

Федеральное агентство по образованию РФ
Государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования
Томский политехнический университет

«Утверждаю»
Декан ХТФ _____ В.М. Погребенков
«_____» _____ 2007 г.

РЕНТГЕНОФАЗОВЫЙ АНАЛИЗ

Методические указания

к выполнению лабораторных и самостоятельных работ по курсу «Физическая химия тугоплавких неметаллических и силикатных материалов» «Физика и химия твердого тела», «Химическая технология тугоплавких неметаллических и силикатных материалов» для студентов специальности 240304 «Химическая технология тугоплавких неметаллических и силикатных материалов» и магистрантов направления 240100 «Химическая технология и биотехнология»

Томск 2007

УДК 548.73:539.26

Рентгенофазовый анализ

Методические указания к выполнению лабораторных и самостоятельных работ по курсу «Физическая химия тугоплавких неметаллических и силикатных материалов» «Физика и химия твердого тела», «Химическая технология тугоплавких неметаллических и силикатных материалов» для студентов специальности 240304 «Химическая технология тугоплавких неметаллических и силикатных материалов» и магистрантов направления 240100 «Химическая технология и биотехнология»

Томск, изд. ТПУ, 2007.- 40 с.

Составители: д.т. н., профессор Т.А.Хабас
д.т.н., доцент Т.В.Вакалова
к.т.н., доцент Громов А.А.
к.т.н., ассистент Кулинич Е.А.

Рецензент д.т.н., профессор В.И.Верещагин

Методические указания рассмотрены и рекомендованы к изданию методическим семинаром кафедры технологии силикатов, « ____ » _____ 2007 г.

Зав.кафедрой ТС
д.т.н., профессор

В.И.Верещагин

Председатель методической
Комиссии ХТФ, к.т.н., доцент

Ушева Н.В.

ВВЕДЕНИЕ

Открытие в 1912 г. Лауэ и его сотрудниками дифракции рентгеновских лучей привело к разработке одного из самых совершенных прямых методов изучения твердых материалов – рентгеноструктурного анализа. Метод основан на получении и анализе дифракционной картины, возникающей в результате интерференции рентгеновских лучей, рассеянных электронами атомов облучаемого объекта.

Основной задачей рентгенофазового анализа является идентификация различных фаз в их смеси на основе анализа дифракционной картины, даваемой исследуемым образцом. Широкое распространение из-за простоты и универсальности получил метод порошка. Постепенное усовершенствование методики рентгенофазового анализа, улучшение конструкций рентгеновских камер и рентгеновских установок, широкое распространение легкозаменяемых электронных трубок привело к повсеместному внедрению рентгенофазового анализа в практику работы химических и технических лабораторий.

Рентгеновские камеры и дифрактометры различаются способом регистрации дифракционной картины. В камерах эта картина фиксируется на фотографическую пленку, в дифрактометрах – с помощью различного типа счетчиков (сцинтилляционных, пропорциональных, полупроводниковых). Широкое применение способов регистрации рентгеновских лучей (счетчики) и усовершенствование фотографического метода (фокусирующие камеры – монохроматоры) расширило границы чувствительности фазового анализа и увеличило надежность идентификации фаз в самых сложных случаях.

К достоинствам рентгеновского фазового анализа должны быть отнесены: высокая достоверность и экспрессность метода; то, что метод – прямой, так как в принципе основан не на косвенном сравнении с какими-либо эталонами или изменениями свойств, а непосредственно указывает на кристаллическую структуру вещества, наилучшую характеристику каждой фазы, наконец, этот метод не требует большого количества вещества; анализ можно проводить без нарушения образца или детали; кроме того, метод допускает оценку количества фаз в смеси.

В данных методических указаниях рассматриваются методика получения порошковых рентгенограмм, с последующим качественным и количественным анализом. В приложении приводятся справочные данные для расшифровки дифрактограмм некоторых соединений, часто применяемых в технологиях оксидных и силикатных материалов.

Лабораторная работа №1

Цель выполнения работы:

1. Ознакомление с теоретическими основами рентгенографии кристаллических твердых тел.
2. Изучение практических методов рентгенографических исследований силикатных и оксидных материалов.

3. Определение качественного состава неизвестного материала или количественного содержания отдельных фаз в материале известного качественного состава.

1.1. Общие теоретические положения

Дифракция рентгеновских лучей

К рентгеновским лучам относят излучение, занимающее участок электромагнитного спектра от нескольких сотен до десятых долей ангстрема (10^{-10} м) или от нескольких десятков до сотых долей нанометра (10^{-9} м). Это жесткое коротковолновое излучение. Расстояние между атомами в кристаллической решетке твердых тел колеблется от единиц до полутора десятков ангстрем. Прохождение рентгеновских лучей через вещество сопровождается разными видами взаимодействия, одним из которых является *рассеяние рентгеновских лучей*: вещество, которое подвергается действию рентгеновского излучения, испускает вторичное излучение, длина волны которого равна длине волны падающих лучей (когерентное рассеяние). Каждый изолированный атом рассеивает излучение равномерно во все стороны в виде концентрических сфер. Если падающая волна рентгеновского излучения перпендикулярна атомному ряду, то все атомы ряда одновременно излучают электромагнитные колебания. Поскольку расстояние между атомами соизмеримо с длиной волны вторичного когерентного излучения, то кристалл может служить для него дифракционной решеткой. Энергия этого излучения рассеивается в разных направлениях с различной интенсивностью: по одним направлениям усиливается, по другим ослабляется и даже полностью гасится. Усиление колебаний происходит по тем направлениям, где разность хода рентгеновских лучей равна целому числу волн или четному числу полуволн. Это правило (условие интерференции) справедливо для любого излучения. В результате образуется серия плоских волн, которые распространяются в особых направлениях.

Реальные кристаллы не имеют гипотетического линейного порядка. Геометрические условия дифракции от трехмерно расположенных атомов более жестки, чем в случае одномерной цепочки, от которой может дифрагировать любая волна, в случае если ее $\lambda < d$. Английские ученые Уильямы Брегги (отец и сын) и русский ученый Г.В.Вульф показали, что дифрагированный луч можно рассматривать как результат отражения от одной из плоскостей атомной решетки. Любая трехмерная решетка рассматривается как совокупность бесконечного числа параллельных атомных плоскостей, расположенных на равном расстоянии друг от друга. Отражение лучей будет происходить не только от внешней поверхности, а от всех атомных плоскостей, так как рентгеновский луч, в отличие от оптического излучения, проникает вглубь кристалла.

Рассмотрим одну из таких систем плоскостей, характеризующихся межплоскостным расстоянием d (рис.1). Каждая плоскость отражает луч под

одним и тем же углом θ , так как рентгеновские лучи распространяются в веществе практически без преломления.

При отражении лучи могут интерферировать в том случае, если их разность хода ($\Delta(OB)$) будет равна целому числу волн $\Delta(OB) = n\lambda$. Из прямоугольных треугольников AOO' и BOO' видно, что $\Delta(OB) = 2d \cdot \sin\theta$.

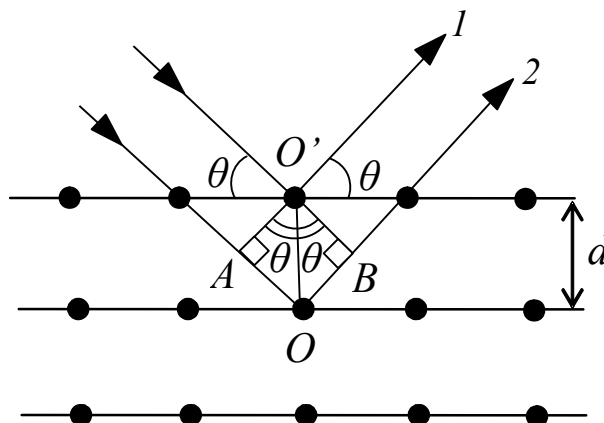


Рисунок 1 - Отражение рентгеновских лучей в кристалле по Брэггу

Следовательно, условие дифракции рентгеновских лучей (Вульфа - Брэггов) будет иметь вид:

$$2d \cdot \sin\theta = n\lambda. \quad (1)$$

n - называют порядком отражения ($n = 1, 2, 3$).

Это уравнение лежит в основе всех рентгеновских методов исследования кристаллических тел. Его используют для расчета межплоскостных расстояний d , которые собственно являются характеристикой конкретной кристаллической решетки. θ и λ - данные эксперимента. Выполнение условия Вульфа - Брэггов при изменении угла падения рентгеновского излучения регистрируется на рентгенограмме возникновением максимума или почернением на фотопленке. Интенсивность этого максимума или почернения соответствует интенсивности отраженного луча, которое в свою очередь зависит от количества атомов, составляющих данное семейство плоскостей, то есть от "заселенности" атомной плоскости. Поэтому интенсивность отраженного луча также является характеристикой изучаемого объекта.

1.2. МЕТОДЫ СЪЕМКИ РЕНТГЕНОГРАММ И АППАРАТУРА

Методы съемки рентгенограмм делят на фотографические (с регистрацией рентгеновского излучения на фотопленку) и дифрактометрические. В первом случае дифракционная картина одновременно регистрируется на

фотопленке и представляет собой ряд concentрических пар дужек (черных полос).

