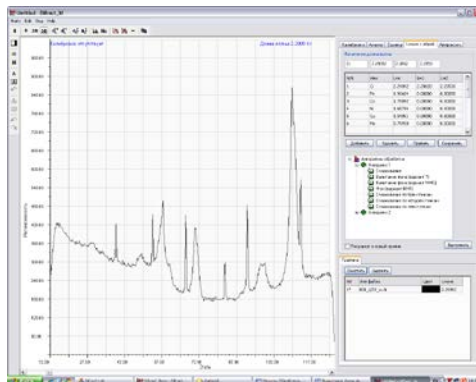


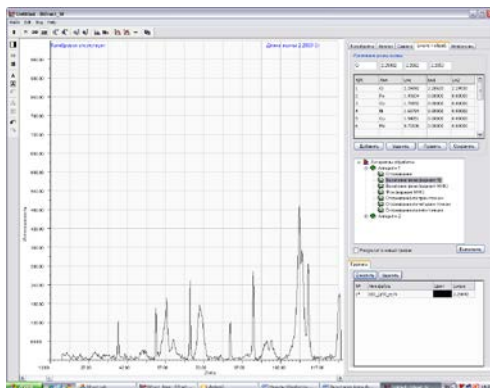


Рисунок 139 – Модуль **Обработка**, вкладка **Lwave + обраб** с исходной дифракционной картиной

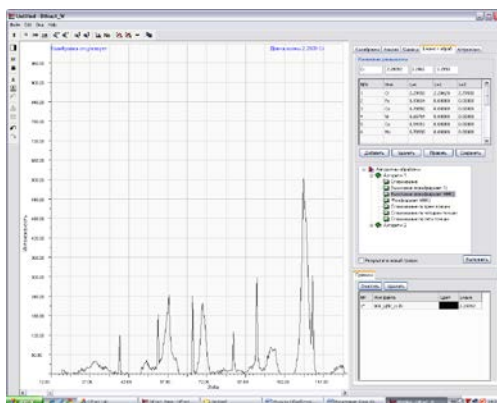
3 Двойным щелчком нажать кнопки  Вычитание фона (вариант 1) (рисунок 140, а) или  Вычитание фона (вариант МНК) (рисунок 140, б).

Сохранить дифрактограмму без фона можно в формате \*.fii. Для этого:

- нажать на пункт меню **Файл** в левом верхнем углу экрана;



а



б

Рисунок 140 – Модуль **Обработка**, дифрактограмма после вычитания фона по точкам между пиками (а) и методом наименьших квадратов (б)


- в выпадающем меню выбрать строку **Сохранить \*.fii файл**, откроется окно со списком файлов в формате \*.fii;

- в строке **Имя файла** написать название файла, убедиться, что файл будет сохранён в нужную папку, и нажать кнопку **Сохранить**.

Сохранять файл можно из любой вкладки.

## 9 Качественный фазовый анализ

Для проведения качественного фазового анализа необходимо:

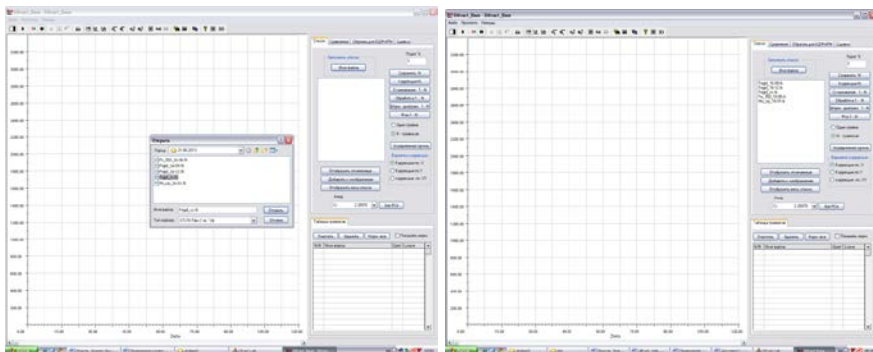
1 Загрузить программу Diffrac: нажать на значок на рабочем столе . Из стартовой панели запустить модуль *Анализ* (см. рисунок 17).

2 Убедиться, что в модуле *Анализ* открыта вкладка *Список* (см. рисунок 58).

3 Загрузить файлы. Для этого:

- нажать на клавишу *Имя файла*. На экране появится окно *Открыть* с перечнем файлов файлов в формате \*.fii (см. рисунок 77);

- в окне *Открыть* выделить любой файл (рисунок 141, а) и нажать кнопку *Открыть*; в окне под клавишей *Имя файла* отобразятся все файлы, содержащиеся в папке (рисунок 141, б);



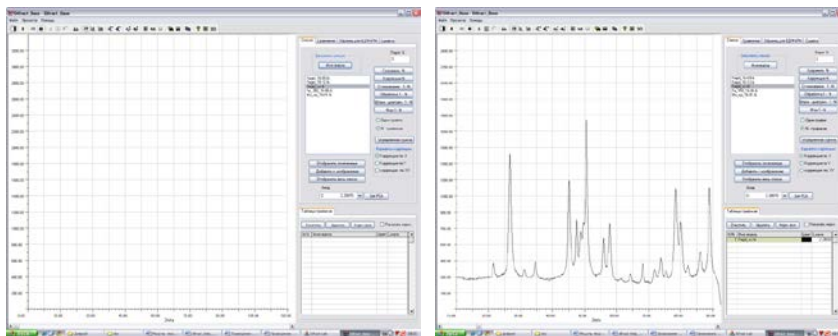
а

б

Рисунок 141 – Модуль *Анализ*, вкладка *Список*. Выделение файла в окне *Открыть* (а) и отображение списка файлов в окне *Имя файла* (б)

- в окне *Имя файла* выделить необходимые файлы (рисунок 142, а);

- нажать клавишу *Отобразить отмеченные* (рисунок 142, б).




*a*

*б*


Рисунок 142 – Модуль *Анализ*, вкладка *Список*. Выделение файлов для фазового анализа в окне *Имя файла* (*a*), отображение в окне вывода дифрактограмм графика из выделенного файла (*б*)

### Качественный фазовый анализ в ручном режиме

Выполнить пункты 1–3.


4 На панели быстрого доступа нажать кнопку ; откроется окно *База данных* для проведения ручного поиска фаз по базе данных (см. рисунок 71).

5 В окне *Входной параметр* задать элементный состав, формулу или название фаз, присутствие которых возможно в данном образце (см. рисунки 85–88). Символы элементов вбиваются через пробел, коэффициенты без пробела.

6 Нажать кнопку . Результаты поиска выводятся в верхней горизонтальной таблице (см. рисунки 85–88).

7 В верхней горизонтальной таблице выбрать фазу для наложения её штрих-диаграммы на экспериментальный график. Для этого:


- двойным щелчком нажать на строку с названием фазы. Данные по межплоскостным расстояниям  $D$  или углам  $2\theta$ , интенсивностям  $I$  и индексам плоскостей  $hkl$  этой фазы отобразятся в вертикальной таблице (см. рисунок 93);

- двойным щелчком нажать на клавишу  (см. рисунки 89, 91, 92).


8 Визуально сравнить совпадение штрих-диаграммы с пиками экспериментальной дифрактограммы. При необходимости провести сравнение для других фаз.


## Автоматический поиск фаз для качественного фазового анализа

Выполнить пункты 1–3.

4 На панели быстрого доступа нажать кнопку ; откроется окно **Окно поиска** для автоматического проведения поиска фаз по Базе данных (см. рисунок 72).

5 На панели быстрого доступа нажать на кнопку **Р** и открыть окно **Условия поиска** (см. рисунок 94).

В окне **Условия поиска** вбить необходимые значения условий поиска и нажать клавишу , после чего закрыть окно.

6 В окне  задать относительную интенсивность дифракционных максимумов.

7 Удерживая левую кнопку мыши, выделить рамкой необходимую для анализа область дифрактограммы (рисунок 143).

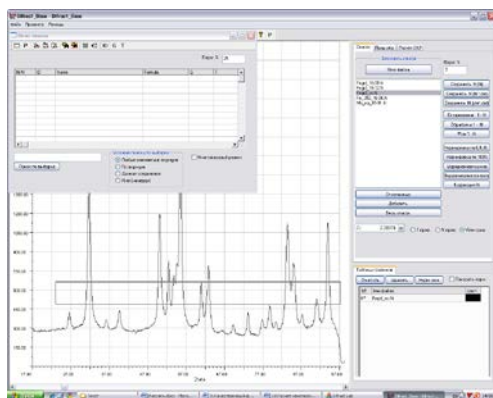




Рисунок 143 – Модуль **Анализ**, вкладка **Список**. Выделение рамкой области дифрактограммы, необходимой для исследования

8 На панели быстрого доступа окна **Окно поиска** автоматического поиска фаз по базе данных нажать на кнопку  автоматического поиска максимумов при заданном пороге интенсивности. В окне вывода дифрактограмм появится штрих-диаграмма красного цвета (см. рисунок 95).

9 После того, как все пики выделены штрих-диаграммой (см. Замечания на с. 105–108), нажать на кнопку  на панели быст-

рого доступа окна **Окно поиска**. Результаты поиска выводятся в таблице (см. рисунок 96).

10 В окне **Поиск по выборке** задать элементы для поиска фаз из выбранного списка и задать условия поиска по выборке (см. рисунок 100). Нажать клавишу **Поиск по выборке**.

11 В таблице выбрать фазу для наложения её штрих-диаграммы на экспериментальный график. Для этого: в таблице окна **Окно поиска** двойным щелчком мыши нажать на первую графу *N/N* строки с данными на интересующую фазу (рисунок 144). Графа окрасится в определённый цвет, в **Таблице графиков** появится строка с названием фазы и тем же цветом индикации. Одновременно в окне вывода дифрактограмм на экспериментальный график будет наложена штрих-диаграмма выбранной фазы соответствующего цвета.

