

Н. А. ШИШАКОВ

**О СТАНДАРТНЫХ ВЕЩЕСТВАХ ДЛЯ ТОЧНЫХ ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ ЭЛЕКТРОНОГРАФИИ**

(Представлено академиком С. И. Вавиловым 4 V 1937)

При необходимости точных определений междусетчатых расстояний в кристаллах по электронограммам самое существенное затруднение состоит в том, что ускоряющие напряжения, знание коих требуется для вычисления длин волн, обычно не удается измерять с достаточной точностью. Именно поэтому обычно оставляют заботу об измерениях напряжений, а длины волн стараются определять при помощи диффракционных картин от каких-либо веществ, структура которых заранее точно известна. Такие стандартные вещества либо примешиваются к исследуемому объекту, в результате чего получаются две накладывающиеся друг на друга картины, либо приходится делать последовательно во времени два отдельных снимка, по одному из которых и определяется длина волны. Недостаток второго метода связан с колебаниями напряжения в сети, особенно заметными в часы больших нагрузок в городе. Именно поэтому в свое время автором совместно с Татариновой<sup>(1)</sup> и был предложен метод одновременной диффракции при отражении электронов от двух различных объектов.

Способ подмешивания стандартного вещества также свободен от указанного недостатка, но связан зато с другими затруднениями. При наложении двух картин некоторые линии обоих веществ располагаются настолько близко друг от друга, что становятся неотличимыми, и для нужных определений приходится довольствоваться лишь немногими изолированными линиями; поэтому первым требованием к стандартному веществу должно быть требование как можно меньшего количества линий.

Чаще всего в качестве стандартного вещества берут золото, очевидно имея в виду высокую симметрию его кристаллов и сравнительную легкость приготовления тонких золотых пленок. Этот выбор приходится признать не вполне удачным. В самом деле, согласно недавней работе Ридмиллера<sup>(2)</sup> длина ребра элементарного куба очень малых кристаллов золота может значительно отличаться от соответствующей величины у нормальных кристаллов. В его опытах с пленками золота эта разница составляла 0.8%; поэтому при выборе стандартного вещества приходится требовать также и неизменности параметров решетки при переходе к очень малым размерам кристаллов.

От этого свойственного золоту, серебру и никелю<sup>(2)</sup> недостатка повидимому свободен хлористый натрий, константа решетки которого, кстати

сказать, известна с большой точностью. Действительно, пользуясь им, как стандартным веществом, я получил в свое время весьма точные, совпадающие с хорошими рентгенографическими данными результаты при работе с окисью железа  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  (3) и с магнием (1), а также хорошие численные результаты, находящиеся в согласии с современными литературными данными, при работе с двухмерными кристаллами  $\text{Si}_2\text{O}_5$  (1). Однако хлористый натрий обладает другим недостатком. Получающиеся при высыхании капли раствора его кристаллы имеют сильно колеблющиеся от случая к случаю величины, а кроме того они бывают часто совсем неравномерно распределены по целлюлоидной подложке. Получение отчетливых тонких линий дается не сразу. Поэтому представлялась бы также желательной и простота манипуляций при работе со стандартными веществами.

Наилучшим на сей день веществом, которое повидимому удовлетворяет всем этим трем требованиям, я считаю вышеозначенные двухмерные кристаллы  $\text{Si}_2\text{O}_5$ . Согласно моим расчетам они имеют вид гексагональных сеток с параметром  $a = 5.161 \text{ \AA}$  (точность около 0.3%). Даваемые ими кольца весьма немногочисленны. Наиболее интенсивные линии имеют следующие индексы ( $hk$ ): (10), (11), (12), (30), (22) и (31). Следующие линии имеют «брегговские» расстояния меньше  $1.25 \text{ \AA}$  и большого интереса не представляют, равно как и слабая линия (20). Колебания вышеуказанного параметра в зависимости от величины кристаллов вряд ли возможны, — по крайней мере в случае двухмерных кристаллов самого разнообразного происхождения таких колебаний мной не наблюдалось. Самым важным в работе с двухмерными кристаллами является необыкновенная легкость их получения. Для этого достаточно взять кашлю тонкой суспензии какого-либо каолина или глины, по возможности не содержащей железа, и, нанеся ее на целлюлоидную пленку, высушить. Полученный на целлюлоиде слегка мутноватый слой всегда оказывается идеально равномерным. Опасения, что такой слой мог бы дать диффракцию от моноклинической решетки самого глинистого минерала, совершенно излишни. В многочисленных моих опытах со скоростями электронов от 12 до 50 kV эти решетки даже при самых коротких экспозициях никогда не сохраняли своей целостности после действия электронов и неизменно давали лишь ничтожное количество линий, принадлежащих именно двухмерным кристаллам  $\text{Si}_2\text{O}_5$ , являющимся несомненно продуктами разрушения кристаллов глинистых минералов. