

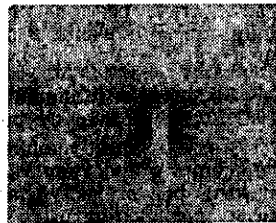
ной ячейки и симметрии кристалла, а также и от ориентации образца относительно падающего рентг. луча. Метод Лауэ позволяет отнести монокристалл к одной из 11 лауэвских групп симметрии и установить ориентацию его кристаллографич. осей с точностью до угл. минут (см. Лауэ метод). По характеру дифракц. пятен на лауэграммах и особенно по появлению астеризма (размытия пятен) можно выявить внутр. напряжения и нек-рые др. особенности строения образца. Методом Лауэ проверяют качество монокристаллов и проводят отбор наиб. совершенных образцов для более полного структурного исследования (рентгенгонометрич. методами; см. ниже).

Методами качания и вращения образца определяют периоды повторяемости (трансляции) вдоль заданных кристаллографич. направлений, проверяют симметрию кристалла, а также измеряют интенсивности дифракц. отражений. Образец во время эксперимента приводится в колебан. или вращат. движение относительно оси, совпадающей с одной из кристаллографич. осей образца, к-рую предварительно ориентируют перпендикулярно падающему рентг. лучу. Дифракц. картина, создаваемая монохроматич. излучением, регистрируется на рентг. плёнке, находящейся в цилиндрич. кассете, ось к-рой совпадает с осью колебания образца. Дифракц. пятна при такой геометрии съёмки на развёрнутой плёнке оказываются расположенными на семействе параллельных прямых (рис. 1). Период повторяемости T вдоль кристаллографич. направления равен:

$$T = n\lambda \sqrt{1 + (D/2l_n)^2},$$

где D — диаметр кассеты, $2l_n$ — расстояние между соответствующими прямыми на рентгенограмме. T , к. λ постоянна, условия Лауэ (1) выполняются за счёт изменения углов при качании или вращении образца. Обычно на рентгенограммах качания и вращения образца дифракц. пятна перекрываются. Чтобы избежать этого нежелательного эффекта, можно уменьшить угл. амплитуду колебаний образца. Такой приём применяют, напр., в Р. с. а. белков, где рентгенограммы качания используют для измерения интенсивностей дифракц. отражений.

Рис. 1. Рентгенограмма качания минерала сейдоверита $\text{Na}_2\text{MgTi}(\text{Zr}, \text{Ti})_2\text{O}_7(\text{F}, \text{OH})_2[\text{Si}_4\text{O}_{12}]$.



Рентгенгонометрические методы. Для полного структурного исследования монокристалла методами Р. с. а. необходимо определить положение в пространстве и измерить интегральные интенсивности всех дифракц. отражений, возникающих при использовании излучения с данной λ . Для этого в процессе эксперимента образец должен с точностью порядка угл. минут принимать ориентации, при к-рых выполняются условия (1) последовательно для всех семейств кристаллографич. плоскостей образца; при этом регистрируются мн. сотни и даже тысячи дифракц. рефлексов. При регистрации дифракц. картины на рентг. фотоплёнке интенсивности рефлексов определяются микроденситометром по степени почернения и размеру дифракц. пятен. В разл. типах гониметров реализуются разл. геом. схемы регистрации дифракц. картины. Полный набор интенсивностей дифракц. отражений получают на серии рентгенограмм, на каждой рентгенограмме регистрируются рефлексы, на кристаллографич. индексы к-рых наложены определ. ограничения. Напр., на разных

рентгенограммах регистрируются отражения типа $hk0, hk1$ (рис. 2). Для установления атомной структуры кристалла, в элементарной ячейке к-рого содержатся ~ 100 атомов, необходимо измерить неск. тысяч дифракц. отражений. В случае монокристаллов белков объём эксперимента возрастает до 10^4 — 10^6 рефлексов.

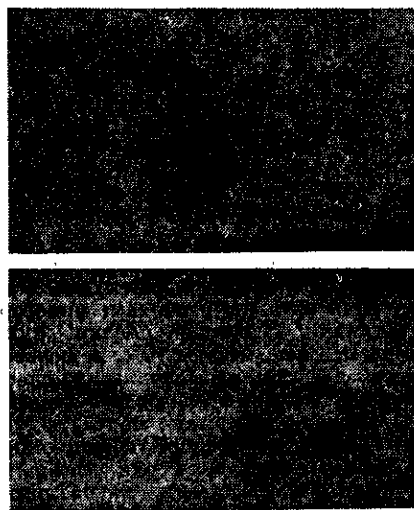


Рис. 2. Рентгенограмма минерала сейдоверита, полученная в рентгеновском гониметре Вайсберга. Зарегистрированные дифракционные отражения имеют индексы $hk0$. Отражения, расположенные на одной кривой, характеризуются постоянным индексом k .

При замене фотоплёнки на счётчики рентг. квантов возрастают чувствительность и точность измерения интенсивностей дифракц. отражений. В совр. автоматич. дифрактометрах предусмотрены 4 оси вращения (3 у образца и 1 у детектора), что позволяет реализовать в них различные по геометрии методы регистрации дифракц. отражений. Такой прибор универсален, управление им осуществляется с помощью ЭВМ и специально разработанных алгоритмов и программ. Наличие ЭВМ позволяет ввести обратную связь, оптимизацию измерений каждого дифракц. отражения и, следовательно, естеств. образом планировать весь дифракц. эксперимент. Измерения интенсивностей производятся с необходимой для решаемой структурной задачи статистич. точностью. Однако увеличение точности измерения интенсивностей на порядок требует увеличения времени измерений на два порядка. На точность измерений накладывает ограничение качество исследуемого образца. Для белковых кристаллов (см. ниже) сокращение времени эксперимента осуществляется за счёт использования двумерных детекторов, в к-рых параллельно идёт измерение мн. десятков дифракц. отражений. При этом утрачивается возможность оптимизации измерений на уровне отд. рефлекса.

Метод исследования поликристаллов (метод Дебая — Шеррера). Для Р. с. а. кристаллич. порошков, керамики, материалов и др. поликристаллич. объектов, состоящих из большого числа мелких, случайным образом ориентированных друг относительно друга монокристаллов, используется монохроматич. рентг. излучение. Рентгенограмма от поликристаллич. образца (дебаграмма) представляет собой совокупность концентрич. колец, каждое из к-рых состоит из дифракц. отражений от разл. образом ориентированных в разных зёрнах систем кристаллографич. плоскостей с определённым межплоскостным расстоянием d . Набор d и соответствующие им интенсивности дифракц. отражений индивидуальны для каждого кристаллич. вещества. Метод Дебая — Шеррера используется при