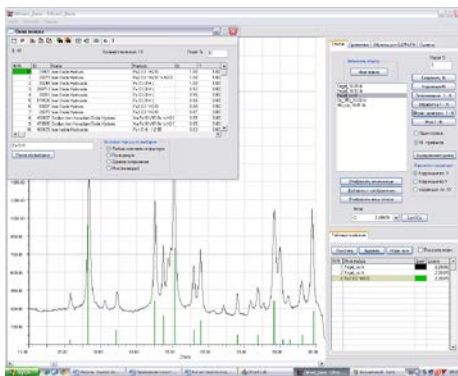


Рисунок 144 – Модуль **Анализ**, вкладка **Список**, окно **Окно поиска**.  
Отображение в окне вывода дифрактограмм штрих-диаграммы  
выбранной фазы (зелёный цвет)

12 Визуально сравнить совпадение штрих-диаграмм найденных фаз с пиками экспериментальной дифрактограммы.

### Замечания

Как видно из рисунка 145, не все максимумы могут быть автоматически выделены штрих-диаграммой. В частности, это пики на углах 26; 36; 67; 69; 73; 78; 80 и 87 градусов.

Задачу выделения пиков можно решить двумя путями. В рассматриваемом примере, поскольку необозначенных штрих-диаграммой пиков довольно много, в первую очередь необходимо

попробовать изменить в окне **Порог %** минимальный порог чувствительности. В данном случае его надо уменьшить.

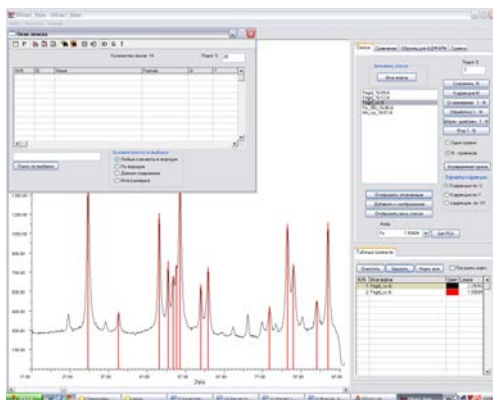


Рисунок 145 – Модуль **Анализ**, вкладка **Список**, окно **Окно поиска**. Автоматическое выделение штрих-диаграммой (красный цвет) анализируемых пиков при пороге чувствительности 25 %

Для повторного проведения процедуры выделения дифракционных максимумов необходимо:

- в **Таблице графиков** выделить строку с красным цветом и нажать на клавишу **Удалить**, расположенную сверху над таблицей. В окне вывода дифрактограмм будет удалена штрих-диаграмма красного цвета (рисунок 146);

- повторить пункты 6–8 (см. с. 104).

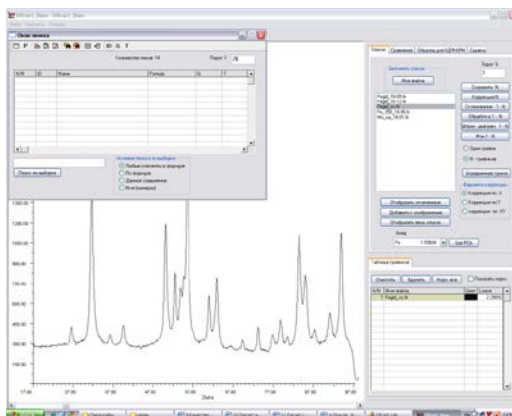


Рисунок 146 – Модуль **Анализ**, вкладка **Список**, окно **Окно поиска**. Удаление штрих-диаграммы

Результаты наложения штрих-диаграммы при пороге чувствительности 20 % и 15 % приведены на рисунках 147 и 148 соответственно.

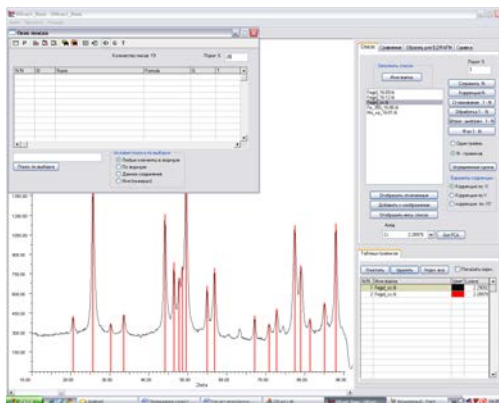


Рисунок 147 – Модуль *Анализ*, вкладка *Список*, окно *Окно поиска*. Автоматическое выделение штрих-диаграммой (красный цвет) анализируемых пиков при пороге чувствительности 20 %

При пороге чувствительности 20 % осталось три невыделенных пика: на 67, 69 и 80 градусах.

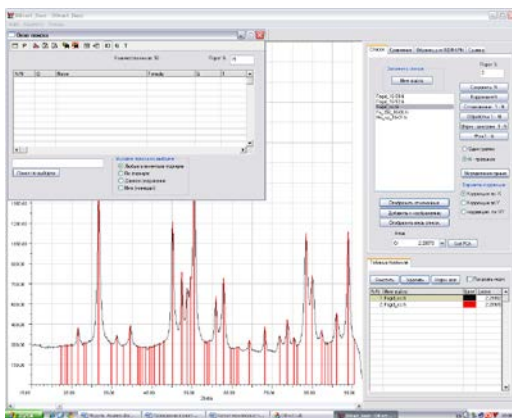
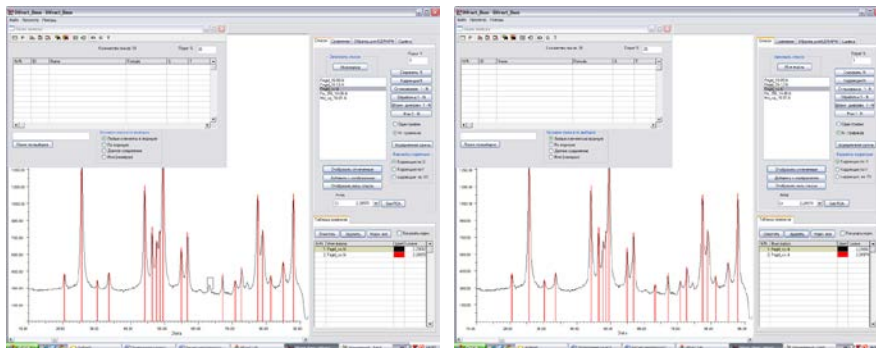


Рисунок 148 – Модуль *Анализ*, вкладка *Список*, окно *Окно поиска*. Автоматическое выделение штрих-диаграммой (красный цвет) анализируемых пиков при пороге чувствительности 15 %

При пороге чувствительности 15 % выделено много «лишних» пиков: часть линии фона воспринимается как максимумы интенсивности. Поэтому целесообразно остановиться на пороге чувствительности 20 %, а недостающие выделения добавить вручную.

Для ручного выделения пиков необходимо:


- выделить вершину пика рамкой, удерживая левую кнопку мыши (рисунок 149, а). На рисунке выделен пик на 69 градусах;




а

б

Рисунок 149 – Модуль *Анализ*, вкладка *Список*, окно *Окно поиска*. Выделение вручную рамкой отдельного пика (а) и наложение штрих-диаграммы на выделенный пик (б)


- нажать на кнопку  на панели быстрого доступа окна автоматического поиска фаз. На выделенный пик будет наложена штрих-диаграмма красного цвета (рисунок 149, б).

Аналогичным образом с помощью кнопки  можно удалить штрих-диаграмму с выделенного пика.

## 10 Расчёт межплоскостных расстояний

### Расчёт межплоскостных расстояний по максимумам пиков

Для расчёта межплоскостных расстояний по максимумам пиков необходимо:

1 Загрузить программу Diffrac: нажать на значок на рабочем столе . Из стартовой панели запустить модуль **Обработка** (см. рисунок 17).

2 Открыть анализируемую дифрактограмму через вкладку **Сшивка**. Для этого во вкладке **Сшивка**:

- нажать на клавишу **Имя файла**. На экране появится окно **Открыть** с перечнем файлов в формате \*.fii (рисунок 150, а);

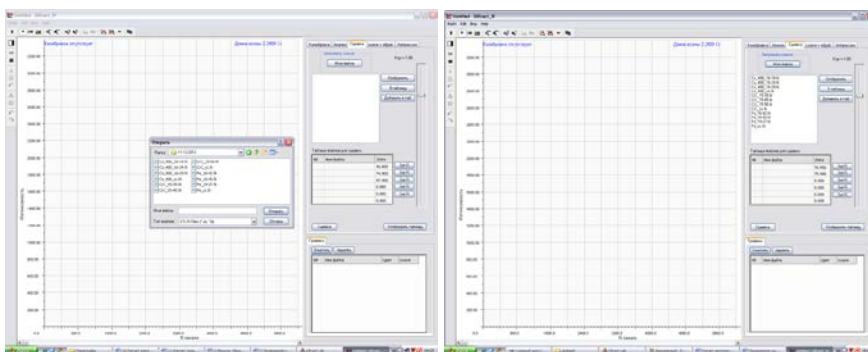


Рисунок 150 – Модуль **Обработка**, вкладка **Сшивка**, открыто окно **Открыть** (а), введён список файлов в формате \*.fii (б)

- выделить любой файл и нажать кнопку **Открыть**; в окне под клавишей **Список файлов** отобразятся все файлы, содержащиеся в окне **Открыть** (рисунок 150, б);

- окне под клавишей **Список файлов** выделить необходимый файл и нажать клавишу **Отобразить**.

3 Открыть вкладку **Анализ**. Дифракционная картина сохранится (рисунок 151).

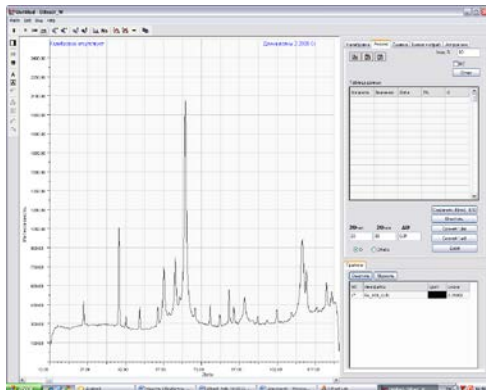


Рисунок 151 – Модуль **Обработка**, открыта вкладка **Анализ**. В окне вывода дифрактограмм отображена анализируемая дифрактограмма

4 Установить минимальный порог интенсивности  $I_{\max}$  % анализируемых максимумов. На рисунке 151 установлен порог в 10 %.

5 Удерживая левую кнопку мыши, выделить рамкой необходимую для анализа область дифрактограммы (рисунок 152).