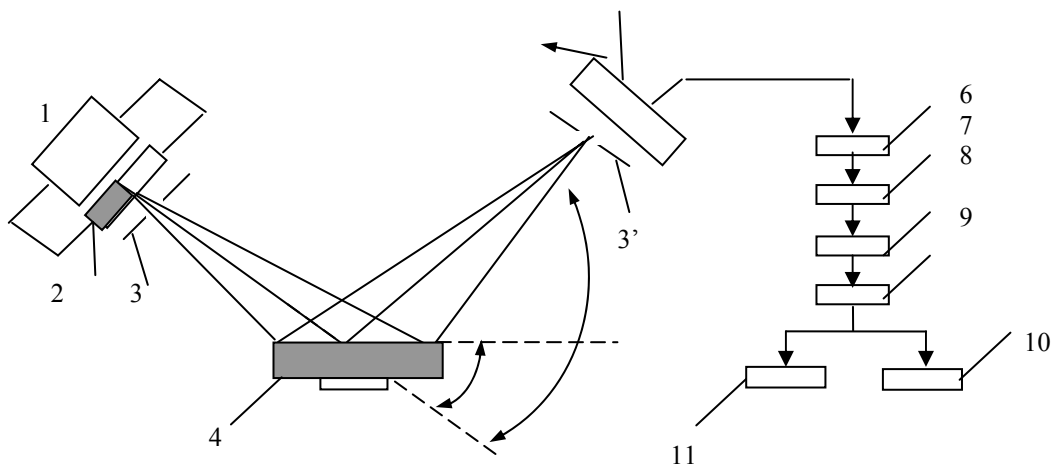


Рисунок 2 - Принципиальная схема дифрактометра

- | | |
|---|------------------------------------|
| <i>1 – источник высокого напряжения</i> | <i>7 – усилитель</i> |
| <i>2 – рентгеновская трубка</i> | <i>8 – дискриминатор</i> |
| <i>3, 3' – диафрагмы</i> | <i>9 – пересчетная схема</i> |
| <i>4 – образец</i> | <i>10 – самопишущее устройство</i> |
| <i>5 – счетчик квантов</i> | <i>11 – интенсиметр</i> |
| <i>6 – фотоэлектронный умножитель</i> | |

Дифрактометрические методы съемки рентгенограмм отличаются от фотографических тем, что дифракционная картина регистрируется последовательно во времени. В данном случае используется счетчик отраженных рентгеновских лучей, который перемещается по окружности таким образом, что угол дифракции θ при этом непрерывно изменяется. Для получения интенсивных рефлексов на рентгенодифрактограмме необходимо использовать фокусирующие методы съемки, при которых в достаточно узкую щель счетчика попадает рентгеновское излучение, отраженное от образца с относительно большой поверхностью. При фокусировке по схеме Брэгга-Брентано, которая используется, например, в дифрактометре ДРОН - 3 (рис.2) образец плоский расположен в центре окружности I постоянного радиуса, по которой движется счетчик 5 и на которой находится рентгеновская трубка 2. При этом образец 4 вращается одновременно со счетчиком таким образом, чтобы поверхность образца все время была касательной к окружности фокусировки II, на которой в данный момент находятся фокус рентгеновской трубки, центр образца и входная щель счетчика. Это условие выполняется, если угловая скорость вращения счетчика в два раза превышает угловую скорость вращения образца. Следовательно, если образец поворачивается на угол θ ,

то угол поворота счетчика будет 2θ . Измерение углов поворота осуществляется с помощью гониометра.

Разность потенциалов между анодом и катодом рентгеновской трубки 2 создается генераторным устройством 1. Рентгеновский луч, пройдя диафрагмы 3 и 3¹, отразившись от образца 4, попадает в счетчик 5, где преобразуется в излучение видимой области. Световой сигнал в фотоэлектронном умножителе 6 преобразуется в электрический, усиливается в 7, дискриминатором 8 отделяются импульсы, не отвечающие характеристическому излучению. После дискриминатора импульсы регистрируются пересчетной схемой 9 и записывают самописцем 10 на диаграммную ленту.

С помощью интенсиметра 11 фиксируется значение интенсивности отраженного рентгеновского излучения, пропорциональное количеству его квантов.

Типичный вид рентгенограммы, полученной на дифрактометре, представлен на рис.3. Значения угла θ для расчета d отвечающего любому рефлексу, определяются положением центра тяжести пика. Чаще всего, если пик (рефлекс) достаточно узкий и симметричный, пользуются положением максимума. На основе анализа рентгенограммы образца часто в повседневной практике, так же как и в научной литературе приводят не сами рентгенограммы, а штрихдиаграммы вещества или химического соединения. Штрихдиаграмма представляет собой линейчатый спектр интенсивностей рефлексов при определенных значениях межплоскостных расстояний d , определенных из первичной рентгенограммы. Штрихдиаграмма строится в определенном масштабе по отношению к исходной рентгенограмме и имеет вид, приведенный на рис.4.

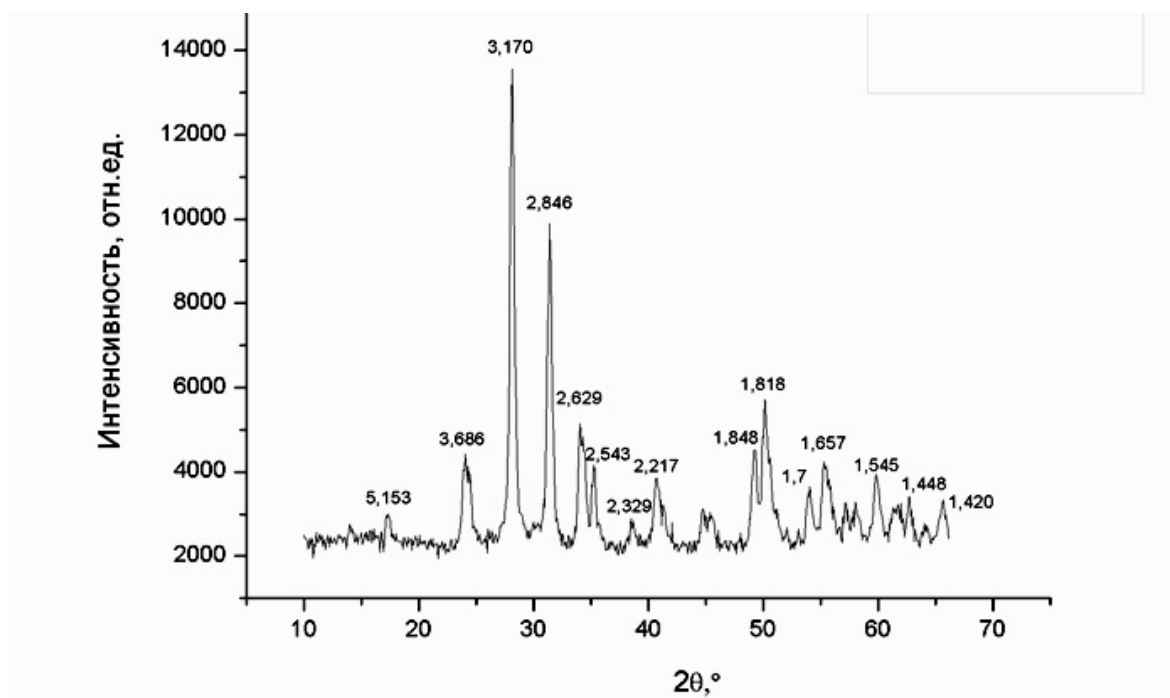


Рисунок 3 - Дифрактограмма кристаллической фазы керамики (ZrO_2)

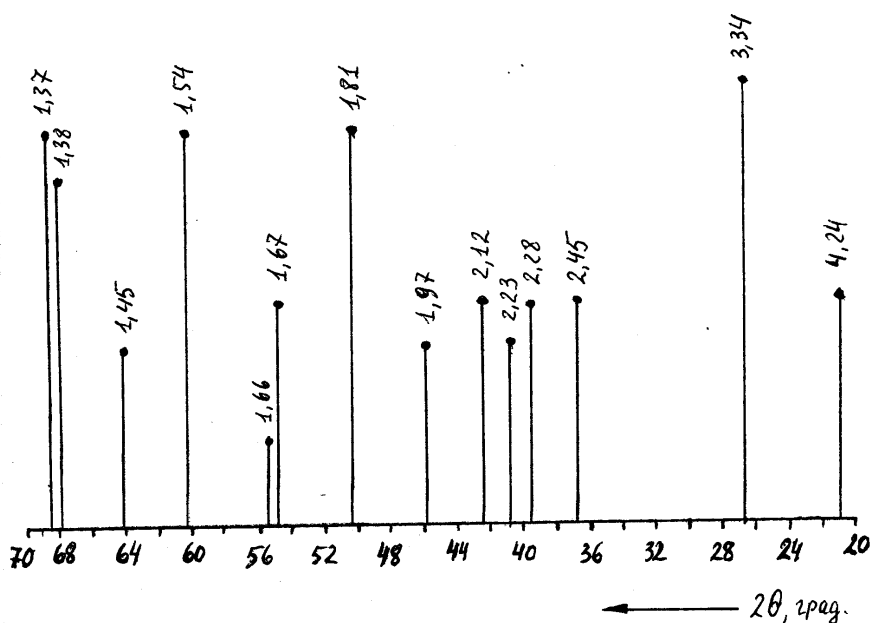


Рисунок 4 - Штрихрентгенограмма (в Å) β - кварца

1.3. ПОДГОТОВКА ОБРАЗЦОВ

Для получения достаточно хороших рентгенограмм необходимо тщательно готовить образцы для съемки. Самым распространенным методом съемки является метод порошка, по которому образец является поликристаллическим телом, полученным из тонко измельченного порошка. Для съемки на фотопленке порошок наносится на нить или набивается в капилляр диаметром 0,7 мм.

Для съемки дифрактограмм (рентгенограмм на самописец) порошок насыпается и фиксируется в углублении специальной кюветы из кварцевого стекла, если для фиксации не достаточно простого придавливания, применяют органические клеи (БФ, цапонлак и т.д., а также обычные технические масла). Кроме того, порошок можно спрессовать в виде таблетки диаметром до 25 мм или применить для съемки плоский образец в твердом виде.

Важным фактором, определяющим чувствительность метода является размер кристалликов исследуемого вещества. Поэтому следует обратить внимание на тщательность растирания порошка, так как порошок, состоящий из крупных кристаллов, дает нечеткие, малоинтенсивные рентгенограммы. Растирать порошок следует в агатовой ступке агатовым пестиком (для исключения загрязнения пробы) до прохождения через сито 10000 отв./см² (0063; 63 мкм). Оптимальный размер кристаллов около 5 - 10 мкм. Вместе с тем в некоторых случаях нельзя сильно перетирать пробу, так как сильное воздействие (особенно с давлением) приводит к нарушению кристаллической структуры препарата, появлению напряжений в кристаллах (а значит, к ухудшению качества рентгенограммы). В некоторых случаях при растирании пробы происходит полиморфное превращение. Это явление можно использовать при исследовании стабильности материалов. Но, следует помнить также, что в случае, если размер кристалликов ниже определенного (менее

0,1 мкм), то интерференционные линии могут быть размыты; и при малом количестве фазы её линии могут сливаться с фоном.

Керамика, ситалл или изделия на основе вязущих материалов чаще всего представляют собой поликристаллический материал. Поэтому при фазовом анализе можно использовать непосредственно поверхность образца или воспользоваться методом порошка.

1.4. МЕТОДИКА РАСШИФРОВКИ РЕНТГЕНОГРАММ

Основное назначение расшифровки рентгенограмм - определение значений d/n (d) и относительных интенсивностей рефлексов.

При съёмке рентгенограмм на дифрактометрах, например, типа ДРОН - 3 на диаграммной ленте самописца автоматически проставляются реперные линии через 0,5 или 1 градус (2θ). Для определения угла 2θ , отвечающего данному рефлексу, измеряют расстояние от максимума пика (рефлекса) до ближайшей реперной линии с меньшим углом и прибавляют к значению угла для данной реперной линии соответствующее этому расстоянию изменение угла 2θ до максимума рефлекса. По найденному значению угла 2θ определяют θ и по этому углу по справочным таблицам для данного анода (антикатада) находят межплоскостное расстояние d/n , соответствующее анализируемому пику, например, для $\theta = 10$, межплоскостное расстояние $d/n = 4,4394 \text{ \AA}$ (0,4439 нм). Значение d можно так же получить расчетом из уравнения Вульфа-Брэгга.

$$d = \frac{n\lambda}{2 \sin \Theta} \quad (2)$$

Относительную интенсивность рефлексов определяют следующим образом. Находят площадь между контуром каждого пика и уровнем фона (базисной линией), интенсивность пика, для которого она максимальна, принимают за 100. Относительные интенсивности остальных пиков находят как

$$I_{\text{отн}} = (S/S_{\text{max}}) \cdot 100 \quad (3)$$

Площадь пика приближенно может быть определена по формуле:

$$S = h \frac{1}{2} l; \quad (4)$$

где: h - высота пика, мм или см;

$\frac{1}{2}l$ его ширина на половине высоты ($h / 2$).

Если оценка интенсивности рефлексов не требует высокой точности, то вместо значений S можно воспользоваться значениями h (что часто применяется на практике). Такая замена приводит к тем меньшему искажению значений интенсивности, чем меньше значение 2θ .

1.5.ВОЗМОЖНОСТИ МЕТОДА РЕНТГЕНОГРАФИИ

В зависимости от поставленной задачи с помощью рентгенографического анализа можно решать различные вопросы для большого круга тугоплавких неметаллических и силикатных материалов. Чаще всего в технологии силикатов анализу подвергаются поликристаллические вещества. Следует отметить, что полная расшифровка структуры такого материала возможна только в исключительных случаях. Однако исследование поликристаллического вещества методами рентгенографии позволяет решать следующие задачи:

1. Определять присутствующие кристаллические фазы (качественный рентгенофазовый анализ);
2. Определять количественное содержание кристаллических фаз в многофазном материале (количественный рентгенофазовый анализ);
3. Определять размеры элементарной ячейки;
4. Определять микронапряжения кристаллической решетки, размеры зерен поликристаллов и блоков мозаичной структуры;
5. Исследовать текстуру вещества;
6. Изучать степень дальнего порядка и распределение катионов в кристаллическом веществе;
7. Определять тип твердого раствора, степень его упорядоченности, границы растворимости.

Рентгеновский фазовый анализ может быть с успехом применен для изучения исходных материалов (природного и техногенного происхождения) всех производств силикатных и оксидных материалов; его можно использовать также для анализа синтезированных продуктов в процессе их изготовления и их изменения в процессе эксплуатации

Далее будут рассмотрены варианты решения наиболее часто встречающихся задач, возникающих при исследовании силикатных и других тугоплавких неметаллических материалов.

1.6.ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАЧЕСТВЕННОГО ФАЗОВОГО СОСТАВА ВЕЩЕСТВА

Фазовым анализом называется установление числа фаз в данной системе и их идентификация.

Рентгеновский метод фазового анализа основан на том, что каждое кристаллическое вещество дает специфическую интерференционную картину с определенным количеством, расположением и интенсивностью интерференционных линий, которые определяются природой и расположением атомов в данном веществе. Так как почти нет двух кристаллических веществ, которые обладали бы одинаковой во всех отношениях кристаллической структурой, то рентгенограммы почти однозначно характеризуют дан-

ное вещество и никакое другое. В смеси нескольких веществ каждое из них дает свою картину рентгеновской дифракции независимо от других. Полученная рентгенограмма смеси представляет собой сумму ряда рентгенограмм, которые получились бы, если бы на одну и ту же пленку поочередно снимали каждое вещество в отдельности.

Таблица 1 - Экспериментальные значения d/n и I_0 исследуемого вещества и результаты его рентгенофазового анализа

№ рефлекса	d/n , нм	I_0	Принадлежность рефлекса кристаллическим фазам (по итогам анализа)
1	0,581	9,0	В
2	0,521	1,2	В
3	0,472	3,6	С, Д
4	0,418	6,7	В
5	0,404	3,8	Д
6	0,361	7,5	С
7	0,321	10,0	В
8	0,264	6,0	С
9	0,256	4,2	В
10	0,251	4,0	С
11	0,229	1,3	С
12	0,213	1,0	С
13	0,202	8,5	С, Д
14	0,1872	6,5	В
15	0,1643	1,0	С
16	0,1514	0,7	В, Д
17	0,1350	2,7	С
18	0,1333	2,8	С
19	0,1247	0,5	Д
20	0,1173	2,0	С, Д
21	0,1060	3,0	С
22	0,1044	1,8	В
23	0,0988	1,0	С
24	0,0982	1,0	Д
25	0,0941	0,5	С

Часто при проведении рентгенофазового анализа качественный химический состав исследуемого вещества известен или можно сделать предположение о нем. Исходя из химического состава образца, можно составить список кристаллических фаз, которые могут присутствовать в исследуемом веществе, или список систем, к которым такие фазы могут относиться. Например, материал, полученный в результате твердофазового взаимодей-

вия при термической обработке смеси CaO и β -кварца (SiO_2), может содержать CaO, CaCO_3 , $\text{Ca}(\text{OH})_2$, полиморфные разновидности SiO_2 , а также различные силикаты кальция. Эти соединения могут быть рассмотрены в системе CaO - SiO_2 . Другим примером является то, что в продуктах кристаллизации магнезиально - кальциевых силикатов (стекол) могут присутствовать модификации SiO_2 , силикаты кальция и магния, а присутствие свободных CaO и MgO практически нереально. Данные процессы могут рассматриваться в системе CaO - MgO - SiO_2 . Следует учитывать возможность взаимодействия исследуемого вещества при его хранении или в ходе предыдущей тепловой обработки с SiO_2 , H_2O и другими реагентами, содержащимися в окружающей атмосфере. Например, калиево - силикатные стекла и продукты их кристаллизации могут в результате контакта с атмосферой воздуха подвергаться частичной гидратации.

Допустим на основании имеющихся данных о химическом составе исследуемого вещества (или исходя из предварительного петрографического анализа) предполагается, что в нем возможно присутствие кристаллических фаз А, В, С, Д, Е. Значения d/n и I для этих фаз, приведенные в справочниках [23] являются основой для анализа (табл.2).

Таблица 2 - начения d/n и I_0 трех наиболее интенсивных рефлексов фаз А, В, С, Д, Е по справочным данным

Кристаллическая фаза	d/n , нм, (I_0)
А	0,202 (10,0); 0,327 (5,0); 0,288 (5,0)
В	0,322 (10,0); 0,580 (8,0); 0,417 (4,0)
С	0,362 (10,0); 0,202 (10,0); 0,264 (8,0)
Д	0,1868 (10,0); 0,404 (7,0); 0,202 (5,0)
Е	0,321 (10,0); 0,265 (10,0); 0,404 (9,0)

Экспериментально полученная на дифрактометре рентгенограмма исследуемого вещества пусть имеет вид (рис.5), экспериментальные значения d/n , определенные по значениям θ , и I - в табл.1. Номера рефлексов на рис.5 и в табл.1 соответствуют друг другу. Выбрав по табл.1 рефлекс с наибольшей интенсивностью ($d/n = 0,321$ нм), устанавливаем (см.табл.2), что он может принадлежать фазе В или Е. Сравнивая значения d/n и I для принадлежащих этим фазам рефлексов с экспериментальными (табл.1), видим, что нельзя исключить наличие ни одной из этих фаз. Для уточнения обращаемся к полным наборам эталонных значений d/n и I для фаз В и Е (табл.3). Всем рефлексам из этого набора для фазы В, кроме малоинтенсивного рефлекса с $d/n = 0,242$ нм, отвечают пики на экспериментальной рентгенограмме, что указывает на ее присутствие в образце. В тоже время один из интенсивных рефлексов фазы Е ($d/n = 0,291$ нм) отсутствует на ней. Поэтому, несмотря на наличие остальных пиков, отвечающих фазе Е, делаем вывод о ее отсутствии в исследуемом образце.

дуемом веществе. Далее выбираем наиболее интенсивный из пиков на экспериментальной рентгенограмме, не принадлежащих фазе В. Этот пик с $d/n = 0,202$ нм, $I = 8,5$. Он может принадлежать фазе А или С. Два остальных рефлекса фазы А ($d/n = 0,327$ и $0,288$ нм; см.табл.1) на экспериментальной рентгенограмме отсутствуют, что позволяет сделать заключение об отсутствии фазы А. Сравнение полного набора рефлексов фазы С (см.табл.3) с экспериментальными данными (см.табл.1) подтверждает ее присутствие. Сравним рефлексы фазы Д с пиками экспериментальной рентгенограммы, убеждаемся в присутствии и этой фазы. Часть ее пиков совпадает с пиками, принадлежащими другим фазам; некоторые рефлексы отсутствуют на экспериментальной рентгенограмме ввиду их малой интенсивности. Установленная по итогам анализа принадлежность всех рефлексов экспериментальной рентгенограммы кристаллическим фазам В, С и Д показана в табл.1.

Таблица 3 - Справочные наборы значений d/n и I_0 фаз В, С, Д, Е

d/n , нм	I_0	d/n , нм	I_0	d/n , нм	I_0	d/n , нм	I_0
Фаза В		Фаза С		Фаза Д		Фаза Е	
0,580	8,0	0,454	4,0	0,471	3,0	0,404	9,0
0,519	2,0	0,362	10,0	0,404	7,0	0,321	10,0
0,417	4,0	0,264	8,0	0,344	0,5	0,291	8,0
0,322	10,0	0,251	4,0	0,273	1,0	0,265	10,0
0,256	5,0	0,229	2,0	0,202	5,0	0,255	6,0
0,242	0,3	0,213	1,5	0,1868	10,0	0,230	3,0
0,1874	3,0	0,202	10,0	0,1510	2,0	0,1872	6,0
0,1512	1,0	0,1645	1,2	0,1248	3,5	0,1349	3,0
0,1045	1,5	0,1350	4,0	0,1172	1,5	0,1060	2,0
		0,1333	4,0	0,1010	1,0		
		0,1176	1,0				
		0,1060	4,0				
		0,0988	1,0				

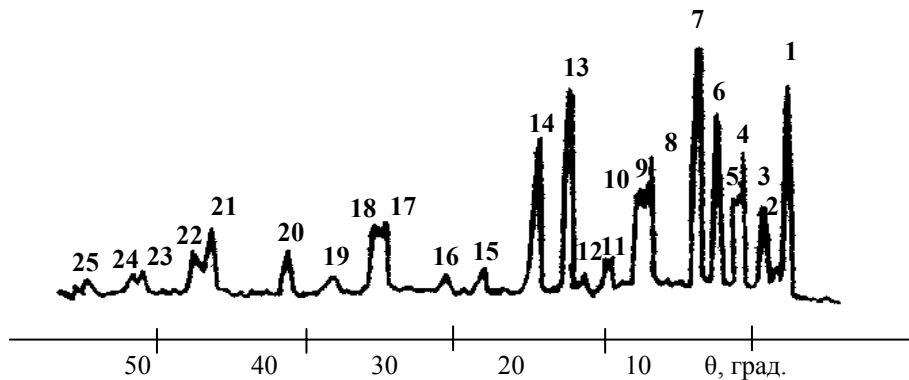


Рисунок 5 - Рентгенограмма многофазного образца

Порядок выполнения работы

1. Изучить методику расшифровки дифрактограммы однофазного или многофазного образцов.

2. Определить положения дифракционных линий (2θ)_{изм.}, спектров d и I . Построить штрихдиаграммы экспериментальных спектров.

3. Пользуясь справочными данными для кристаллических соединений [1 - 3] идентифицировать однофазный образец. Построить его штрихдиаграмму в том же масштабе, что и экспериментально полученная, сопоставить их, объяснить возможные расхождения.

4. Провести качественный фазовый анализ многофазного образца в соответствии с приведенным примером.

Таблица 4 - Пример расшифровки рентгенограммы глинистой породы

Экспериментальные данные				Справочные данные		
№ п/п	2θ	$d, \text{Å}$	Иотн., %	гидросл.	каолинит.	β -кварц
1	9.00	9,8254	7	9,98-8		
2	12,49	7,0867	15		7.14-10	
3	17,81	4,9800	1	4,97-4	4,84-1	
4	19,81	4,4815	5	4,47-8	4,48-3	
5	20,49	4,3343	5		4,36-4	
6	20.98	4,2342	14		4,17-4	4.25-25
7	23,24	3,8273	3		3.85-2	
8	23.90	3,7231	2	3,70-2	3.73-2	
9	24.92	3.5729	10	3.40-6	3,57-10	
10	26.82	3,3240	100	3,31-2		3,35-100
11	35,00	2,5636	5	2,56-4	2,56-4	
12	36.73	2,4465	4	2,44-6	2.44-8	2,45-15
13	37.81	2,3793	2	2.38-6	2,37-6	
14	38.57	2,3341	4		2,33-1	
15	39,57	2,2774	5		2.29-2	2,29-10
16	40.41	2,2320	2	2 24-4	2.24-1	2,23-6
17	42.57	2,1236	4		2,13-3	2.12-9
18	45.89	1,9774	3		1.97-3	1,97-8
19	50,24	1,8059	11		1.78-2	1,82-25
20	55.41	1,6581	3		1,66-4	1,66-8
21	55,73	1,6494	2	1.64-6	1.64-2	
22	60.00	1,1,5418	5		1,48-10	1.54-20
23	62,49	1,4862	3	1.50-8	1.46-1	
24	64.00	1,4547	2			1.45-2

Лабораторная работа №2

Цель выполнения работы: Определение количественного содержания отдельных фаз в материале известного качественного состава.

Количественное содержание отдельных фаз в полифазных кристаллических материалах предопределяет наличие зависимости между содержанием фазы и интенсивностью ее рефлексов. С увеличением содержания определенной фазы интенсивность ее отражений увеличивается. Тем не менее, для многофазного вещества зависимость между интенсивностью и содержанием данной фазы зависит не только от ее содержания, но и от показателя ослабления коэффициента поглощения μ , характеризующего степень ослабления рентгеновского пучка при прохождении через данное вещество. Показатель ослабления исследуемого вещества зависит от содержания и показателей ослабления всех присутствующих в образце фаз. Влияние изменения μ в зависимости от состава вещества при проведении количественного фазового анализа необходимо либо учитывать, либо исключать. На интенсивность рефлексов оказывают значительное влияние размеры частиц образца и степень дефектности структуры кристаллических фаз. В основе количественного анализа лежит правило: интенсивность отраженных лучей определенной фазы пропорциональна её объемной доле в общей смеси:

$$I_{hkl} = I_0 \frac{cm}{\mu} F_{hkl}^2 V L_p, \quad (5)$$

где: c – постоянная;

m – кратность отражения;

μ – коэффициент поглощения;

F_{hkl}^2 – структурный фактор;

V – объем кристаллической фазы, дающей данное отражение;

L_p – геометрический фактор (размер частиц);

Количественный анализ обычно проводится при известном качественном составе. При этом используется ряд методов:

1. Метод стандартных (эталонных) смесей;
2. Метод гомологических пар;
3. Метод внутреннего стандарта;
4. Метод добавок;
5. Метод разбавлений.

Из перечисленных методов наиболее распространенным и точным для порошковых материалов считают метод стандартных смесей и метод внутреннего стандарта.

Если коэффициенты поглощения двух компонентов, составляющих смесь близки, то интенсивность отражения каждого из них (I) будет пропорциональна их объемной доле (V);

$$\frac{I_a}{I_b} \approx \frac{V_a}{V_b} \quad (6)$$

В этом случае зависимость интенсивности рефлексов от содержания компонента в смеси будет прямолинейна. Суть метода стандартных, или эталонных, смесей заключается в том, что составляются эталонные смеси веществ, из которых состоит анализируемое вещество. Снимаются рентгенограммы этих эталонных смесей, определяются наиболее интенсивные неперекрывающиеся другими рефлексы (по одному для каждой фазы) и после замера их интенсивности строятся калибровочные графики зависимости интенсивности рефлекса от содержания соответствующей фазы. По этим графикам впоследствии (после съемки рентгенограммы) и производится определение содержания каждой фазы в исследуемом образце.

Метод внутреннего стандарта применяется в том случае, когда коэффициенты поглощения веществ в смеси сильно отличаются друг от друга. Он заключается в том, что к исследуемому веществу добавляется (примешивается) известное количество стандартного (эталонного) вещества. Содержание искомого компонента, например компонента А, будет характеризоваться отношением интенсивности его рефлекса к интенсивности рефлекса эталонного вещества (S): $\frac{I_A}{I_S}$. Объемные доли веществ будут равны:

$$V_a = K \frac{I_a}{I_S} \text{ и } V_b = K^1 \frac{I_b}{I_S}, \quad (7)$$

K, K^1 – коэффициенты пропорциональности.

Практически метод осуществляется следующим образом: готовят эталонные смеси, как и в предыдущем методе, но к каждой смеси ещё добавляется определенное количество стандарта. Снимаются рентгенограммы и строятся калибровочные графики (ось ординат – отношение I_A/I_S или I_B/I_S , ось абсцисс – содержание компонентов А или В). Затем при съемке исследуемого образца к нему добавляют такое же количество эталона и затем по графику находят количество компонентов А и В.

При использовании метода внутреннего стандарта влияние на результат анализа изменений массового показателя поглощения μ в зависимости от общего состава образца исключается благодаря тому, что соотношение интенсивностей определяемой фазы и внутреннего стандарта не зависит от этих изменений.

Проведение количественного рентгенофазового анализа предусматривает выполнение следующих правил:

1. Определение количества данной фазы ведется по интенсивности какой-либо одной характерной линии с известным значением d (d/n), называемой аналитической. Эта линия должна иметь большую интенсивность и не совпадать с аналитическими линиями других фаз. Кроме того, при исследовании многофазных материалов желательно, чтобы аналитические линии всех определяемых фаз располагались в узком интервале углов 2θ .

2. В качестве внутреннего стандарта (эталонного вещества) следует выбирать вещество, которое имеет интенсивную линию, не накладывающуюся на аналитические линии определяемых фаз. Количество добавки эталонного вещества обычно находится в пределах 10 - 20 %.

3. Большое влияние на точность анализа оказывают размер кристаллов вещества и тщательность его смешивания с эталоном. Средние размеры кристаллов в порошкообразных препаратах по возможности должны быть в пределах 5 - 40 мкм. Смешивание исследуемого материала с эталоном должно обеспечивать высокую гомогенность препарата (смеси).

4. Съемку дифрактограмм (рентгенограмм) для каждого состава при построении градуировочного графика и каждого исследуемого состава рекомендуется производить несколько раз (3 - 4) с перенабивкой препаратов.

Одним из важных обстоятельств является то, что рентгенографический метод позволяет определить не только содержание кристаллических фаз, но и аморфной фазы. Такая задача может быть при анализе магматических горных пород, ситаллов и ряда других материалов.

Содержание аморфной фазы определяют либо по разности единицы и всех кристаллических фаз (в долях), либо независимым способом. При втором способе учитывают, что интенсивность когерентного рассеяния рентгеновского излучения аморфной фазы пропорциональна ее содержанию. Кривая рассеяния аморфной фазой (гало) имеет один или несколько максимумов, обычно в области небольших углов рассеяния. При определении содержания аморфной фазы с помощью эталонов используют соотношение:

$$C_a = I - \frac{I_a^o - I_a}{I_a^o - I_b}, \quad (8)$$

где: I_a^o , I_a - интенсивности рассеяния полностью аморфным и исследуемым образцами под некоторым фиксированным углом 2θ ;

I_e – интенсивность рассеяния смесью кристаллических фаз, имеющей аналогичный полностью аморфному образцу химический состав.

Более точной мерой интенсивности рассеяния аморфной фазой служит интегральная интенсивность одного или нескольких пиков гало. Безэталонный метод основан на выделении средней интенсивности рассеяния рентгеновского излучения аморфной фазой I_a из средней интенсивности рассеяния образца I_n . Содержание аморфной фазы определяют по формуле:

$$C_a = I_a / I_n \quad (9)$$

Недостатком обоих методов независимого определения C_a является влияние на результат изменения состава аморфной фазы.

