

<b>ЗМІСТ</b>	
<b>ПЕРЕДМОВА</b>	7
<b>ВСТУП</b>	9
<b>Розділ 1. Введення в рентгеноструктурний аналіз. Теорія та техніка</b>	11
рентгеноструктурного аналізу. Закон Вульфа-Брегга	
1.1 Взаємодія рентгенівського випромінювання із речовиною	11
1.1.1 Перші дослідження дифракції рентгенівського випромінювання	12
1.1.2 Характеристика рентгенівського випромінювання	13
1.1.3 Механізми взаємодії між рентгенівським випромінюванням і речовиною	14
1.2 Техніка для рентгеноструктурного аналізу	15
1.2.1 Рентгенівські трубки. Вибір випромінювання, монохроматори та фільтри	15
1.2.2 Рентгенівські апарати і камери	17
1.2.3 Рентгенівські дифрактометри	20
1.2.4 Закон Вульфа – Брегга	22
1.2.5 Вибір режимів зйомки. Вимоги до зразка	23
1.3 Отримання рентгенівських відбитків	24
1.3.1 Кристалічна будова металів	24
1.3.2 Перші дослідження взаємодії рентгенівського випромінювання з речовиною	26
1.3.3 Інтегральна інтенсивність рентгенівського відбитка в ідеальному випадку	27
1.3.4 Закономірні згасання рефлексів на рентгенограмах	28
Контрольні запитання	29
<b>Розділ 2. Рентгенофазовий аналіз. визначення кристалічної ґратки речовини за даними міжплощинних відстаней</b>	30
2.1 Отримання рентгенограми від полікристалу	30

<b>ЗМІСТ</b>	
<b>ПЕРЕДМОВА</b>	7
<b>ВСТУП</b>	9
<b>Розділ 1. Введення в рентгеноструктурний аналіз. Теорія та техніка</b>	11
рентгеноструктурного аналізу. Закон Вульфа-Брегга	
1.1 Взаємодія рентгенівського випромінювання із речовиною	11
1.1.1 Перші дослідження дифракції рентгенівського випромінювання	12
1.1.2 Характеристика рентгенівського випромінювання	13
1.1.3 Механізми взаємодії між рентгенівським випромінюванням і речовиною	14
1.2 Техніка для рентгеноструктурного аналізу	15
1.2.1 Рентгенівські трубки. Вибір випромінювання, монохроматори та фільтри	15
1.2.2 Рентгенівські апарати і камери	17
1.2.3 Рентгенівські дифрактометри	20
1.2.4 Закон Вульфа – Брегга	22
1.2.5 Вибір режимів зйомки. Вимоги до зразка	23
1.3 Отримання рентгенівських відбитків	24
1.3.1 Кристалічна будова металів	24
1.3.2 Перші дослідження взаємодії рентгенівського випромінювання з речовиною	26
1.3.3 Інтегральна інтенсивність рентгенівського відбитка в ідеальному випадку	27
1.3.4 Закономірні згасання рефлексів на рентгенограмах	28
Контрольні запитання	29
<b>Розділ 2. Рентгенофазовий аналіз. визначення кристалічної ґратки речовини за даними міжплощинних відстаней</b>	30
2.1 Отримання рентгенограми від полікристалу	30

2.2	Визначення індексів відбитків на дифрактограмі полікристалу із кубічною ґраткою	34
2.3	Закономірності розташування відбитків на дифрактограмі полікристалу із різною симетрією кристалічної ґратки	35
	Контрольні запитання	38
<b>Розділ 3.</b>	<b>Поглинання рентгенівського випромінювання та визначення товщини покриття</b>	39
3.1	Визначення товщини покриття за послабленням рентгенівських променів, дифрагованих матеріалом підкладки	39
3.2	Фазовий аналіз багатшарових покриттів	41
	Контрольні запитання	44
<b>Розділ 4.</b>	<b>Рентгенівський фазовий аналіз речовини: якісні та кількісні методи</b>	45
4.1	Вибір умов проведення рентгенофазового аналізу	45
4.1.1	Походження похибок в рентгенофазовому аналізі	46
4.2	Методи кількісного рентгенофазового аналізу	47
4.3	Метод відносної інтенсивності відбитків (RIR)	50
4.4	Основні поняття повнопрофільного рентгенофазового аналізу за Рітвельдом	51
4.5	Методи якісного рентгенофазового аналізу	53
	Контрольні запитання	53
<b>Розділ 5.</b>	<b>Напруження в матеріалі. Визначення макронапружень</b>	55
5.1	Залишкові напруження і їх класифікація	55
5.2	Нерентгенівські методи вимірювання залишкових напружень	58
5.3	Принципи рентгенівського методу вимірювання залишкового макронапруження	59
5.4	Напруження, що обумовлені навантаженням різної природи	60
5.5	Розрахунок макронапруження методом « $\sin^2\psi$ »	64
5.6	Порядок виконання роботи по визначенню макронапруження	67