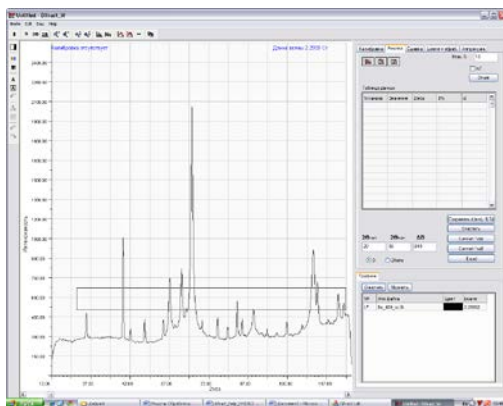



Рисунок 152 – Модуль **Обработка**, вкладка **Анализ**. Выделение необходимой для анализа области дифрактограммы

6 На горизонтальной панели быстрого доступа нажать на кнопку  автоматического поиска максимумов при заданном пороге интенсивности. В окне вывода дифрактограмм появится штрих-диаграмма красного цвета (рисунок 153) (см. Замечания на с. 111–113). Одновре-

менно в **Таблице данных** отобразятся значения каналов, соответствующие им значения интенсивностей пиков, углов  $2\theta$ , относительных интенсивностей и межплоскостных расстояний.

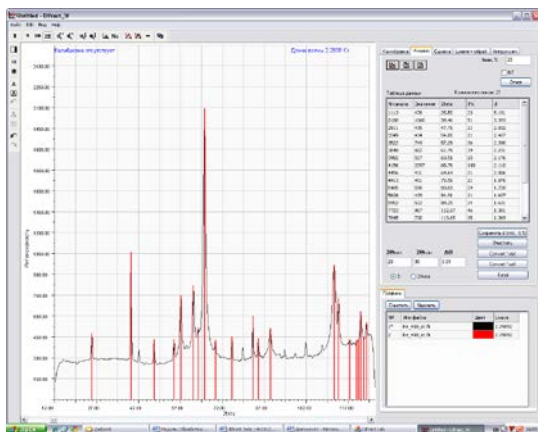


Рисунок 153 – Модуль **Обработка**, вкладка **Анализ**. Автоматическое выделение штрих-диаграммой (красный цвет) анализируемых пиков и отображение в **Таблице данных** информации по пикам

### Замечания

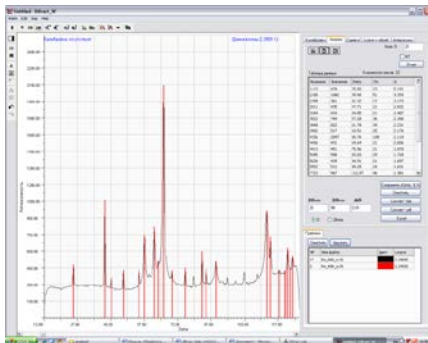
Если все максимумы на дифрактограмме автоматически выделены штрих-диаграммой, то на этом процедура определения межплоскостных расстояний окончена. Однако так бывает далеко не всегда. Как видно из рисунка 153, пики на углах 42,0; 79,5; 94,5; 102,0 градусов автоматически не выделены штрих-диаграммой. И наоборот, в районе углов 107–115 градусов есть наложение линий штрих-диаграммы, в то время как визуально дифракционные максимумы в этой области не обнаруживаются. Соответственно, возникает необходимость выделить пики или убрать линию штрих-диаграммы.

Для наложения линии штрих-диаграммы на отдельный дифракционный максимум необходимо:

- выделить вершину пика рамкой, удерживая левую кнопку мыши. На рисунке 154, *a* рамкой обведена вершина пика в районе дифракционного угла 42°;




а



б

Рисунок 154 – Модуль **Обработка**, вкладка **Анализ**.  
Выделение вручную рамкой отдельного пика (а) и наложение  
штрих-диаграммы на выделенный пик (б)



- нажать на кнопку  на горизонтальной панели быстрого доступа. Данный пик будет выделен линией штрих-диаграммы красного цвета, а в **Таблице данных** появится строка со всеми данными на данный дифракционный максимум (рисунок 154, б).

На рисунке 155 приведена дифрактограмма, на которой все невыделенные автоматически пики добавлены вручную.

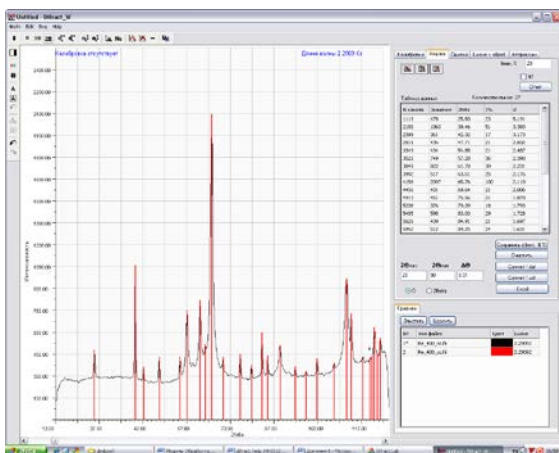



Рисунок 155 – Модуль **Обработка**, вкладка **Анализ**.  
На анализируемой дифрактограмме выделены все пики

Для удаления отдельной линии штрих-диаграммы необходимо выделить вершину линии рамкой, удерживая левую кнопку мыши (рисунок 156). Затем нажать на кнопку .

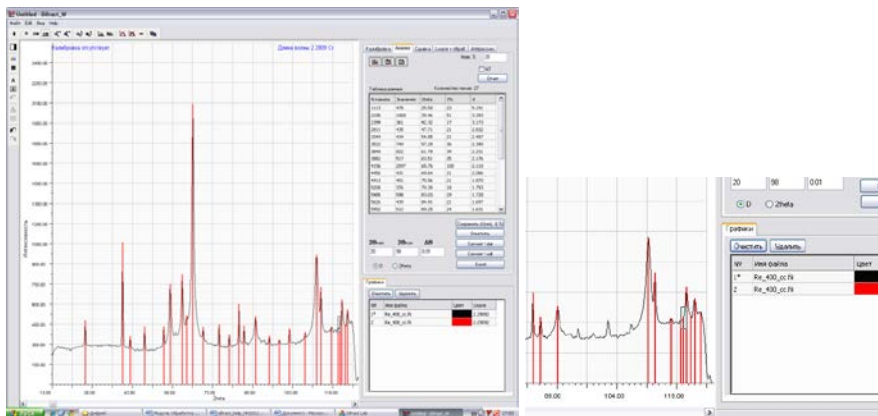


Рисунок 156 – Модуль **Обработка**, вкладка **Анализ**. Выделение вручную пика для удаления линии штрих-диаграммы

Выделенная линия исчезнет, одновременно из **Таблицы данных** будет удалена соответствующая строка. На рисунке 157 представлена дифрактограмма, на которой все нежелательные линии штрих-диаграммы удалены.

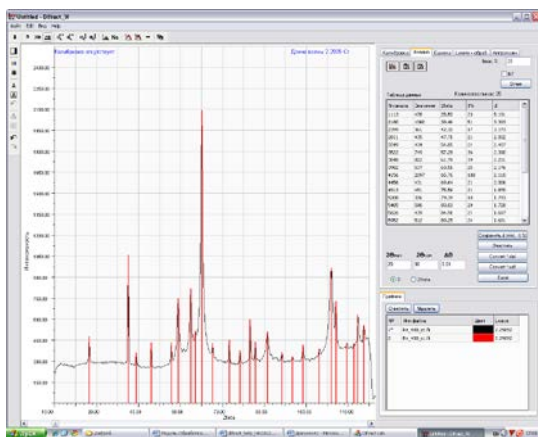



Рисунок 157 – Модуль **Обработка**, вкладка **Анализ**. На анализируемой дифрактограмме удалены все нежелательные линии штрих-диаграммы

## Расчёт межплоскостных расстояний по центру тяжести пика

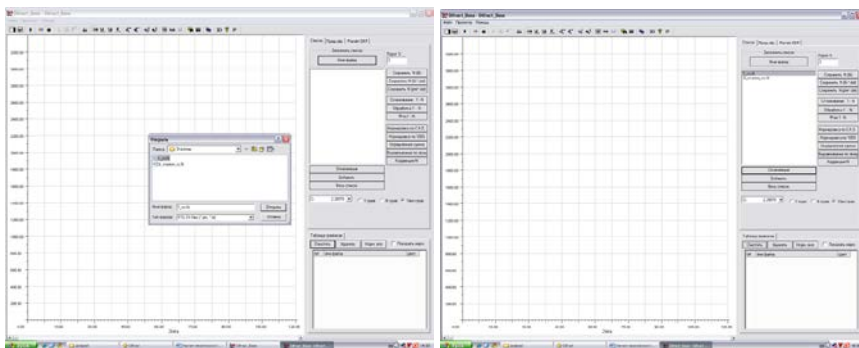
Для расчёта межплоскостных расстояний по центрам тяжести пиков необходимо:

1 Загрузить программу Diffract: нажать на значок на рабочем столе . Из стартовой панели запустить модуль *Анализ* (см. рисунок 17).

2 Открыть анализируемую дифрактограмму через вкладку *Список*. Для этого во вкладке *Список*:

- нажать на клавишу *Имя файла*. На экране появится окно с перечнем файлов в формате \*.fii;

- выделить любой файл и нажать кнопку *Открыть* (рисунок 158, а); в окне под клавишей *Имя файла* отобразятся все файлы, содержащиеся в папке (рисунок 158, б);

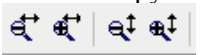


а

б

Рисунок 158 – Модуль *Анализ*, вкладка *Список* с введённым списком файлов в формате \*.fii

- в окне под клавишей *Имя файла* выделить необходимый файл и нажать клавишу *Отмеченные* (рисунок 159). В окне вывода дифрактограмм отобразится анализируемая дифрактограмма.

3 С помощью окон , расположенных на панели быстрого доступа, и бегунка окна вывода дифрактограмм выделить анализируемый пик (рисунок 160).

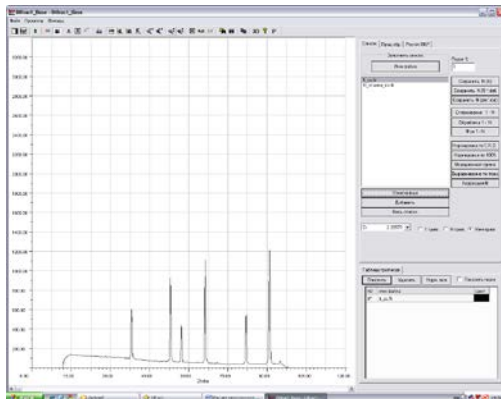


Рисунок 159 – Модуль *Анализ*, вкладка *Список*. В окне вывода дифрактограмм отображена анализируемая дифрактограмма

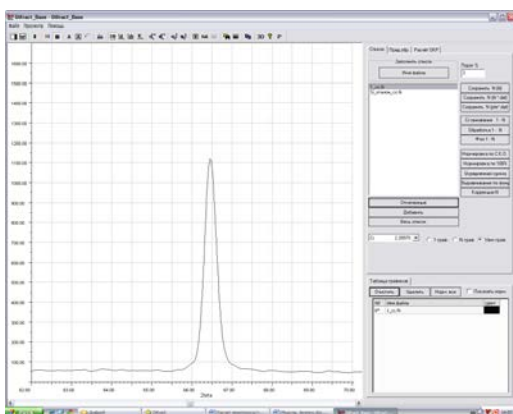


Рисунок 160 – Модуль *Анализ*, вкладка *Список*.  
Выделение анализируемого пика

4 Сгладить дифрактограмму, нажав на клавишу *Сглаживание I-N* (в случае необходимости).

5 Вычесть фон из дифрактограммы, нажав на клавишу *Обработка I-N* (рисунок 161).

6 Переключиться на вкладку *Пред.обр.*

7 Удерживая левую кнопку мыши, выделить рамкой анализируемый пик (рисунок 162).

8 В таблице *Экспериментальные данные* нажать на клавишу со стрелкой. В таблице появятся данные на начальный *Угол  $2\theta_{\text{eta1}}$*  и конечный *Угол  $2\theta_{\text{eta2}}$*  углы выделенного пика (рисунок 163). При необходимости вбить значения НКЛ вручную, щёлкнув мышью по соответствующей строке.

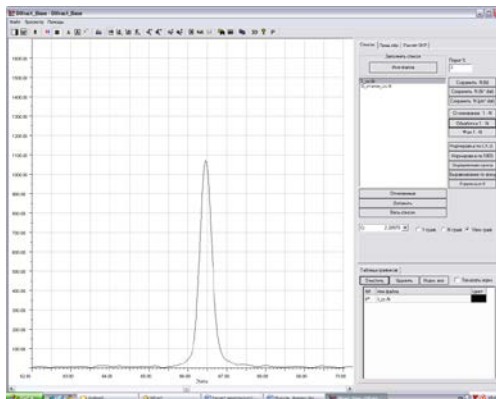


Рисунок 161 – Модуль *Анализ*, вкладка *Список*. Дифрактограмма после вычитания фона

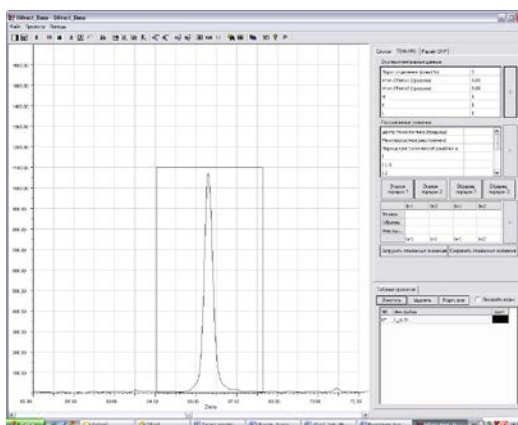


Рисунок 162 – Модуль *Анализ*, вкладка *Пред.обр.* Выделение рамкой анализируемого пика

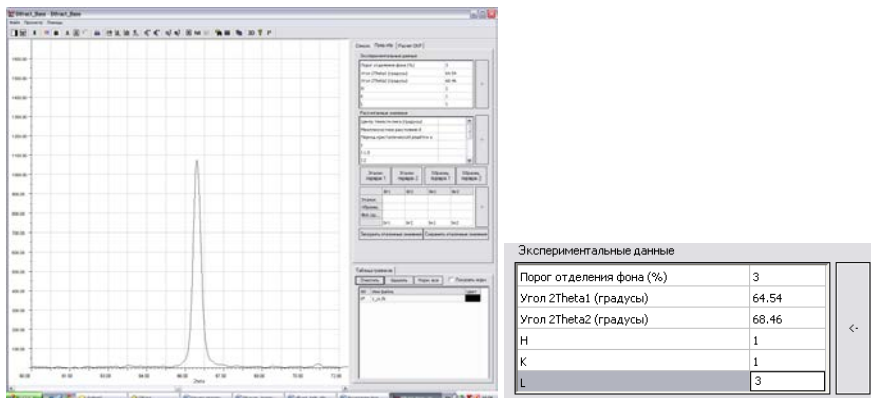


Рисунок 163 – Модуль *Анализ*, вкладка *Пред.обр.*  
Заполнение таблицы *Экспериментальные данные*

9 В таблице *Рассчитанные значения* нажать на клавишу со стрелкой. Верхние две строки таблицы содержат информацию о центре тяжести дифракционного максимума и соответствующем межплоскостном расстоянии (рисунок 164).

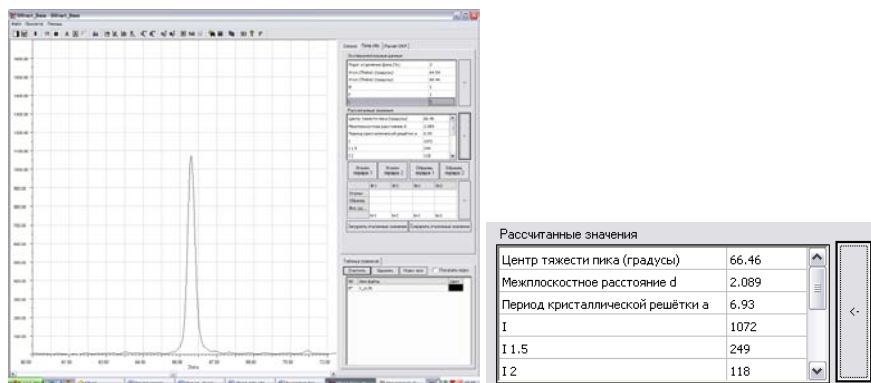


Рисунок 164 – Модуль *Анализ*, вкладка *Пред.обр.*  
Заполнение таблицы *Рассчитанные значения*

## 11 Расчёт параметров элементарной ячейки

Для расчёта параметров элементарной ячейки необходимо:

1 Загрузить программу Diffrac: нажать на значок на рабочем столе



Из стартовой панели запустить модуль *Анализ* (см. рисунок 17).

2 Открыть анализируемую дифрактограмму через вкладку *Список*. Для этого во вкладке *Список*:

- нажать на клавишу *Имя файла*. На экране появится окно с перечнем файлов в формате \*.fii;

- выделить любой файл и нажать кнопку *Открыть* (см. рисунок 150, а); в окне под клавишей *Имя файла* отобразятся все файлы, содержащиеся в папке (см. рисунок 150, б);

- в окне под клавишей *Имя файла* выделить необходимый файл и нажать клавишу *Отмеченные* (см. рисунок 151). В окне вывода дифрактограмм отобразится анализируемая дифрактограмма.

3 Открыть окно *Расчёт параметров элементарной ячейки* (рисунок 165).

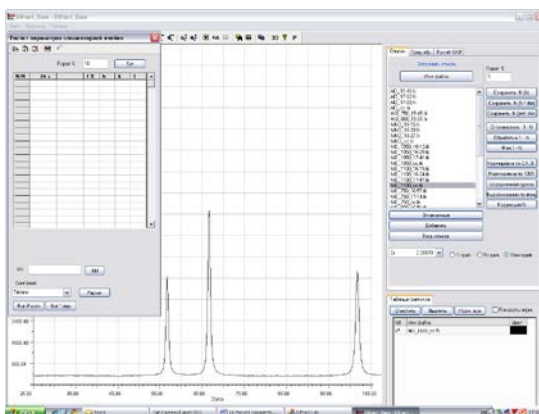


Рисунок 165 – Модуль *Анализ*, вкладка *Список*. Открыто окно расчёта параметров элементарной ячейки

4 В окне *Порог %* установить уровень относительной интенсивности дифракционных максимумов, начиная с которой максимумы будут проанализированы автоматически. На рисунке 165 установлен порог в 10 %.

5 Удерживая левую кнопку мыши, выделить рамкой необходимую для анализа область дифрактограммы (рисунок 166).

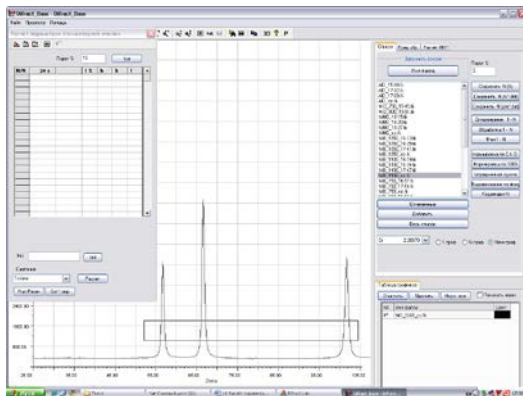



Рисунок 166 – Модуль *Анализ*, вкладка *Список*.  
Выделение необходимой для анализа области дифрактограммы

6 На горизонтальной панели быстрого доступа окна *Расчёт параметров элементарной ячейки* нажать на кнопку  автоматического поиска максимумов при заданном пороге интенсивности. В окне вывода дифрактограмм появится штрих-диаграмма красного цвета (рисунок 167).

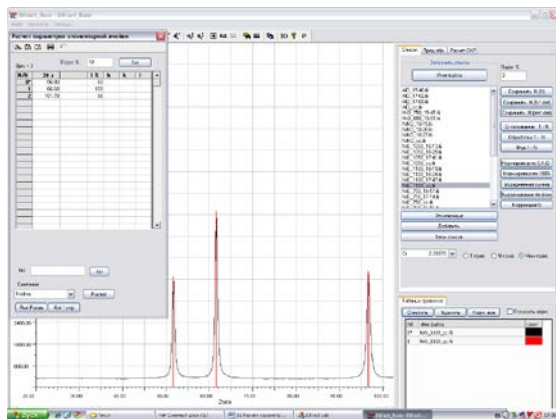


Рисунок 167 – Модуль *Анализ*, вкладка *Список*. Автоматическое выделение анализируемых пиков (штрих-диаграмма красного цвета)

Одновременно в таблице отобразятся значения углов  $2\theta$  и соответствующие им относительные интенсивности пиков.