Порядок выполнения работы

1. По рентгенограмме определить качественный состав исследуемого образца.
2. Составить эталонные смеси двух веществ, содержащихся в исследуемом образце, с интервалом 20 мас. %.
3. Проанализировать рентгенограммы эталонных смесей: определить интенсивности аналитических рефлексов (по одному для каждой фазы).
5. Построить калибровочные графики.
6. Провести определение количественного содержания отдельных фаз в двухфазном кристаллическом материале по калибровочному графику.
7. Составить отчет.

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

Сущность дифракции рентгеновских лучей. Почему уравнение Вульфа - Брэгга является основой при исследовании материалов рентгеновским методом?

Методы получения рентгенограмм и аппаратура для съемки. В чем отличие фотографического и дифрактометрического методов съемки рентгенограмм?

Какими способами ведется подготовка образцов?

Методика расшифровки рентгенограмм, полученных на дифрактометре. Каким образом устанавливается наличие или отсутствие химического соединения в исследуемом веществе?

Возможности метода рентгенографии при исследовании кристаллических структур, в том числе силикатных материалов.

Основы качественного анализа. Что такое чувствительность рентгеновского метода и оценка этой величины?

Количественный рентгеновский анализ, основные методы.

В чем заключаются погрешности количественного рентгенофазового анализа?

Каким образом можно определить количество аморфной (стекловидной) фазы в рентгенографическом методе?

В чем преимущества и недостатки рентгеновского метода исследования вещества (применительно к силикатным материалам)?

ПРИЛОЖЕНИЯ

Рентгенографические таблицы для определения минералов

1. Анатаз TiO₂				2. Бадделеит ZrO₂	
d, Å°	I	d, Å°	I	d, Å°	I
3,508	10	1,004	2	3,667	3
2,425	1	0,994	1	3,159	10
2,372	5	0,953	7	2,826	8
1,887	9	0,944	6	2,611	6
1,696	7	0,917	7	2,535	4
1,662	7	0,911	7	2,329	3
1,447	7			2,201	5
1,361	6			2,003	4
1,335	6			1,845	6
1,261	7			1,807	6
1,247	2			1,690	5
1,163	6			1,654	5
1,158	1			1,607	2
1,054	1			1,538	4
1,048	5			1,507	3
1,041	5			1,472	3
1,0155	5			1,447	2

3. Этtringит 3CaO·Al₂O₃·3 CaSO₄·32H₂O			
d, Å°	I	d, Å°	I
9,73	о.о.с.	2,806	сл.
8,86	ср.сл.	2,773	ср.с.
5,61	ср.сл.	2,714	сл.
4,98	о.с.	2,697	ср.сл.
4,86	ср.	2,680	сл.
4,69	сл.	2,616	ср.
4,41	ср.с.	2,564	с.
4,02	о.сл.	2,524	о.сл.
3,88	сл.	2,487	о.сл.
3,67	с.	2,434	о.сл.
3,60	сл.	2,230	ср.
3,48	ср.	2,209	с.
3,27	о.сл.	2,185	сл.
3,24	ср.		
3,016	ср.		

4. Микроклин $K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$				5. Мелилит $Ca_2 \cdot (Al, Mg, Si) \cdot Si_2O_7$			
d, A°	I	d, A°	I	d, A°	I	d, A°	I
4,18	6	2,16	7	4,228	2	1,939	5
3,95	2	1,99	6	3,712	4	1,881	4
3,81	4	1,93	4	3,468	2	1,853	3
3,70	2	1,86	4	3,074	5	1,828	5
3,58	4	1,80	8	2,858	10	1,762	8
3,46	4	1,74	2	2,742	2	1,758	8
3,35	4	1,66	2	2,522	2	1,734	3
3,22	10	1,62	2	2,452	7	1,718	3
3,04	4	1,581	2	2,409	3	1,682	2
2,94	2	1,552	2	2,399	4	1,640	4
2,88	4	1,522	4	2,300	5	1,636	4
2,77	4	1,480	4	2,291	3	1,608	3
2,63	4	1,459	5	2,205	2	1,543	2
2,58	4	1,433	5	2,114	2	1,513	7
2,51	4	1,413	4	2,040	5	1,48	3
2,34	2			1,988	2		

6. Анортит (кальцинированный полевой шпат) $CaO \cdot Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$				7. Нефелин, карнегиит $Na_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$, β - нефелин, уст. при низ. темп			
d, A°	I	d, A°	I	d, A°	I	d, A°	I
4,08	3	1,762	5	4,99	3	2,022	2
3,80	3	1,714	2	4,77	2	1,979	4
3,63	2	1,626	3	4,315	7	1,921	6
3,37	2	1,532	2	4,157	9	1,880	4
3,26	1	1,480	4	3,832	9	1,837	2
3,20	10	1,451	3	3,704	4	1,785	5
3,15	2	1,410	2	3,258	9	1,757	2
2,948	4	1,385	4	3,001	10	1,687	4
2,832	4	1,360	3	2,873	8	1,658	3
2,648	2	1,342	3	2,755	2	1,630	4
2,509	6	1,317	2	2,652	2	1,611	6
2,135	6	1,274	2	2,563	8	1,595	4
2,097	3	1,211	3	2,489	5	1,553	10
2,021	3	1,166	4	2,393	4	1,552	5
1,926	3	1,127	2	2,338	10	1,486	1
1,877	2	1,079	3	2,297	8	1,465	6
1,836	5	1,064	4	2,175	2	1,450	4

8. Алит 54 CaO·16SiO₂·Al₂O₃·MgO				9. Ларнит β - 2CaO·SiO₂			
d, A°	I	d, A°	I	d, A°	I	d, A°	I
3,039	ср.	1,977	о.о.сл.	4,65	сл.	2,434	
3,034	ср.	1,938	о.о.сл.	3,83	о.сл.	2,409	сл.
2,973	о.сл.	1,934	о.о.сл.	3,79	о.сл.	2,322	сл.
2,968	о.сл.	1,824	о.о.сл.	3,38	сл.	2,305	о. сл.
2,776	о.с.	1,822	ср.сл.	3,24	сл.	2,282	о. сл.
2,748	ср.с.	1,766	ср.сл.	3,18	о.сл.	2,196	ср.ср.
2,744	ср.с.	1,761	о. о.сл.	3,05	сл.	2,189	с.
2,608	С.	1,628	о.сл.	2,878	ср.	2,166	сл.
2,606	С.	1,625	о.о.сл.	2,813	ср.	2,132	сл.
2,323	о.о.сл.	1,540	о.о.сл.	2,794	ср.с.	2,094	сл.
2,320	о.сл.	1,539	о.сл.	2,785	о.с.	2,050	сл.
2,184	ср.сл.	1,490	о.сл.	2,748	с.	2,047	сл.
2,180	ср.сл.	1,488	о.сл.	2,732	ср.	2,042	сл.
2,170	о.о.сл.			2,718	ср.	2,026	сл.
2,166	о.о.сл.			2,609	с.	2,020	ср.
2,163	о.о.сл.			2,546	сл.	1,984	сл.
1,983	о.о.сл.			2,452	сл.	1,913	сл.

10. Четырехкальциевый алюмоферрит 4 CaO·Al₂O₃·Fe₂O₃				11. Трехкальциевый алюминат 3CaO·Al₂O₃			
d, Ao	I	d, Ao	I	d, Ao	I	d, Ao	I
7,24	ср.сл.	1,50	о.о.сл.	6,83	сл.	2,277	о.сл.
3,63	о.сл.	1,45	о.о.сл.	6,23	о.сл.	2,204	ср.
3,39	о.о.сл.	1,42	о.о.сл.	5,09	сл.	2,097	о.сл.
2,27	о.о.сл.	1,39	о.о.сл.	4,604	о.сл.	2,040	сл.
2,67	с.	1,33	о.о.сл.	4,235	ср.	1,988	о.сл.
2,63	ср.с.	1,32	о.о.сл.	4,080	о.о.сл.	1,955	о.сл.
2,57	о.с.			3,816	о.о.сл.	1,940	о.о.сл.
2,43	о.о.сл.			3,705	о.о.сл.	1,908	с.
2,20	о.о.сл.			3,501	сл.	1,893	о.сл.
2,15	о.сл.			3,332	о.о.сл.	1,838	о.сл.
2,04	о.сл.			3,052	о.о.сл.	1,824	о.сл.
1,92	с.			2,993	сл.	1,799	о.о.сл.
1,86	о.о.сл.			2,834	ср.с.	1,558	с.
1,81	сл.			2,787	ср.	1,519	о.о.сл.
1,73	о.о.сл.			2,700	о.о.с.	1,462	о.о.сл.
1,57	сл.			2,581	о.сл.	1,455	о.о.сл.
1,53	сл.			2,431	о.сл.	1,349	ср.с.
1,51	о.о.сл.			2,384	сл.	1,334	о.сл.

12. Известь негашенная CaO		13. Периклаз MgO	
d, A°	I	d, A°	I
2,760	4	2,431	9
2,390	10	2,108	10
1,690	63	1,485	10
1,445	20	1,268	6
1,382	20	1,213	8
1,200	10	1,051	6
1,100	7	0,965	5
1,071	25	0,939	8
0,979	13	0,858	7
0,922	3	0,809	3
0,847	3	0,743	4
0,810	3	0,710	3
0,800	6	0,700	4
0,759	2	0,664	4
0,731	1	0,641	1
0,723	2	0,633	3
0,671	1		
0,666	1		

14. Ca(OH) ₂				15. Mg(OH) ₂			
d, A°	I	d, A°	I	d, A°	I	d, A°	I
4,93	50	1,035	5	4,77	90	1,034	5
3,11	25	1,012	8	2,725	6	1,030	1
2,63	100	0,955	5	2,365	100	1,006	7
1,93	50	0,850	2	1,794	66	0,954	1
1,79	40			1,573	36	0,950	5
1,69	30			1,494	18	0,945	8
1,55	2			1,373	16	0,908	3
1,485	20			1,363	2	0,900	1
1,450	20			1,363	11	0,897	1
1,315	16			1,192	2	0,892	2
1,178	2			1,183	9	0,864	5
1,145	15			1,118	1	0,815	3
1,063	10			1,092	3	0,786	3