2.2	Визначення індексів відбитків на дифрактограмі полікристалу із кубічною ґраткою	34
2.3	Закономірності розташування відбитків на дифрактограмі полікристалу із різною симетрією кристалічної ґратки	35
	Контрольні запитання	38
<b>Розділ 3.</b>	<b>Поглинання рентгенівського випромінювання та визначення товщини покриття</b>	39
3.1	Визначення товщини покриття за послабленням рентгенівських променів, дифрагованих матеріалом підкладки	39
3.2	Фазовий аналіз багатшарових покриттів	41
	Контрольні запитання	44
<b>Розділ 4.</b>	<b>Рентгенівський фазовий аналіз речовини: якісні та кількісні методи</b>	45
4.1	Вибір умов проведення рентгенофазового аналізу	45
4.1.1	Походження похибок в рентгенофазовому аналізі	46
4.2	Методи кількісного рентгенофазового аналізу	47
4.3	Метод відносної інтенсивності відбитків (RIR)	50
4.4	Основні поняття повнопрофільного рентгенофазового аналізу за Рітвельдом	51
4.5	Методи якісного рентгенофазового аналізу	53
	Контрольні запитання	53
<b>Розділ 5.</b>	<b>Напруження в матеріалі. Визначення макронапружень</b>	55
5.1	Залишкові напруження і їх класифікація	55
5.2	Нерентгенівські методи вимірювання залишкових напружень	58
5.3	Принципи рентгенівського методу вимірювання залишкового макронапруження	59
5.4	Напруження, що обумовлені навантаженням різної природи	60
5.5	Розрахунок макронапруження методом « $\sin^2\psi$ »	64
5.6	Порядок виконання роботи по визначенню макронапруження	67

Контрольні запитання	68
<b>Розділ 6. Мікронапруження та розмір ОКР, розділення їх вкладів в розподіл інтенсивності на рентгенограмі</b>	69
6.1 Залишкові мікронапруження та причини їх виникнення	69
6.2 Вплив мікронапружень на розподіл інтенсивності відбитків на рентгенограмі	70
6.3 Залежність ширини відбитків від розміру ОКР	72
6.3.1 Метод, заснований на підрахунку числа відбитків на інтерференційному колі	72
6.3.2 Розрахунок розміру ОКР	73
6.4 Розширення відбитків на дифрактограмі від мікронапруження і ОКР	76
6.4.1 Ширина експериментальної лінії на дифрактограмі	77
6.4.2 Основні прийоми розділення вкладів ОКР і мікронапруження в розширення відбитків на дифрактограмі	80
Контрольні запитання	82
<b>Розділ 7. Кристалографічні текстури та методи їх дослідження</b>	84
7.1 Утворення кристалографічних текстур	84
7.2 Класифікація текстур	85
7.3 Вплив текстури на розподіл інтенсивності на дифрактограмі	90
7.3.1 Побудова площинних проєкцій кристалу	90
7.3.2 Прямі полюсні фігури при різних видах навантаження на матеріал	93
7.4 Пряма і обернена полюсні фігури	94
7.4.1 Вплив текстури на розподіл інтенсивності на дифрактограмі	95
7.4.2 Принципи побудови ОПФ	96
7.4.3 Дифрактометричний метод дослідження текстури	98

Контрольні запитання	68
<b>Розділ 6. Мікронапруження та розмір ОКР, розділення їх вкладів в розподіл інтенсивності на рентгенограмі</b>	69
6.1 Залишкові мікронапруження та причини їх виникнення	69
6.2 Вплив мікронапружень на розподіл інтенсивності відбитків на рентгенограмі	70
6.3 Залежність ширини відбитків від розміру ОКР	72
6.3.1 Метод, заснований на підрахунку числа відбитків на інтерференційному колі	72
6.3.2 Розрахунок розміру ОКР	73
6.4 Розширення відбитків на дифрактограмі від мікронапруження і ОКР	76
6.4.1 Ширина експериментальної лінії на дифрактограмі	77
6.4.2 Основні прийоми розділення вкладів ОКР і мікронапруження в розширення відбитків на дифрактограмі	80
Контрольні запитання	82
<b>Розділ 7. Кристалографічні текстури та методи їх дослідження</b>	84
7.1 Утворення кристалографічних текстур	84
7.2 Класифікація текстур	85
7.3 Вплив текстури на розподіл інтенсивності на дифрактограмі	90
7.3.1 Побудова площинних проєкцій кристалу	90
7.3.2 Прямі полюсні фігури при різних видах навантаження на матеріал	93
7.4 Пряма і обернена полюсні фігури	94
7.4.1 Вплив текстури на розподіл інтенсивності на дифрактограмі	95
7.4.2 Принципи побудови ОПФ	96
7.4.3 Дифрактометричний метод дослідження текстури	98

