

## ИЗМЕРЕНИЕ РЕНТГЕНОВСКОГО РАССЕЯНИЯ МОНОКРИСТАЛЛОМ ПРИ ПОМОЩИ СЧЁТЧИКА ГЕЙГЕРА\*)

В излагаемой работе исследовались общие достоинства и недостатки методики измерения счётчиком Гейгера рентгеновских лучей, как отражённых от узловых плоскостей кристалла, так и диффузно рассеянных.

Одновременно с этим, автором было произведено исследование вариации отношения диффузного рассеяния к брэгговскому в зависимости от разных факторов, а также исследование зависимости диффузного рассеяния от мозаичного строения кристалла.

В качестве объектов были использованы монокристаллы мочевины и дигидрата щавелевой кислоты. Выбор объектов был продиктован наличием нескольких тщательных структурных работ, посвящённых этим кристаллам. Сравнительные опыты проводились на медном и молибденовом излучении ( $K$  — альфа-линия). Были испробованы два наполнения счётчика: смесью метиленбромида с аргоном и с криптоном.

Коммерческие счётчики Гейгера давали в лаборатории автора фон в 16—24 отсчёта в минуту. При той же шкале отражение от плоскости 110 мочевины для медного излучения должно было бы дать более миллиона отсчётов в минуту. Принимая во внимание величину и колебание фона, автор полагает, что при времени отсчёта в 10 минут за минимум обнаруживаемой интенсивности следует принять величину в 10 отсчётов в минуту (сверх фона). Таким образом, интервал измерений счётчика Гейгера совершенно достаточен для решения любых структурных задач, так как могут быть измерены интенсивности в 100 тысяч раз слабее сильнейшего рефлекса.

Следует подчеркнуть, что применение автоматической записи, предлагаемой многими фирмами, резко снижает это отношение. В этом случае даже при максимальной чувствительности могут быть измерены рефлексы, которые слабее сильнейшего всего лишь в 300 раз. Этого недостаточно, поэтому автор совершенно справедливо делает вывод, что применение счётчиков Гейгера для целей тонкого структурного анализа возможно лишь без автоматической записи, с производством отдельных отсчётов для каждой данной установки спектрографа.

Даже и в указанных пределах автоматическая запись в высшей степени затруднена при необходимости определять площади кривых (интегральные отражения). Измерение площадей кривых почти теряет всякий смысл из-за нелинейности шкалы, отсутствия показаний при медленном счёте и других дефектов.

Автор обращает внимание на необходимость исключительной тщательности установки счётчика в рентгеноспектрографе, диктуемой неоднородной чувствительностью счётчика по поперечному сечению.

Очень существенно то обстоятельство, что лишь в очень узкой области прибор работает линейно. Необходим градуировочный график, который должен неоднократно проверяться. Прибор, находившийся в распоряжении автора, обладал линейностью до 100—150 импульсов в секунду. При частоте свыше 2000 импульсов в секунду счётчик перестаёт разрешать импульсы. Таким образом, рефлексы более сильные приходится ослаблять. Для этой цели автор пользуется фильтрами, а именно ставит на пути луча  $n$  фольг одинаковой толщины. Если одна фольга ослабляет в  $e^{-x}$  раз, то  $n$  листов-

\*) K. Lonsdale, Acta Crystallographica 1, 12 (1948).

ков ослабят луч в  $e^{-nx}$  раз. Линейность калибровочной кривой может быть проверена откладыванием на логарифмическом графике числа импульсов в функции числа фольг и сравнением полученной кривой с прямой линией  $e^{-nx}$  в функции  $n$ . Результаты получаются одинаковыми, будет ли фольга вставлена на пути первичного или рассеянного луча. Разумеется, отсчёт интенсивностей носит статистический характер. Может быть достигнута точность порядка 1% при тысяче импульсов, 7% при счёте двадцати импульсов и 15—20% при одном импульсе в секунду. Эта точность получается при времени отсчёта в полминуты. Фон равняется 0,33 импульса в секунду.

Автор провёл тщательное исследование влияния на отклонение калибровочной кривой от линейного хода, которое может возникнуть из-за присутствия в спектре гармоник основной длины волны. Результаты этого исследования таковы:

1. Влияние длин волн  $\frac{\lambda}{2}$  и  $\frac{\lambda}{3}$  должно было бы заключаться в приобретении кривой вогнутой формы у начала координат (при больших числах импульсов). Опыт показывает, что калибровочная кривая, напротив, выпуклая при больших числах импульса и прямая или вогнутая—при малых числах импульсов.

2. Эффект гармоник и белого спектра при применении никелевых фольг пренебрежимо мал.

3. Отклонение калибровочных кривых от линейности, наступающее обычно при числе импульсов более 100 в секунду, является свойством прибора, а не определяется свойствами первичного луча или особенностями построения калибровочной кривой.

4. Влияние гармоник при работе на молибденовом излучении значительно больше, но всё же не сказывается существенным образом на измерениях.

Все эти данные позволяют автору утверждать, что счётчик Гейгера приспособлен для решения тонких структурных задач. Однако существующие автоматические устройства, позволяющие записывать кривые отражения, для этой цели не пригодны. К сожалению, автор не остановился на сравнении работы счётчика Гейгера и ионизационной камеры. Думается, что исключительная медленность работы со счётчиком без автоматической записи сделает целесообразным его применение лишь для измерений экстраслабых рефлексов. Нижний предел лежит у счётчиков, разумеется, ниже.

Нам кажется, что наиболее целесообразным являлся бы рентгено-спектрограф со взаимозаменяемыми ионизационной камерой и счётчиком Гейгера.

Автор приводит, далее, подробные данные о методике и результатах измерения теплового рассеяния. Измерения могут производиться двумя способами—при неподвижном кристалле и при неподвижном счётчике.

Изменение мозаичного строения кристалла и влияние этого изменения на интенсивность исследовались при помощи сравнения рассеяния кристалла перед и после закалки в жидком воздухе. Кристаллы мочевины не показали существенного изменения ни в брэгговском, ни в диффузном рассеянии. Кристаллы дигидрата щавелевой кислоты изменили только брэгговское рассеяние. Этот результат довольно естественен, так как при тепловом рассеянии нет строгих фазовых соотношений, имеющих место при отражении от узловых плоскостей. Поэтому для того, чтобы вынести какое-либо суждение об отношении интенсивностей дифрагированного и диффузно-рассеянного излучений, нужно иметь дело с идеально-мозаичными кристаллами. Для мочевины автором были получены следующие

данные для рефлексов 110, 220, 330: тепловые волны длиной  $200 \text{ \AA}$  вдоль направления [110]—отношения диффузного рассеяния к брэгговскому равны  $0,557 \cdot 10^{-3}$ ,  $3,30 \cdot 10^{-3}$  и  $9,12 \cdot 10^{-3}$ ; волны  $40 \text{ \AA}$  в том же направлении — отношения равны  $0,095 \cdot 10^{-3}$ ,  $0,65 \cdot 10^{-3}$  и  $2,00 \cdot 10^{-3}$ . Эти данные приведены для медного излучения. Соответствующие цифры для молибденового излучения таковы:  $0,114 \cdot 10^{-3}$ ,  $1,40 \cdot 10^{-3}$  и  $6,48 \cdot 10^{-3}$  для большей длины волны и  $0,056 \cdot 10^{-3}$ ,  $0,55 \cdot 10^{-3}$  и  $3,0 \cdot 10^{-3}$  для меньшей. Все волны поперечные.

До одной сотой доходят интенсивности теплового рассеяния и в случае дигидрата шавелевой кислоты.

*А. Китайгородский*

---