16. SiO ₂ (β - кварц)				17. SiO ₂ (α - кристобалит)			
d, A°	I	d, A°	I	d, A°	I	d, A°	I
4,68	1	1,299	4	4,04	100	1,430	5
4,25	25	1,256	3	3,13	16	1,400	2
3,35	100	1,228	3	2,85	20	1,370	3
2,45	15	1,200	6	2,48	32	1,339	3
2,29	10	1,18	8	2,11	5	1,300	3
2,23	6	1,155	1	2,02	5	1,279	3
2,12	9	1,080	4	1,93	12	1,235	1
1,97	8	1,048	2	1,87	12	1,203	1
1,82	25	1,035	1	1,69	5	1,181	2
1,66	8	1,015	1	1,61	12	1,095	3
1,54	20			1,57	1		
1,45	2			1,53	4		
1,375	25			1,494	6		

18. SiO ₂ (β - кристобалит)		19. SiO ₂ (α - тридимит)			
d, A°	I	d, A°	I	d, A°	I
4,142	100	4,30	100	1,598	4
2,527	45	4,08	33	1,53	5
2,072	7	3,81	67	1,439	3
1,639	35	3,43	1	1,399	7
1,456	30	3,21	1	1,36	3
1,374	10	2,96	17	1,305	4
1,262	15	2,80	3	1,244	3
1,204	27	2,49	27	1,192	5
1,126	10	2,305	11	1,153	3
0,994	5	2,08	5	1,097	3
0,950	7	1,84	3		
0,925	4	1,69	8		
0,839	2	1,635	4		

20. Монтмориллонит $Al_2[OH]_2 \cdot (Si_4O_{10}) \cdot mH_2O$				21. Каолинит $Al_2[OH]_2 \cdot (Si_2O_5)$			
d, A°	I	d, A°	I	d, A°	I	d, A°	I
9,5	10	1,38	3	(7,88)	5	(2,43)	8
6,4	3	1,285	6	7,14	10	2,37	6
5,05	1	1,24	4	4,84	1	2,33	1
4,42	8	1,12	1	4,61	2	2,29	2
3,18	6	1,035	1	4,48	3	2,24	1
2,83	1	0,975	3	4,36	4	2,18	6
2,55	8	0,866	3	4,17	4	2,13	3
2,47	4			4,09	2	1,99	2
2,25	3			3,94	3	1,91	4
2,13	3			3,85	2	1,89	5
1,88	1			3,73	2	(1,83)	1
1,82	1			3,57	10	1,786	2
1,69	6			3,38	3	1,711	7
1,655	6			(2,83)	2	1,685	2
1,49	8			(2,72)	4	1,665	4
				(2,62)	1	(1,64)	2
				(1,57)	2	1,58	5
				2,56	4	1,48	10
				(2,53)	4	(1,46)	1

22. Мусковит $K \cdot Al_2 \cdot [OH]_2 \cdot (AlSi_3O_{10})$					
d, A°	I	d, A°	I	d, A°	I
10,00	10	2,34	7	1,519	4
5,02	5	2,25	2	1,498	10
4,52	7	2,186	3	1,472	1
3,89	3	2,126	7	1,448	2
3,71	4	2,056	1	1,427	3
3,50	5	1,987	8	1,41	1
3,42	9	1,944	1	1,352	8
3,20	4	1,868	2	1,335	5
3,09	6	1,81	1	1,32	1
2,86	7	1,728	1	1,297	8
2,78	5	1,647	8	1,272	4
2,568	10	1,596	3	1,246	8

23. Тальк 3MgO·4 SiO₂·H₂O				24. Пирофиллит Al₂ [OH]₂·(Si₄O₁₀)			
d, Ao	I	d, Ao	I	d, Ao	I	d, Ao	I
(13,6)	2	2,218	5	(13,5)	1	1,887	2
11,9	4	2,189	5	11,6	3	1,828	5
(10,2)	3	2,122	4	(10,2)	3	1,687	4
9,25	10	2,087	4	9,2	7	(1,639)	6
5,88	2	(2,054)	1	(5,08)	1	1,618	4
(5,12)	3	1,942	2	4,59	6	1,572	2
4,73	1	1,898	2	4,44	5	(1,529)	3
4,64	6	1,863	5	4,17	3	(1,505)	1
3,537	2	1,732	3	(3,36)	4	1,489	9
(3,418)	5	(1,712)	1	3,045	10	1,467	3
3,276	1	(1,690)	7	(2,801)	3	1,435	2
3,104	10	1,653	5	2,664	2	1,418	2
2,980	1	1,581	1	2,559	4	1,381	9
(2,857)	2	1,552	3	2,523	7	1,365	9
(2,634)	3	(1,540)	2	2,403	8	1,347	3
2,593	4	1,525	10	2,287	2	(1,331)	2
2,471	6	1,509	3	2,215	1	1,311	4
2,329	2			2,077	4	1,290	1
(2,295)	1			2,048	4		

25. Серпентин Mg₆[OH]₈(Si₄O₁₀)		26. Гидромусковит (K,Na,H₃O)₄Al[OH]·Si₃O₁₀			
d, A°	I	d, A°	I	d, A°	I
7,38	9	9,98	8	1,994	10
4,604	7	5,02	8	1,715	2
3,695	10	4,51	6	1,648	8
2,463	9	3,62	8	1,505	8
2,098	3	3,34	10	1,416	2
1,724	4	3,09	8	1,380	2
1,528	10	2,89	8	1,350	6
1,306	6	2,59	10	1,336	6
1,047	1	2,470	6	1,296	6
0,992	4	2,390	8	1,245	4
0,882	4	2,27	4		
0,762	1	2,18	4		
0,727	1	2,135	8		

27. Волластонит $\text{CaO}\cdot\text{SiO}_2$				28. Форстерит $2\text{MgO}\cdot\text{SiO}_2$			
d, A°	I	d, A°	I	d, A°	I	d, A°	I
3,88	5	1,471	6	5,137	3	1,787	2
3,51	4	1,448	5	4,703	1	1,741	10
3,30	8	1,385	1	4,277	2	1,666	7
3,08	4	1,355	6	4,030	1	1,630	8
2,963	10	1,329	2	3,875	7	1,614	8
2,804	1	1,262	3	3,724	4	1,58	1
2,706	3	1,21	3	3,47	5	1,565	6
2,635	3	1,17	5	3,33	3	1,532	5
2,460	4	1,136	2	(3,027)	3	1,494	8
2,326	5			2,975	4	1,475	9
2,246	4			(2,753)	9	1,437	2
2,165	6			(2,692)	4	1,392	8
2,004	4			(2,497)	10	1,347	9
1,974	2			2,441	10	1,312	8
1,865	3			(2,385)	1	1,292	5
1,817	5			2,336	2	1,254	3
1,743	4			2,250	9	1,240	3
1,705	7			2,152	6	1,224	4
1,615	2			2,019	3	1,188	5
1,594	6			(1,927)	6	1,165	5
1,522	4			1,869	2		

29. Оливин $2(\text{MgFe})\text{O}\cdot\text{SiO}_2$				30. Силлиманит $\text{Al}_2\text{O}_3\cdot\text{SiO}_2$			
d, A°	I	d, A°	I	d, A°	I	d, A°	I
4,87	4	1,857	2	5,14	4	1,551	4
4,21	2	1,793	2	3,32	10	1,498	9
3,94	2	1,734	8	2,86	5	1,429	7
3,79	6	1,664	4	2,63	6	1,403	4
3,44	4	1,625	5	2,49	7	1,377	4
(3,08)	4	1,605	5	2,38	5	1,323	7
2,97	4	1,575	2	2,24	4	1,294	2
(2,82)	2	1,498	7	2,16	8	1,267	6
(2,73)	8	1,468	7	2,07	6	1,242	6
2,49	10	1,429	2	1,991	2	1,227	2
2,41	8	1,386	6	1,948	2	1,204	4
2,33	2	1,343	6	1,853	6	1,174	4
2,24	7	1,308	6	1,798	5	1,136	4
2,14	4	1,289	2	1,758	4	1,114	4
2,02	2	1,185	2	1,677	7	1,087	7
(1,928)	4	1,167	2	1,579	7	1,049	2

31. Альбит $\text{Na}_2\text{O}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 6\text{SiO}_2$				32. Лейцит $\text{K}_2\text{O}\cdot\text{Al}_2\text{O}_4\cdot 4\text{SiO}_2$			
d, A°	I	d, A°	I	d, A°	I	d, A°	I
(4,58)	1	1,821	3	9,3	2	(1,91)	1
4,11	6	1,799	5	5,8	6	1,859	1
3,81	2	1,777	1	5,3	7	(1,839)	1
3,70	3	1,745	3	4,75	4	(1,790)	0,5
(3,55)	5	1,714	4	3,98	2	1,78	4
3,40	1	1,663	3	(3,773)	2	1,723	5
3,21	10	1,581	2	(3,600)	3	1,659	9
2,955	6	1,567	2	3,432	9	1,627	5
2,862	2	1,528	3	3,252	10	1,581	4
2,641	2	1,500	4	(3,127)	1	1,530	4
2,554	4	1,452	5	2,906	6	1,476	6
2,446	4	1,425	4	2,809	7	1,440	4
2,396	2			2,625	4	1,408	4
2,311	4			2,485	1	1,377	6
2,177	1			2,365	6	1,352	4
2,116	4			2,308	1	1,322	6
2,080	4			2,148	1	1,301	5
2,013	3			2,122	5	1,291	4
1,974	4			2,053	2	1,272	3
1,887	3			2,006	1	1,245	8
1,846	5			1,927	0,5	1,207	3

33. Кордиерит $2\text{MgO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 5\text{SiO}_2$				34. Флогопит $\text{K}_2\text{O}\cdot 6\text{MgO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 6\text{SiO}_2\cdot 2\text{H}_2\text{O}$			
d, A°	I	d, A°	I	d, A°	I	d, A°	I
8,54	10	2,17	4	3,69	6	1,67	10
4,91	6	2,10	6	3,36	10	1,643	1
4,66	4	2,02	4	3,14	6	1,61	1
4,09	8	1,936	5	2,909	8	(1,576)	1
3,37	8	1,872	6	(2,777)	4	1,531	10
3,13	8	1,853	2	2,615	8	(1,503)	4
3,07	2	1,798	6	2,515	8	(1,470)	2
2,85	6	1,685	7	2,425	8	(1,434)	2
2,64	4	1,650	4	2,170	10	1,397	1
2,51	6	1,588	6	2,006	10	1,362	10
2,42	6	1,488	6	1,910	2	1,324	6
2,34	2	1,457	4	(2,841)	4	1,307	6
2,28	4	1,444	4	1,741	2	1,294	2
2,23	4	1,398	4	(1,688)	2	(1,265)	1

35. Хлорит $Mg_5Al[AlSi_3O_{10}] \cdot (OH)_8$				36. Гидрослюда $K<Al_2[OH]_2(AlSi_3O_{10})nH_2O$			
d, A°	I	d, A°	I	d, A°	I	d, A°	I
13,85	10	1,419	1	6,7	3	1,822	1
7,01	8	1,320	2	5,6	1	1,683	2
4,69	8	1,296	2	(4,85)	2	(1,638)	4
(3,907)	3			4,41	7	1,612	1
3,533	8			4,08	1	1,538	1
(3,109)	0,5			3,75	2	1,484	10
2,831	6			3,223	4	(1,418)	2
2,648	5			2,832	2	(1,354)	2
2,546	6			(2,803)	3	1,321	2
2,400	6			(2,686)	1	1,282	5
2,243	0,5			2,545	8	1,259	3
2,017	4			2,441	4	1,234	5
(1,743)	0,5			2,351	3	1,176	1
1,698	1			2,227	1	1,168	1
1,668	1			(2,184)	2	1,140	1
1,537	9			2,104	4	1,112	1
1,502	2			1,971	3		
1,467	0,5			1,848	1		

37. Иллит $K<(Al,Fe)_2[OH]_2(AlSi_3O_{10})nH_2O$				38. Биотит $K(Fe,Mg)_3[OH]_2(Al,Fe)Si_3O_{10}$			
d, A°	I	d, A°	I	d, A°	I	d, A°	I
9,98	8	1,64	6	10,00	10	2,002	4
4,97	4	1,50	8	4,60	3	1,909	2
4,47	8	1,38	4	4,23	2	1,869	1
4,11	2	1,34	2	3,70	0,5	1,810	2
3,70	2	1,29	6	3,53	0,5	1,741	1
3,40	6	1,24	4	3,34	10	1,716	2
3,31	2			3,02	0,5	1,672	6
3,20	4			2,80	0,5	1,541	8
2,98	2			2,73	2	1,524	2
2,84	8			2,63	8	1,501	1
2,56	4			2,51	3	1,476	2
2,44	6			2,44	6	1,463	0,5
2,38	6			2,31	1	1,435	2
2,24	4			2,27	2	1,363	4
2,18	4			2,23	1	1,330	3
2,11	6			2,175	4	1,313	3
1,98	4			2,119	0,5		

39. Магнезит MgCO₃				40. Сидерит FeCO₃			
d, A°	I	d, A°	I	d, A°	I	d, A°	I
3,53	2	1,336	7	(3,956)	1	1,355	4
(3,020)	0,5	1,249	3	3,592	6	1,282	2
2,737	10	1,237	2	3,330	1	1,227	2
2,500	5	1,200	2	(3,077)	3	1,199	3
2,316	4	1,189	5	2,791	10	1,176	2
2,101	9	1,156	1	2,572	1	1,127	2
1,935	6			2,348	6	1,087	6
(1,871)	2			2,135	7	1,071	4
1,766	2			1,966	6		
1,697	10			(1,913)	2		
1,549	0,5			1,799	5		
1,503	3			1,733	9		
1,485	5			1,527	2		
1,47	1			1,505	4		
1,404	5			1,426	4		
1,367	1			1,396	1		
1,352	6			1,377	1		

41. Кальцит CaCO₃				42. Доломит CaCO₃·MgCO₃			
d, A°	I	d, A°	I	d, A°	I	d, A°	I
3,849	2	1,014	2	4,46	1	1,564	1
3,339	4	0,984	2	4,10	3	1,543	3
3,029	10	0,965	1	3,683	2	1,464	2
2,49	4	0,943	1	3,174	3	1,439	1
2,27	6			2,883	10	1,433	3
2,10	7			2,664	2	1,388	1
1,92	6			2,531	1	1,335	3
1,87	8			2,461	1	1,296	2
1,602	7			2,402	2	1,269	2
1,52	5			2,229	1	1,238	3
1,437	5			2,191	5	1,167	4
1,355	4			2,062	2	1,145	2
1,295	1			2,015	4	1,124	4
1,178	2			1,841	1	1,110	5
1,149	3			1,785	5		
1,044	3			1,768	3		

43. Нонтронит $(\text{Fe}^{3+}, \text{Fe}^{2+}, \text{Mg}, \text{Al})_2\text{O}_3 \cdot 4\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O} \cdot m\text{H}_2\text{O}$				44. Диаспор $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$			
d, Å	I	d, Å	I	d, Å	I	d, Å	I
14,7	7-8	1,618	0,5	4,58	3	1,475	7
4,93	1	1,500	2	3,92	10	1,42	6
4,48	3	1,462	0,5	3,21	2	1,365	6
4,26	0,5	1,409	0,5	2,81	2	1,33	4
2,72	0,5	1,345	0,5	2,53	8	1,28	4
2,571	1-2	1,284	0,5	2,295	10	1,24	4
2,476	1-2	1,236	0,5	2,11	10	1,20	4
2,267	0,5			2,06	9	1,17	5
2,046	0,5			1,90	1		
1,859	1			1,80	5		
1,795	0,5			1,705	5		
1,701	0,5			1,62	10		
1,657	0,5			1,525	2		

45. Бемит $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$				46. Гидраргиллит $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$			
d, Å	I	d, Å	I	d, Å	I	d, Å	I
6,92	10	1,435	2	4,185	12	1,405	18
6,06	10	1,385	5	3,97	12	1,363	16
3,30	6	1,31	8	3,45	18	1,32	8
3,14	10	1,225	1	3,09	7	1,284	12
2,94	2	1,21	1	2,96	10	1,215	4
2,60	4	1,18	4	2,49	4	1,18	14
2,41	6	1,16	4	2,27	20	1,151	10
2,33	10	1,13	5	2,14	9	1,115	8
2,05	5	1,12	2	2,06	9	1,095	8
1,99	3	1,04	4	1,95	12	1,061	6
1,84	10	1,03	4	1,91	12	1,002	8
1,77	4	0,98	1	1,85	9	0,978	6
1,66	6	0,95	4	1,735	10		
1,61	3	0,93	3	1,685	10		
1,53	5	0,925	4	1,625	10		
1,45	8	0,911	4	1,52	10		

47. Лимонит Fe₂O₃·H₂O				48. Гематит α - Fe₂O₃·H₂O			
d, A°	I	d, A°	I	d, A°	I	d, A°	I
5,165	1	1,69	4	3,65	3	1,101	2
4,58	1	1,665	4	2,694	10	1,054	3
4,15	9	1,605	4	2,513	10		
3,73	1	1,565	9	2,438	3		
3,40	2	1,515	6	2,303	6		
2,965	2	1,46	8	1,842	7		
2,685	10	1,405	2	1,692	8		
2,59	2	1,40	3	1,481	7		
2,445	10	1,36	5	1,455	7		
2,35	1	1,315	5	1,353	3		
2,245	4	1,29	2	1,308	2		
2,19	8	1,265	2	1,258	3		
2,00	1	1,20	2	1,224	2		
1,92	2	1,15	4	1,188	7		
1,806	2	1,145	4	1,161	7		
1,72	9	1,125	6	1,141	3		

49. Гетит HFeO₂				50. Муллит 3Al₂O₃·SiO₂			
d, A°	I	d, A°	I	d, A°	I	d, A°	I
5,0	2	1,769	1	5,4	7	1,401	4
(4,6)	4	1,72	7	3,76	3	1,326	4
4,18	10	1,685	3	3,39	10	1,268	5
3,36	3	1,656	2	2,88	3	1,24	4
(2,98)	2	1,600	3	2,70	6	1,22	2
2,69	8	1,563	5	2,54	7	1,191	2-6
2,57	2	1,507	4	2,42	4	1,15	2
2,47	2	1,473	4	2,28	3	1,12	2
2,45	9	1,45	5	2,20	7	1,097	3
2,25	3	1,42	2	2,11	5	1,06	2
2,18	5	1,391	2	2,00	2	1,008	2
2,09	1	1,359	3	1,88	4	0,988	4
2,00	1	1,343	1	1,84	4	0,947	3
1,91	2	1,317	3	1,699	5	0,925	2
1,80	4	1,231	2	1,600	5	0,893	2
		1,268	2	1,520	7		
		1,259	1	1,444	5		

51. Диопсид CaO·MgO·2 SiO₂				52. Тремолит 2 CaO·5 MgO· 8 SiO₂·H₂O			
d, A°	I	d, A°	I	d, A°	I	d, A°	I
4,99	1	2,006	10	3,465	1	1,503	8
4,156	1	1,968	1	3,362	2	1,464	1
3,413	2	1,835	1	3,265	2	1,438	10
(3,33)	2	1,754	1	3,12	6	1,362	4
3,231	5	1,673	1	2,926	2	1,336	3
2,992	10	1,658	1	2,710	8	1,311	2
2,991	3	1,624	4	2,567	5	1,293	5
2,894	4	1,617	4	2,518	5	1,276	1
2,566	2			2,392	1	1,229	1
2,524	6			2,327	4	1,16	3
2,518	6			2,285	1	1,125	1
2,301	2			2,161	3	1,107	1
2,215	1			2,014	4	1,085	1
2,198	1			1,869	2	1,076	2
2,156	1			1,813	2	1,047	9
2,133	2			1,745	1	1,028	4
2,108	1			1,683	2	1,007	3
2,042	2			1,646	4	0,981	5
2,014	1			1,538	2	0,975	1

53. Галлуазит Al₂O₃·2 SiO₂·4 H₂O		54. Корунд Al₂O₃			
d, A°	I	d, A°	I	d, A°	I
10,4	8	(3,823)	1	1,146	3
9,7	7	3,435	3	1,125	2
7,36	2	2,805	2	1,098	2
(4,87)	4	2,613	2	1,079	2
4,41	10	2,543	6	1,043	3
3,62	6	2,374	4	0,995	5
2,82	2	2,294	4	0,933	2
2,57	7	2,081	9	0,904	4
2,390	3	1,916	2	0,854	3
2,227	2	1,765	3	0,843	2
(1,842)	2	1,738	5	0,828	3
1,685	4	1,599	10	0,806	2
(1,635)	4	1,545	2	0,796	3
1,483	10	1,513	5	0,761	2
(1,411)	1	1,401	6	0,719	2

