

пределам уровней воздействия рентгеновского излучения, установленным национальным законодательством.

ПРОВЕРКА ПРИГОДНОСТИ ПРИБОРА (ЮСТИРОВКА)

Оптико-механическая система рентгеновского порошкового дифрактометра требует точной настройки (юстировки) и периодической проверки с использованием сертифицированных стандартных образцов. Минимизация систематических ошибок и оптимизация интенсивности дифрагируемых лучей, регистрируемых детектором, напрямую зависят от точности настройки и определяют качество результатов исследования методом порошковой дифрактометрии. Данную работу должен проводить только высококвалифицированный инженер-специалист.

ПРОБОПОДГОТОВКА

Для получения хороших рентгенограмм для съемки по методу «порошка» необходима тщательная подготовка образцов. Тонко измельченный порошок, который является поликристаллическим телом, набивают в капилляр диаметром 0,5 – 1 мм или насыпают и фиксируют в углублении специальной кюветы из кварцевого стекла (при съемке в дифрактометре).

Для фиксации образца в кювете достаточно простого придавливания: можно применять органические клеи (БФ, цапонлак и т.д.), а также обычные технические масла. Кроме того, порошок можно спрессовать и применить для съемки в виде таблетки диаметром до 25 мм.

Важным фактором, определяющим чувствительность метода, является размер кристаллов 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). Оптимальный размер кристаллов составляет около 5 – 10 мкм. Вместе с тем в некоторых случаях нельзя сильно перетирать пробу, так как сильное воздействие (особенно с