7.5 Приклади текстур в дифрактометричному виконанні	99
Контрольні запитання	100
<b>Розділ 8. Рентгеноструктурний аналіз монокристалів</b>	101
8.1 Рівняння Вульфа-Брегга і сфера Евальда	101
8.2 Форма вузлів оберненої ґратки і дефекти кристалічної структури	103
8.3 Порядок проведення рентгенографічного дослідження монокристалів	106
8.4 Обчислення щільності дислокацій за розширенням вузла оберненої ґратки	110
Контрольні запитання	114
<b>Розділ 9. Рентгенографія спрямовано закристалізованих багатофазних композитів</b>	116
9.1 Композиційні матеріали та рентгеноструктурні методи їх дослідження	116
9.2 Рентгенівські методи контролю властивостей армованих композиційних матеріалів на різних етапах технологічного процесу	120
Контрольні запитання	123
<b>Розділ 10. Практичні роботи по рентгеноструктурному аналізу за дифрактограмами</b>	124
10.1 Фазовий аналіз	124
10.2 Оцінка ОКР та макро- і мікронапружень	129
10.3 Аналіз текстурного стану	134
10.4 Дослідження монокристалів	135
Список використаної літератури	137

7.5 Приклади текстур в дифрактометричному виконанні	99
Контрольні запитання	100
<b>Розділ 8. Рентгеноструктурний аналіз монокристалів</b>	101
8.1 Рівняння Вульфа-Брегга і сфера Евальда	101
8.2 Форма вузлів оберненої ґратки і дефекти кристалічної структури	103
8.3 Порядок проведення рентгенографічного дослідження монокристалів	106
8.4 Обчислення щільності дислокацій за розширенням вузла оберненої ґратки	110
Контрольні запитання	114
<b>Розділ 9. Рентгенографія спрямовано закристалізованих багатофазних композитів</b>	116
9.1 Композиційні матеріали та рентгеноструктурні методи їх дослідження	116
9.2 Рентгенівські методи контролю властивостей армованих композиційних матеріалів на різних етапах технологічного процесу	120
Контрольні запитання	123
<b>Розділ 10. Практичні роботи по рентгеноструктурному аналізу за дифрактограмами</b>	124
10.1 Фазовий аналіз	124
10.2 Оцінка ОКР та макро- і мікронапружень	129
10.3 Аналіз текстурного стану	134
10.4 Дослідження монокристалів	135
Список використаної літератури	137

## ПЕРЕДМОВА

Властивості твердих тіл визначаються їх хімічним складом і залежать від характеру міжатомних зв'язків, типу кристалічної структури та ступеня кристалічної досконалості, а також від фазового складу. У зв'язку з цим однією з найважливіших задач дослідників, що створюють матеріали з новими функціональними властивостями з використанням традиційних і нових сучасних технологічних методів, є дослідження структурно-фазових станів. Одним з основних структурних методів вивчення твердих тіл є рентгеноструктурний аналіз (рентгенівська дифрактометрія, рентгенографія). Цей метод має ряд переваг в порівнянні з іншими дифракційними методами (дифракція нейтронів, електронів, гамма-квантів), а також містить деякі принципові недоліки, що випливають з природи взаємодії рентгенівського випромінювання з речовиною. До цього слід додати, що результати експериментальних досліджень, отримані за допомогою рентгенівської дифрактометрії, знаходяться в тісному зв'язку як з взаємодією рентгенівських променів з атомами і молекулами речовин, так і з їх розташуванням в просторі.

Необхідність написання даного навчального посібника викликана тим, що в даний час при дослідженні матеріалів знайшли широке застосування спеціальні методи прикладного рентгеноструктурного аналізу. Метою навчального посібника було показати сучасні тенденції в рентгеноструктурному аналізі. Виділимо основні:

1. Широке поширення нового покоління дифрактометрів, за допомогою яких надається можливість швидкого отримання якісних дифрактограм.
2. Розвиток потужних програмних продуктів, що дозволяють ідентифікувати структурний стан речовини на основі порівняння модельних та експериментальних структурних властивостей речовини.
3. Застосування в кількісній ідентифікації речовин великої бази даних, які є доступними широкому колу дослідників і наукових центрів.