55. Цинцит ZnO				56. Рутил TiO ₂			
d, A°	I	d, A°	I	d, A°	I	d, A°	I
(3,091)	4	1,066	5	3,598	3	1,149	2
2,792	9	1,043	7	3,242	9	1,093	4
2,594	8	1,017	5	2,750	1	1,082	2
2,459	10	0,987	5	2,488	8	1,041	5
2,194	2	0,980	8	2,294	2	0,963	3
1,901	8	0,957	3	2,189	7	0,903	2
(1,798)	5	0,940	6	2,053	3	0,888	4
1,623	10	0,908	10	1,870	4	0,875	5
1,524	5	0,883	8	1,800	2	0,841	3
1,357	7	0,870	2	1,689	10		
1,305	4	0,857	2	1,624	8		
1,239	5	0,839	8	1,537	1		
(1,210)	2	0,827	5	1,482	3		
1,182	3	0,814	7	1,453	4		
(1,15)	1			1,362	6		
(1,126)	3			1,347	3		
1,094	8			1,169	2		

57. Касситерит SnO ₂				58. Гипс двухводный CaSO ₄ ·2 H ₂ O			
d, A°	I	d, A°	I	d, A°	I	d, A°	I
3,688	1	1,213	6	(4,77)	2	1,951	1
3,333	5	1,182	2	4,35	8	1,890	9
2,904	1	1,153	5	3,815	5	1,807	8
2,631	5	1,139	1	(3,388)	4	1,774	8
2,359	3	1,115	5	(3,175)	1	1,659	2
(1,937)	1	1,090	6	3,074	10	1,616	5
(1,847)	8	1,079	7	2,895	7	(1,580)	3
1,758	5	1,059	6	2,790	1	1,526	4
1,670	3	1,045	5	2,690	8	1,503	2
1,584	1	1,035	3	2,608	2	1,455	1
(1,559)	1			2,494	1	1,433	3
1,495	5			(2,446)	1	(1,399)	1
1,435	4			(2,294)	3	1,362	7
1,410	5			2,213	6	1,338	6
1,335	1			2,145	1	(1,324)	6
1,320	3			(2,075)	9	(1,300)	1
				1,993	1	1,275	5

59. β-CaSO₄ ангидрит (нерастворимый, при- родный)				60. Полевой шпат калиевый $K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6 SiO_2$, адуляр (низко- температурная разновидность ор- токлаза)			
d, A°	I	d, A°	I	d, A°	I	d, A°	I
3,89	1	1,52	4	4,68	2	1,643	1
3,49	10	1,487	4	4,21	6	1,622	2
3,11	1	1,42	4	3,94	1	1,589	1
2,85	8	1,395	4	3,77	4	1,565	2
2,46	2	1,360	1	3,61	2	1,592	2
2,32	6	1,318	5	3,48	2	1,510	2
2,26	1	1,296	3	3,313	10	1,490	6
2,20	6	1,275	5	3,227	8	1,474	1
2,08	3	1,215	3	2,995	4	1,447	2
1,99	3	1,197	1	2,901	2	1,435	2
1,93	2	1,163	5	2,763	2	1,422	1
1,860	7	1,003	6	2,560	6	1,402	2
1,74	6			2,378	2	1,381	2
1,64	8			2,718	1	1,345	1
1,59	2			1,690	1	1,334	2
1,56	3			1,671	1	1,312	1

61. Ортоклаз $K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6 SiO_2$			
d, A°	I	d, A°	I
5,86	6	1,991	6
4,25	2	1,908	6
4,02	3	1,857	6
3,80	9	1,820	7
3,493	8	1,774	7
3,331	2	1,728	7
3,183	7	1,686	3
2,995	10	1,595	6
2,929	7	1,568	6
2,831	7	1,534	6
2,645	6	1,493	6
2,534	6	1,454	8
2,47	7	1,423	6
2,390	6	1,373	7
2,286	7		
2,130	4		
2,097	7		

Указатель минералов в приложении

Название вещества	Формула	Страница
1. Адуляр	$K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6 SiO_2$	34
2. Алит	$54CaO \cdot 16SiO_2 \cdot Al_2O_3 \cdot MgO$	21
3.Алюминат трехкальциевый	$3 CaO \cdot Al_2O_3$	21
4. Алюмоферрит четырехкальциевый	$4 CaO \cdot Al_2O_3 \cdot Fe_2O_3$	21
5. Анортит	$CaO \cdot Al_2O_3 \cdot 2 SiO_2$	20
6. Анатаз	TiO_2	19
7. Альбит	$Na_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6 SiO_2$	27
8. Ангидрит	$CaSO_4 \cdot 2H_2O$	34
9. Бадделеит	ZrO_2	19
10. Бемит	$Al_2O_3 \cdot H_2O$	30
11. Биотит	$K(Fe,Mg)_3[OH]_2(Al,Fe)Si_3O_{10}$	28
12. Волластонит	$CaO \cdot SiO_2$	26
13. Галлуазит	$Al_2O_3 \cdot 2 SiO_2 \cdot H_2O$	34
14. Гематит	$\alpha - Fe_2O_3$	31
15. Гетит	$HFeO_2$	31
16. Гидраргиллит	$Al_2O_3 \cdot 3H_2O$	30
17. Гидромусковит	$(K,Na,H_3O)_4Al[OH]_2 \cdot S_3O_{10}$	25
18. Гидрослюда	$K < Al_2[OH]_2(AlSi_3O_{10})nH_2O$	28
19. Гипс двухводный	$CaSO_4 \cdot 2 H_2O$	33
20. Диаспор	$Al_2O_3 \cdot H_2O$	30
21. Диопсид	$CaO \cdot MgO \cdot 2 SiO_2$	32
22. Доломит	$CaCO_3 \cdot MgCO_3$	29
23. Иллит	$K < (Al,Fe)_2[OH]_2(AlSi_3O_{10})nH_2O$	28
24. Кальция оксид	CaO	22
25. Кальция гидроксид	$Ca(OH)_2$	22
26. Кальцит	$CaCO_3$	29
27. Каолинит	$Al_2O_3 \cdot 2 SiO_2 \cdot H_2O$	24
28.Касситерит	SnO_2	33
29. Кордиерит	$2 MgO \cdot Al_2O_3 \cdot 5 SiO_2$	27
30. Корунд	Al_2O_3	32
31. β - кварц	SiO_2	23
32. α - кристобаллит	SiO_2	23
33. β - кристобаллит	SiO_2	23
34. Ларнит	$\beta - 2 CaO \cdot SiO_2$	21
35. Лейцит	$K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6 SiO_2$	27
36. Лимонит	$Fe_2O_3 \cdot H_2O$	31
37. Магния оксид	MgO	22
38.Магния гидроксид	$Mg(OH)_2$	22

39. Магнезит	$MgCO_3$	29
40. Мелилит	$Ca_2MgSi_2O_7$	20
41. Микроклин	$K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6 SiO_2$	20
42. Монтмориллонит	$Al_2O_3 \cdot 4 SiO_2 \cdot H_2O \cdot mH_2O$	24
43. Муллит	$3Al_2O_3 \cdot 2 SiO_2$	31
44. Мусковит	$KAl_2(OH)_2Si_3AlO_{10}$	24
45. Нефелин	$Na_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 2 SiO_2$	20
46. Нонтронит	$(Fe^{3+}, Fe^{2+}, Mg, Al)_2O_3 \cdot 4SiO_2 \cdot H_2O \cdot mH_2O$	30
47. Оливин	$2 (Mg, Fe)O \cdot SiO_2$	26
48. Ортоклаз	$(K, Na)_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6 SiO_2$	34
49. Пирофиллит	$Al(OH)Si_2O_5$	25
50. Рутил	TiO_2	33
51. Серпентин	$Mg_6[OH]_8(Si_4O_{10})$	25
52. Сидерит	$FeCO_3$	29
53. Силиманит	$Al_2O_3 \cdot SiO_2$	26
54. Тальк	$3 MgO \cdot 4 SiO_2 \cdot H_2O$	25
55. Тремолит	$2 CaO \cdot 5 MgO \cdot 8 SiO_2 \cdot H_2O$	32
56. α - тридимит	SiO_2	23
57. Флогопит	$KMg_3(OH)_2Si_3AlO_{10}$	27
58. Форстерит	$2 MgO \cdot SiO_2$	26
59. Хлорит	$Mg_5Al[Al, Si_3O_{10}](OH)_8$	28
60. Цинкит	ZnO	33
61. Эттрингит	$3 CaO \cdot Al_2O_3 \cdot 3CaSiO_4 \cdot 32 H_2O$	19

ЛИТЕРАТУРА

1. Горелик С.С., Скаков Ю.А., Расторгуев Л.Н. рентгенографический и электронно-оптический анализ.- М.: «МИСИС».-2002 – 360 с.
2. Зубехин А.П., Страхов В.И., Чеховский В.Г. Физико-химические методы исследования тугоплавких неметаллических и силикатных материалов. - СПб.: "Синтез", -1995.-190 с.
3. Михеев В.И. Рентгенометрический определитель минералов. -М.: Гос.технико - теоретич.изд-во, -1959.-868 с.
4. Гиллер Я.Л. Таблицы межплоскостных расстояний.-М.: Изд-во "Недра", - 1966.-180 с.
5. Горшков В.С., Тимашев В.В., Савельев В.Г. Методы физико-химического анализа вязущих веществ. -М.: Высш.школа,- 1981.- 335 с.
6. Миркин Л.И. Рентгеноструктурный анализ: Справочное руководство. - М.: Наука, - 1976. - 863 с.
7. Ковба Л.М., Трунов В.К. Рентгенофазовый анализ.- М.: МГУ,-1976. - 232 с.
8. Рентгенография. Спецпрактикум / Под. общ.ред. А.А.Кацнельсона.- М.: Изд-во Моск.ун-та, - 1986.- 240 с.

Методические указания «**РЕНТГЕНОФАЗОВЫЙ АНАЛИЗ**» к выполнению лабораторных и самостоятельных работ по курсу «Физическая химия тугоплавких неметаллических и силикатных материалов» «Физика и химия твердого тела», «Химическая технология тугоплавких неметаллических и силикатных материалов» для студентов специальности 240304 «Химическая технология тугоплавких неметаллических и силикатных материалов» и магистрантов направления 240100 «Химическая технология и биотехнология»

Составители: д.т.н., профессор Т.А.Хабас
д.т.н., доцент Т.В.Вакалова
к.т.н., доцент А.А.Громов
к.т.н. Кулинич Е.А.

Для заметок