7 Если не все пики на дифрактограмме выделены автоматически или, наоборот, присутствуют лишние пики, необходимо добавить или убрать выделения вручную (см. раздел 10, Замечания).

8 Заполнить колонки таблицы  $hkl$ : набрать значения  $h$ ,  $k$  и  $l$  вручную (рисунок 168).

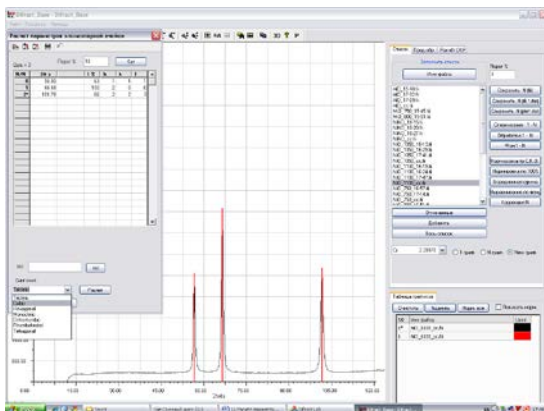
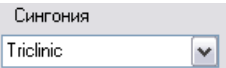
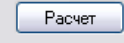
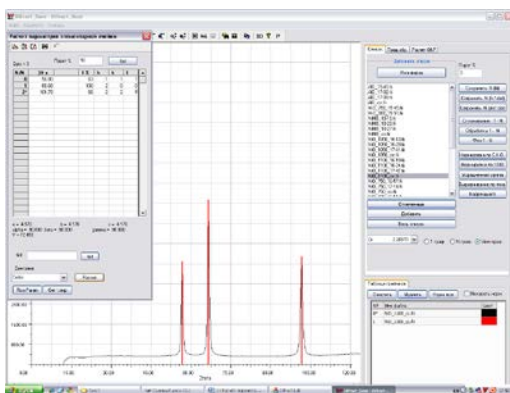


Рисунок 168 – Модуль *Анализ*, вкладка *Список*.  
Заполнение ячеек  $hkl$  и задание сингонии кристаллической решётки

9 В окне  задать сингонию кристаллической решётки исследуемой фазы (см. рисунок 168).

10 Нажать кнопку . В поле под таблицей появятся результаты расчёта параметров элементарной ячейки: периодов  $a$ ,  $b$ ,  $c$ , углов  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$  и объёма элементарной ячейки  $V$  (рисунок 169).




$a = 4,170$        $b = 4,170$        $c = 4,170$   
 $\alpha = 90,000$     $\beta = 90,000$     $\gamma = 90,000$   
 $V = 72,490$

Рисунок 169 – Модуль *Анализ*, вкладка *Список*.  
Результаты расчёта параметров элементарной ячейки

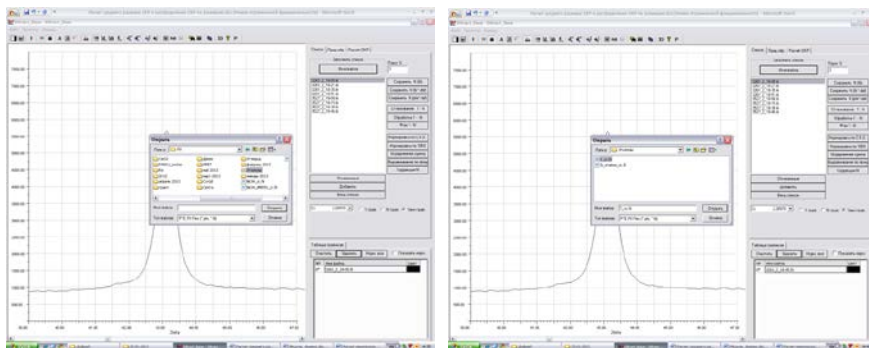
## 12 Расчёт среднего размера ОКР и распределения ОКР по размерам

Для расчёта среднего размера ОКР и распределения ОКР по размерам необходимо:

1 Загрузить программу Diffract: нажать на значок на рабочем столе . Из стартовой панели запустить модуль *Анализ* (см. рисунок 17).

2 Загрузить дифрактограмму эталона. Для этого во вкладке *Список*:

- нажать на клавишу *Имя файла*. На экране появится окно *Открыть* с перечнем файлов в формате \*.fii. В папке *Fii* выделить папку *Эталоны* (рисунок 170, а);

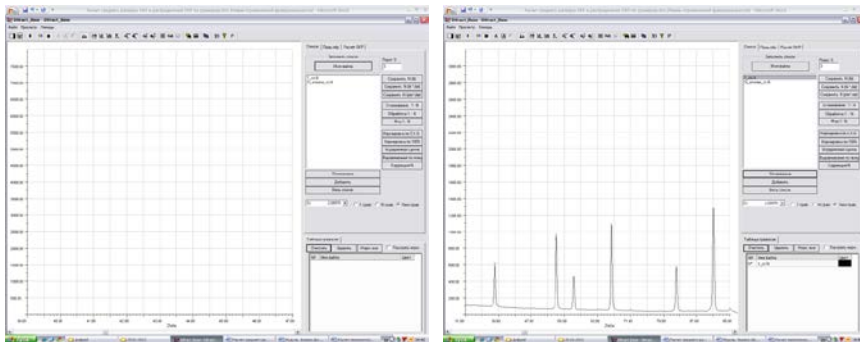


а

б

Рисунок 170 – Модуль *Анализ*, вкладка *Список*, в окне *Открыть* выделена папка *Эталоны* (а), выделение файла в папке *Эталоны* (б)

- открыть папку *Эталоны*;
- в окне *Открыть*, в папке *Эталоны* выделить любой файл и нажать кнопку *Открыть* (рисунок 170, б). В окне под клавишей *Имя файла* отобразятся все файлы, содержащиеся в папке (рисунок 171, а);
- в окне под клавишей *Имя файла* выделить необходимый файл и нажать клавишу *Отмеченные*. В окне вывода дифрактограмм отобразится дифрактограмма эталона (рисунок 171, б).



а

б

Рисунок 171 – Модуль *Анализ*, вкладка *Список* с введённым списком эталонов (а), в окне вывода дифрактограмм отображена дифрактограмма эталона (б)

3 Сгладить дифрактограмму эталона, нажав на клавишу *Сглаживание I-N* (в случае необходимости).

4 Вычисть фон, нажав на клавишу *Обработка I-N* (рисунок 172).

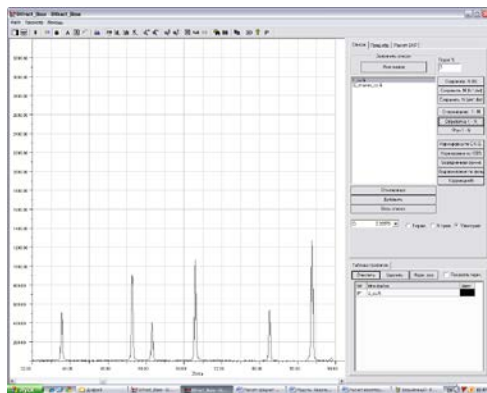



Рисунок 172 – Модуль *Анализ*, вкладка *Список*. Дифрактограмма эталона после вычитания фона

5 С помощью окон , расположенных на панели быстрого доступа, и бегунка окна вывода дифрактограмм выделить пик эталона, находящийся на тех же углах  $2\theta$ , что и анализируемые пики (рисунок 173).

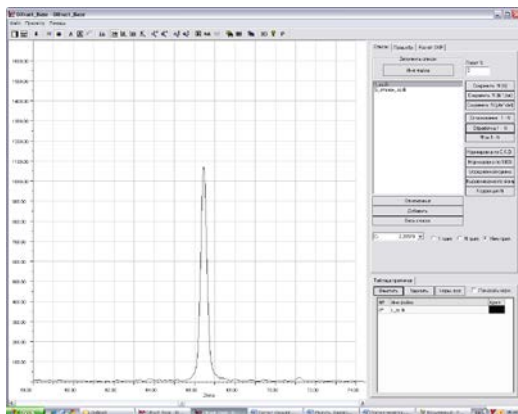


Рисунок 173 – Модуль *Анализ*, вкладка *Список*.  
Выделение пика эталона

6 Переключиться на вкладку *Пред.обр.*

7 Удерживая левую кнопку мыши, выделить рамкой пик эталона (рисунок 174).

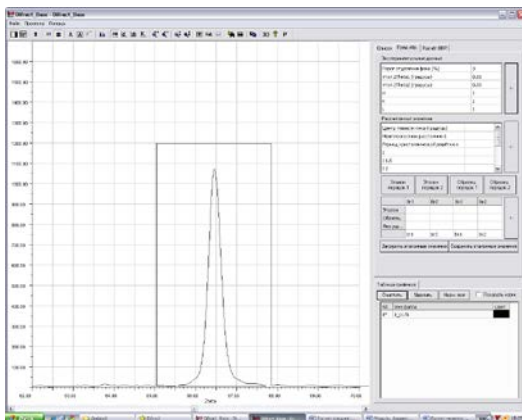


Рисунок 174 – Модуль *Анализ*, вкладка *Пред.обр.*  
Выделение рамкой пика эталона

8 Ввести данные на пик эталона. Для этого в таблице *Экспериментальные данные* нажать на клавишу со стрелкой. В таблице появятся данные на начальный *Угол 2theta1* и конечный *Угол 2theta2* углы выделенного пика (рисунок 175). При необходимости вбить значения НКЛ вручную, щёлкнув мышью по соответствующей строке.

9 Рассчитать пик эталона. Для этого в таблице **Рассчитанные значения** нажать на клавишу со стрелкой. Строки таблицы заполнятся данными на пик эталона (рисунок 176).

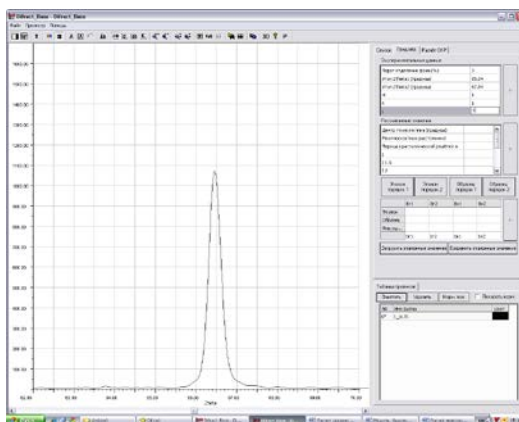


Рисунок 175 – Модуль **Анализ**, вкладка **Пред.обр.**  
Заполнение таблицы **Экспериментальные данные** на эталон

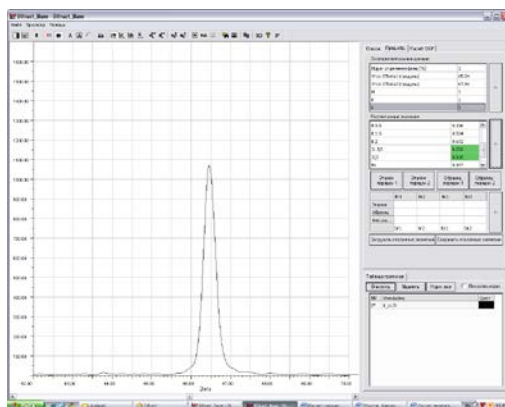
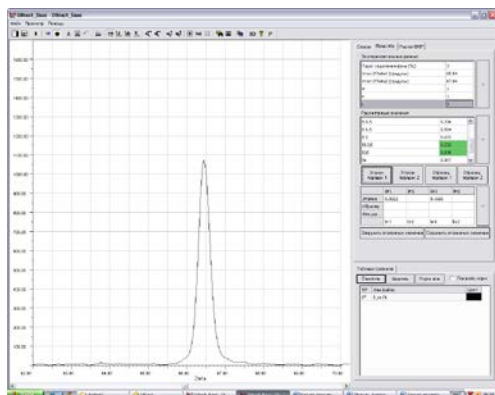


Рисунок 176 – Модуль **Анализ**, вкладка **Пред.обр.** Заполнение таблицы **Рассчитанные значения** данными на пик эталона

Убедиться, что поля  $I_{1s}/I$  и  $I_2/I$  зелёного цвета. Зелёным цветом отмечены значения, находящиеся в пределах разрешённых интервалов методики расчёта распределения ОКР по размерам. Если цвет поля красный, то значение отношения интенсивностей выходит за пределы разрешённых значений.

Если хотя бы одно из полей имеет красный цвет, то дальнейший расчёт невозможен. Необходимо подобрать другой эталон.

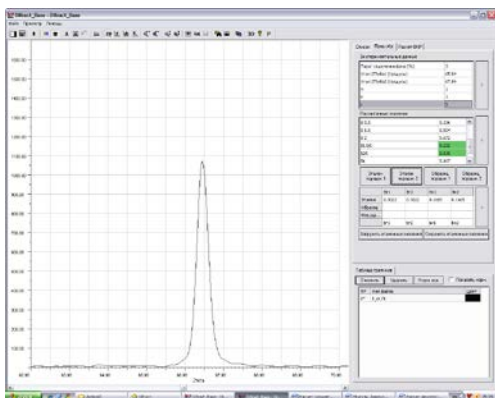
10 Ввести данные на эталон в таблицу для расчёта истинного физического уширения. Для этого нажать на кнопку **Эталон порядок 1** (рисунок 177).



|           | Эталон порядок 1 | Эталон порядок 2 | Образец порядок 1 | Образец порядок 2 |
|-----------|------------------|------------------|-------------------|-------------------|
| Эталон    | Bг1              | Bг2              | Bк1               | Bк2               |
| Образец   | 0.3022           |                  | 0.1665            |                   |
| Физ.уш... |                  |                  |                   |                   |
|           | br1              | br2              | bk1               | bk2               |

Рисунок 177 – Модуль *Анализ*, вкладка *Пред.обр.*  
Заполнение таблицы для расчёта истинного физического уширения данными на первый порядок отражения эталона

Если расчёт ведётся по одному порядку отражения, то эти же данные необходимо ввести и на второй порядок отражения. Для этого надо нажать на кнопку **Эталон порядок 2** (рисунок 178).



|           | Эталон порядок 1 | Эталон порядок 2 | Образец порядок 1 | Образец порядок 2 |
|-----------|------------------|------------------|-------------------|-------------------|
| Эталон    | Bг1              | Bг2              | Bк1               | Bк2               |
| Образец   | 0.3022           | 0.3022           | 0.1665            | 0.1665            |
| Физ.уш... |                  |                  |                   |                   |
|           | br1              | br2              | bk1               | bk2               |

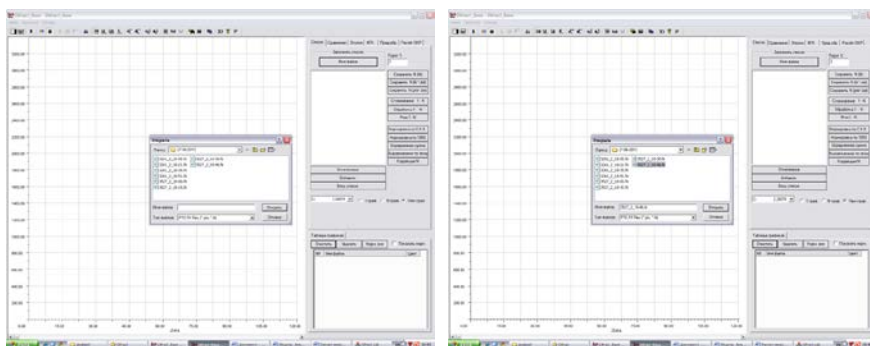
Рисунок 178 – Модуль *Анализ*, вкладка *Пред.обр.*  
Заполнение таблицы для расчёта истинного физического уширения данными на эталон на два порядка отражения

Если расчёт ведется по двум линиям, то для второго пика необходимо повторить действия пунктов 5–9 (если пик находится на той же дифрактограмме) или пунктов 2–9 (если пик находится в другом файле), а в пункте 10 ввести данные на второй порядок отражения, нажав на кнопку **Эталон порядок 2**.

Далее производится расчёт дифрактограммы образца.

11 Загрузить анализируемую дифрактограмму. Для этого во вкладке **Список**:

- нажать на клавишу **Имя файла**. На экране появится окно **Открыть** с перечнем файлов в формате \*.fii (рисунок 179, а);



а

б

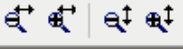
Рисунок 179 – Модуль **Анализ**, вкладка **Список**, открыто окно с перечнем файлов в формате \*.fii (а), выделение файла в окне **Открыть** (б)

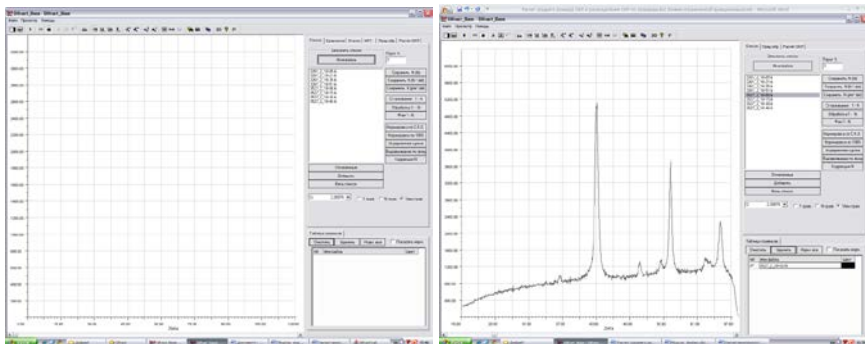
- в окне **Открыть** выделить любой файл и нажать кнопку **Открыть** (рисунок 179, б). В окне под клавишей **Имя файла** отобразятся все файлы, содержащиеся в папке (рисунок 180, а);

- в окне под клавишей **Имя файла** выделить необходимый файл и нажать клавишу **Отмеченные** (рисунок 180, б). В окне вывода дифрактограмм отобразится анализируемая дифрактограмма.

12 Сгладить дифрактограмму, нажав на клавишу **Сглаживание I-N** (в случае необходимости).

13 Вычесть фон, нажав на клавишу **Обработка I-N**.

14 С помощью окон , расположенных на панели быстрого доступа, и бегунка окна вывода дифрактограмм выделить анализируемый пик (рисунок 181).



а

б

Рисунок 180 – Модуль *Анализ*, вкладка *Список* с введённым списком файлов в формате \*.fii (а), в окне вывода дифрактограмм отображена анализируемая дифрактограмма (б)

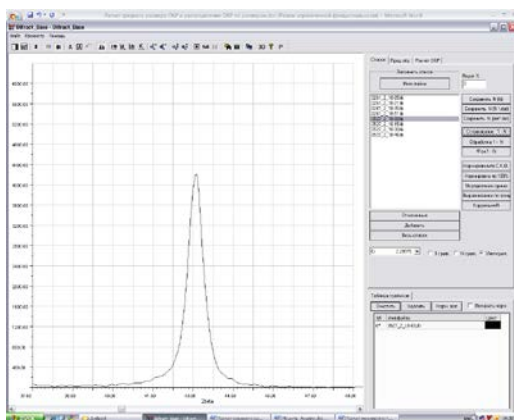


Рисунок 181 – Модуль *Анализ*, вкладка *Список*. Дифрактограмма после вычитания фона

15 Переключиться на вкладку *Пред.обр.*

16 Удерживая левую кнопку мыши, выделить рамкой экспериментальный пик (рисунок 182).

17 Ввести данные на экспериментальный пик. Для этого в таблице *Экспериментальные данные* нажать на клавишу со стрелкой. В таблице появятся данные на начальный *Угол 2teta1* и конечный *Угол 2teta2* углы выделенного пика (рисунок 183). При необходимости вбить значения НКЛ вручную, щёлкнув мышью по соответствующей строке.

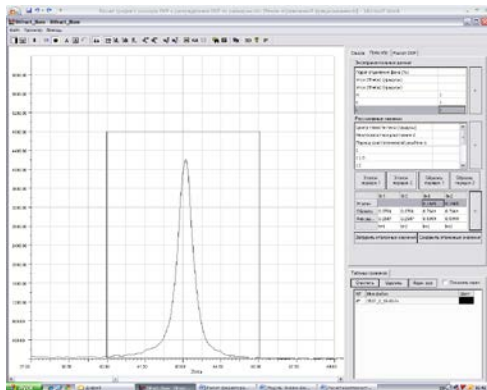


Рисунок 182 – Модуль *Анализ*, вкладка *Пред.обр.*  
Выделение рамкой пика

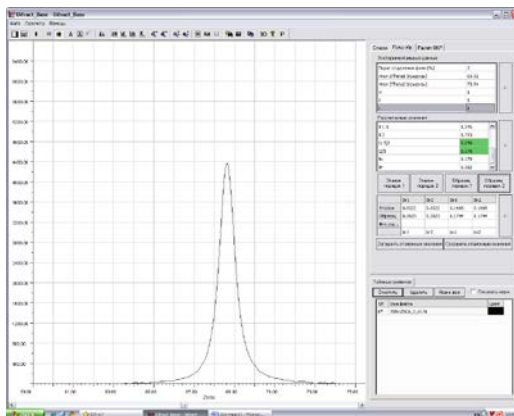


Рисунок 183 – Модуль *Анализ*, вкладка *Пред.обр.* Заполнение таблиц  
*Экспериментальные данные* и *Расчитанные значения*

18 Рассчитать пик образца. Для этого в таблице *Расчитанные значения* нажать на клавишу со стрелкой. Строки таблицы заполнятся данными на пик образца (см. рисунок 183).

Убедиться, что поля  $I_1/I$  и  $I_2/I$  зелёного цвета. Зелёным цветом отмечены значения, находящиеся в пределах разрешённых интервалов методики расчёта распределения ОКР по размерам. Если цвет поля красный, то значение отношения интенсивностей выходит за пределы разрешённых значений.

Если хотя бы одно из полей имеет красный цвет, то дальнейший расчёт невозможен.

19 Ввести данные на образец в таблицу для расчёта истинного физического уширения. Для этого нажать на кнопку **Образец порядок 1**. Если расчёт ведётся по одному порядку отражения, то эти же данные необходимо ввести и на второй порядок отражения. Для этого надо нажать на кнопку **Образец порядок 2** (см. рисунок 177).

Если расчёт ведётся по двум линиям, то для второго пика необходимо повторить действия пунктов 14–18 (если пик находится на той же рентгенограмме) или пунктов 11–18 (если пик находится в другом файле), а в пункте 19 ввести данные на второй порядок отражения, нажав на кнопку **Образец порядок 2**.

20 Рассчитать истинное физическое уширение пиков образца. Для этого в таблице расчёта истинного физического уширения нажать на клавишу со стрелкой. Заполнится строка **Физ.уш.** (рисунок 184).

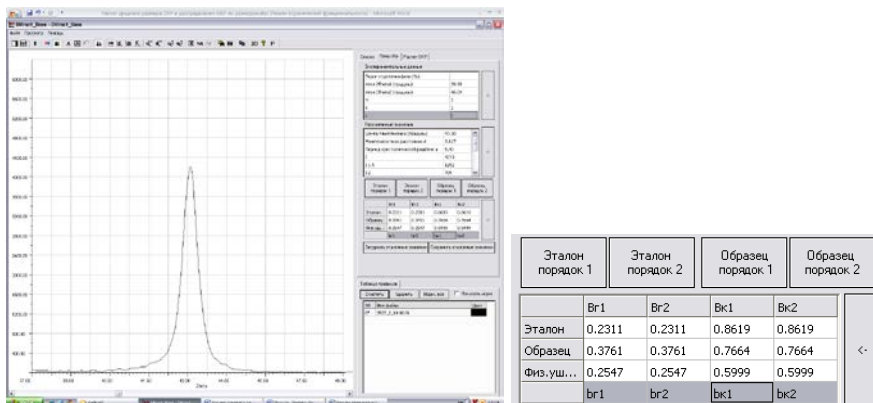


Рисунок 184 – Модуль *Анализ*, вкладка *Пред.обр.* Заполнение таблицы расчёта истинного физического уширения

21 Перейти во вкладку **Расчёт ОКР**.

22 Рассчитать средние размеры ОКР. Для этого в таблице **Величина ОКР** нажать на клавишу со стрелкой. В двух нижних строках таблицы выводится информация по среднему размеру ОКР в ангстремах (рисунок 185). Если расчёт вёлся по одной линии, то величины D1 и D2 совпадают.

23 Установить шаг расчёта распределения ОКР по размерам в нанометрах.

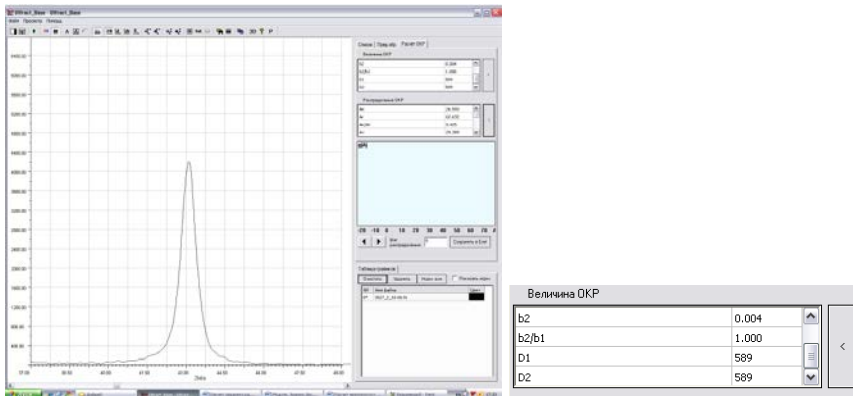


Рисунок 185 – Модуль *Анализ*, вкладка *Расчёт ОКР*.  
Заполнение таблицы *Величина ОКР*

24 Рассчитать распределение ОКР по размерам. Для этого в таблице *Распределение ОКР* нажать на клавишу со стрелкой. Строки таблицы заполнятся рассчитанными характеристиками кривой распределения, а в поле  $g(a)$  ниже таблицы отобразится график распределения ОКР по размерам (рисунок 186).

25 Сохранить результаты расчёта в формате \*.xls. Для этого необходимо нажать на клавишу *Сохранить в Excel*.

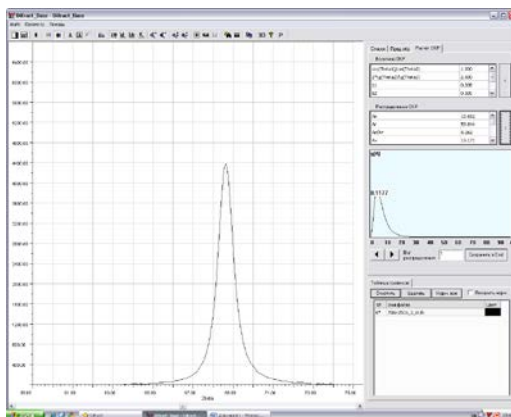


Рисунок 186 – Модуль *Анализ*, вкладка *Расчёт ОКР*.  
Результаты расчёта распределения ОКР по размерам

## 13 Лабораторные работы

### Лабораторная работа 1

#### Съёмка и обработка дифрактограмм

Для получения достоверных результатов эксперимента на любом приборе необходимо научиться квалифицированно работать. По отношению к рентгеновскому дифрактометру это означает умение снимать качественные рентгенограммы и правильно их обрабатывать.

Работа на любом дифрактометре имеет свои особенности. Главной особенностью дифрактометра «Дифрей» является координатно-чувствительный детектор, наличие которого реализует одновременную съёмку в интервале углов дифракции  $55^\circ$ . После получения дифрактограммы в одном диапазоне углов необходимо переставить рентгеновскую трубку и счётчик и провести съёмку в следующем интервале углов.

Предположим, необходимо снять дифрактограмму образца на углах  $2\theta$  от  $20$  до  $120^\circ$ . Для этого потребуется провести съёмку на углах рентгеновской трубки  $\alpha = 20^\circ$  и детектора  $\beta = 20^\circ$  (см. рисунок 10). Затем переставить рентгеновскую трубку и детектор в новые позиции, например, по  $35^\circ$ , и снова провести съёмку. Далее – на углах  $50^\circ$  (см. рисунок 7).

После получения первичных файлов необходимо их сшить, при необходимости сгладить и убрать фон.

Таким образом, для съёмки дифрактограмм на дифрактометре «Дифрей» необходимо:

1 Приготовить кювету с материалом эталона, провести калибровку дифрактометра (раздел 5).

2 Приготовить кювету с исследуемым материалом, снять рентгенограмму в нескольких диапазонах углов (раздел 6).

3 Сшить первичные рентгенограммы (раздел 7).

4 Сгладить полученную рентгенограмму (раздел 3, вкладка **Lwave + обраб**).

5 Вычесть фон (раздел 8).

*Задание:* провести калибровку дифрактометра, снять и обработать рентгенограмму образца.

## Лабораторная работа 2

### Качественный фазовый анализ

Рентгеновский фазовый анализ – метод качественного и количественного анализа фазового состава кристаллических материалов, основанный на изучении дифракции рентгеновских лучей. Поскольку каждая фаза имеет кристаллическую решетку с характерным набором расстояний  $d$  между параллельными плоскостями, рентгеновские лучи с определённой длиной волны отражаются от кристаллографических плоскостей с характерным только для данной фазы набором брэгговских углов  $\theta$  и относительных интенсивностей дифракционных отражений. Рентгенограмма многофазного образца представляет собой наложение отражений отдельных фаз. По положению дифракционных максимумов определяют дифракционные углы  $\theta$ , а затем значения  $d$  рассчитывают в соответствии с условием Вульфа – Брэгга:

$$2d\sin\theta = n\lambda, \quad (2.1)$$

где  $\theta$  – дифракционный угол, равный углу между падающим лучом и отражающей плоскостью;

$n$  – порядок отражения;

$\lambda$  – длина волны рентгеновского излучения.

Фазовый анализ заключается в сопоставлении экспериментальной дифрактограммы с эталонными данными. Наличие фазы в материале определяется по совпадению пиков отражения с учётом их интенсивностей с эталонными значениями.

Однако при исследованиях встречается ряд особенностей, которые могут затруднить расшифровку рентгенограмм:

- сравнительные интенсивности отражений в табличных данных и в исследуемом веществе для одной и той же фазы могут сильно различаться. Это может быть связано, например, с наличием текстуры;

- максимумы интенсивности могут быть сдвинуты в ту или другую сторону от эталонных значений. Данный эффект, как правило, вызван образованием твёрдых растворов;

- пики отражения могут сильно размываться, накладываться друг на друга, слабые максимумы при этом вообще исчезают. Это происходит при аморфизации вещества или наличии сильных искажений кристаллической решётки;

- в материалах возможна стабилизация неравновесных состояний или образование новых, не внесённых в базы данных, фаз.

Для установления фаз, присутствующих в образце, на дифрактометре «Дифрей» необходимо:

1 Снять рентгенограммы (раздел 6), сшить рентгенограммы (раздел 7), при необходимости сгладить (раздел 3, вкладка *Lwave* + *обработ*) и вычистить фон (раздел 8).

2 Провести качественный фазовый анализ в ручном или автоматическом режиме (раздел 9).

*Задание:* снять рентгенограмму образца, определить качественный фазовый состав материала.

### Лабораторная работа 3

#### Расчёт параметров кристаллической решётки

Период решётки – важная характеристика кристаллической структуры. По её величине можно определить содержание растворённого элемента в твёрдом растворе, измерить упругие напряжения, определить тип и концентрацию твёрдого раствора. Если измерить период решётки при разных температурах, можно вычислить коэффициент термического расширения. Изучение фаз после закалки даёт возможность анализа высокотемпературного состояния. По изменению периодов решёток твёрдого раствора с течением времени можно изучать кинетику его распада.

Проведение структурных исследований серии образцов позволяет качественно определить изменения, происходящие в материале при определённых воздействиях на него.

Для определения периода решётки изучаемой фазы по отснятой рентгенограмме находятся дифракционные углы  $\theta$  пиков отражения. Затем по формуле Вульфа – Брэгга (2.1) вычисляется межплоскостное расстояние  $d$ , после чего возможно определение периода решётки  $a$ . Чем точнее измерен угол дифракции, тем точнее будет рассчитан период кристаллической решётки исследуемой фазы.

Определение дифракционных углов возможно по максимумам пиков отражения или по их центру тяжести. Расчёт по центру тяжести более точный. При асимметричных пиках отражения и у больших угловых максимумов дифракционный угол можно определять только по центру тяжести пика.

Для определения периода решётки исследуемой фаз на дифрактометре «Дифрей» необходимо:

1 Снять рентгенограммы (раздел 6), сшить рентгенограммы (раздел 7), при необходимости сгладить (раздел 3, вкладка *Lwave* + *обработ*) и вычесть фон (раздел 8).

2 Определить межплоскостные расстояния  $d$  по максимумам и центрам тяжести пиков (раздел 10).

3 Если значения межплоскостных расстояний, определённые двумя методами, не сильно различаются, вычислить периоды решётки фазы (раздел 11).

*Задание:*

- двумя методами определить межплоскостные расстояния исследуемой фазы и сравнить их;

- вычислить параметры кристаллической решётки исследуемой фазы.

## Лабораторная работа 4

### Расчёт среднего размера ОКР

Отражение от идеального кристалла, регистрируемое идеальной рентгеновской аппаратурой, должно представлять собой  $\delta$ -функцию. В реальных системах пики интенсивности имеют определённую ширину. Составляющая ширины максимума, обусловленная особенностями аппаратуры, называется геометрическим уширением. Вклад от исследуемого материала – физическим уширением.

Геометрическое уширение учитывается с помощью так называемого эталона – крупнокристаллического отожденного образца, в котором отсутствует размытие линий от особенностей его строения и структуры.

На размытие линий от неидеальности образца оказывает влияние ряд факторов, к которым относятся величина областей когерентного рассеяния, если их размер меньше 150...200 нм, и деформация решётки. Если уширение рентгеновских профилей вызвано только дисперсностью, то величину области когерентного рассеяния  $D$  в направлении вдоль нормали к отражающей плоскости можно вычислить по формуле Селякова – Шеррера:

$$D = \frac{0,94\lambda}{\beta \cos \theta}, \quad (4.1)$$

где  $\lambda$  – длина волны рентгеновского излучения;

$\beta$  – истинное физическое уширение линии исследуемого образца;  
 $\theta$  – угол дифракции.

Убедиться в том, что уширение отражений вызвано дисперсностью, можно следующим образом. Необходимо получить профили интенсивностей двух порядков отражения от одной плоскости. В каждом из профилей надо найти угол центра тяжести и величины истинных физических уширений. Как видно из выражения (4.1), если размытие вызвано измельчением отражающих блоков, то должно выполняться соотношение

$$\frac{\beta_2}{\beta_1} = \frac{\cos \theta_1}{\cos \theta_2}, \quad (4.2)$$

где  $\beta_1$  и  $\beta_2$  – истинное физическое уширение пиков первого и второго порядка отражения соответственно;

$\theta_1$  и  $\theta_2$  – угол дифракции первого и второго порядков отражения соответственно.

Таким образом, для определения средних размеров ОКР по формуле Селякова – Шеррера необходимо рассчитать истинное физическое уширение двух порядков отражения от одной плоскости и установить выполнение соотношения (4.2).

Для определения размеров ОКР исследуемой фазы на дифрактометре «Дифрей» необходимо:

1 Снять рентгенограмму (раздел 6), сшить рентгенограммы (раздел 7), при необходимости сгладить (раздел 3, вкладка **Lwave + обраб**) и вычесть фон (раздел 8).

2 Рассчитать средние размеры ОКР (раздел 12).

*Задание:* рассчитать средние размеры ОКР исследуемой фазы.

## Лабораторная работа 5

### Расчёт распределения ОКР по размерам

Истинные размеры структурных элементов могут сильно, иногда в несколько раз, отличаться от средних значений. Различие в величине структурных компонентов приводит к изменению свойств материала.

Распределение ОКР по размерам с помощью прямых измерений может быть определено лишь методом электронной микроскопии высокого разрешения, который очень трудоёмок и сопряжён со

многими методическими трудностями. В настоящее время разработана методика расчёта распределения ОКР по размерам по рентгеновским данным. Методика применима к объектам с размером структурных составляющих 5...150 нм, сферической формы и одно-модальным распределением.

Из экспериментального профиля извлекается следующая информация (рисунок 187):

- 1 Измеряется максимальная интенсивность пика  $I_{\max}$ .
- 2 Измеряется ширина пика на полувысоте  $B_{0,5}$ .
- 3 Измеряется интенсивность пика от линии фона до  $1,5B_{0,5}$  и  $2B_{0,5} - I_{1,5}$  и  $I_2$  соответственно.
- 4 Вычисляются значения  $I'_{1,5} = I_{1,5}/I_{\max}$  и  $I'_2 = I_2/I_{\max}$ , которые должны находиться в следующих интервалах  $0,2102 \leq I'_{1,5} \leq 0,3077$  и  $0,0625 \leq I'_2 \leq 0,2$ . Если неравенства не выполняются, то профиль интенсивности не пригоден для расчёта по данной методике.
- 5 Определяется центр тяжести линии  $2\theta$ .

Все вышеперечисленные измерения проводятся как для образца, так и для эталона. Затем рассчитывается распределение ОКР по размерам.

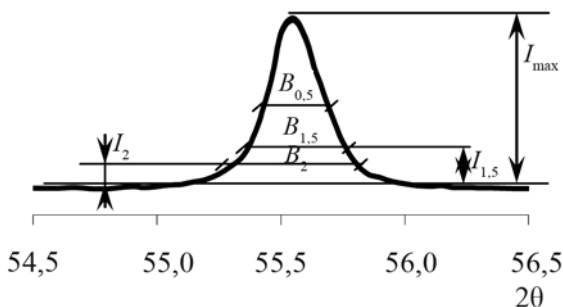


Рисунок 187 – К расчёту распределения ОКР по размерам

Для нахождения распределения ОКР по размерам исследуемой фазы на дифрактометре «Дифрей» необходимо:

- снять рентгенограмму (раздел 6), сшить рентгенограммы (раздел 7), при необходимости сгладить (раздел 3, вкладка **Lwave + обраб**) и вычесть фон (раздел 8);
- рассчитать распределение ОКР по размерам (раздел 12).

**Задание:** рассчитать распределение ОКР по размерам исследуемой фазы.

## Список использованных источников

Абызов, А. М. Рентгенодифракционный анализ поликристаллических веществ на минидифрактометре «Дифрей» : учеб. пособие / А. М. Абызов. – СПб. : СПбГТИ (ТУ), 2006. – 95 с.

Горелик, С. С. Рентгенографический и электронно-оптический анализ : учеб. пособие / С. С. Горелик, Ю. А. Скаков, Л. Н. Расторгуев. – М. : МИСиС, 1994. – 328 с.

Дзидзигури, Э. Л. Ультрадисперсные среды : методы рентгеновской дифрактометрии для исследования наноматериалов : учеб. пособие / Э. Л. Дзидзигури, Е. Н. Сидорова. – М. : МИСиС, 2007. – 60 с.

Селиванов, В. Н. Экспрессные методы рентгеновского анализа распределений кристаллитов и дислокационной структуры деформированных поликристаллитов / В. Н. Селиванов, Е. Ф. Смыслов // Материаловедение. – 1998. – № 4–5.

Уманский, Я. С. Кристаллография, рентгенография, электронная микроскопия : учеб. / Я. С. Уманский [и др.]. – М. : Metallurgia, 1982. – 632 с.

*Учебное издание*

Дзидзигури Элла Леонтьевна  
Сидорова Елена Николаевна

## **МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ХАРАКТЕРИСТИК И СВОЙСТВ МЕТАЛЛОВ**

**Исследование металлов  
на рентгеновском дифрактометре «Дифрей»**

**Лабораторный практикум**

Редактор *И.Е. Оратовская*

Компьютерная верстка *А.С. Анциферова*

---

|   |                 |                 |
|---|-----------------|-----------------|
| Подписано в печать 20.11.13                 | Бумага офсетная |                 |
| Формат 60 × 90 <sup>1</sup> / <sub>16</sub> | Печать офсетная | Уч.-изд. л. 8,6 |
| Рег. № 462                                  | Тираж 100 экз.  | Заказ 4068      |

---

Национальный исследовательский  
технологический университет «МИСиС»,  
119049, Москва, Ленинский пр-т, 4

Издательский Дом МИСиС,  
119049, Москва, Ленинский пр-т, 4  
Тел. (495) 638-45-22

Отпечатано в типографии Издательского Дома МИСиС  
119049, Москва, Ленинский пр-т, 4  
Тел. (499) 236-76-17, тел./факс (499) 236-76-35