## ПЕРЕДМОВА

Властивості твердих тіл визначаються їх хімічним складом і залежать від характеру міжатомних зв'язків, типу кристалічної структури та ступеня кристалічної досконалості, а також від фазового складу. У зв'язку з цим однією з найважливіших задач дослідників, що створюють матеріали з новими функціональними властивостями з використанням традиційних і нових сучасних технологічних методів, є дослідження структурно-фазових станів. Одним з основних структурних методів вивчення твердих тіл є рентгеноструктурний аналіз (рентгенівська дифрактометрія, рентгенографія). Цей метод має ряд переваг в порівнянні з іншими дифракційними методами (дифракція нейтронів, електронів, гамма-квантів), а також містить деякі принципові недоліки, що випливають з природи взаємодії рентгенівського випромінювання з речовиною. До цього слід додати, що результати експериментальних досліджень, отримані за допомогою рентгенівської дифрактометрії, знаходяться в тісному зв'язку як з взаємодією рентгенівських променів з атомами і молекулами речовин, так і з їх розташуванням в просторі.

Необхідність написання даного навчального посібника викликана тим, що в даний час при дослідженні матеріалів знайшли широке застосування спеціальні методи прикладного рентгеноструктурного аналізу. Метою навчального посібника було показати сучасні тенденції в рентгеноструктурному аналізі. Виділимо основні:

1. Широке поширення нового покоління дифрактометрів, за допомогою яких надається можливість швидкого отримання якісних дифрактограм.
2. Розвиток потужних програмних продуктів, що дозволяють ідентифікувати структурний стан речовини на основі порівняння модельних та експериментальних структурних властивостей речовини.
3. Застосування в кількісній ідентифікації речовин великої бази даних, які є доступними широкому колу дослідників і наукових центрів.

Перераховані тенденції в істотній мірі враховувалися при написанні даного посібника по рентгеноструктурному аналізу. При цьому використовувалися науково-методичні дані відомих підручників, авторами яких є М.А. Блохін, Б.Я. Пінес, А. Гиньє, А.І. Китайгородский, А.І. Миркин, Я.С. Уманський, А.А. Кацнельсон, В.І. Іверонова, Г.Н. Горелик, А.А. Русаков та ін. Метою авторів цього посібника було донести до студента, магістранта, аспіранта, наукового співробітника фундаментальні основи рентгеноструктурного аналізу і звернути увагу на ті зміни, які відбуваються в зв'язку з перерахованими вище тенденціями.

Навчальний посібник "Рентгеноструктурний аналіз матеріалів у дисперсному стані" підготовлений до друку в межах і завдяки дії міжнародному проекту "Modernization of two cycles (MA, BA) of competence-based curricula in material engineering according to the best experience of Bologna process" (MMATENG) ("Модернізація навчальних планів дворівневої програми підготовки (бакалаври/магістри) з інженерного матеріалознавства на основі компетентного підходу до найкращого досвіду впровадження положень Болонського процесу") європейської освітньої програми TEMPUS, у якому прийняла участь кафедра високотемпературних матеріалів та порошкової металургії інженерно-фізичного факультету Національного Технічного Університету України «Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського».

Перераховані тенденції в істотній мірі враховувалися при написанні даного посібника по рентгеноструктурному аналізу. При цьому використовувалися науково-методичні дані відомих підручників, авторами яких є М.А. Блохін, Б.Я. Пінес, А. Гиньє, А.І. Китайгородский, А.І. Миркин, Я.С. Уманський, А.А. Кацнельсон, В.І. Іверонова, Г.Н. Горелик, А.А. Русаков та ін. Метою авторів цього посібника було донести до студента, магістранта, аспіранта, наукового співробітника фундаментальні основи рентгеноструктурного аналізу і звернути увагу на ті зміни, які відбуваються в зв'язку з перерахованими вище тенденціями.

Навчальний посібник "Рентгеноструктурний аналіз матеріалів у дисперсному стані" підготовлений до друку в межах і завдяки дії міжнародному проекту "Modernization of two cycles (MA, BA) of competence-based curricula in material engineering according to the best experience of Bologna process" (MMATENG) ("Модернізація навчальних планів дворівневої програми підготовки (бакалаври/магістри) з інженерного матеріалознавства на основі компетентного підходу до найкращого досвіду впровадження положень Болонського процесу") європейської освітньої програми TEMPUS, у якому прийняла участь кафедра високотемпературних матеріалів та порошкової металургії інженерно-фізичного факультету Національного Технічного Університету України «Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського».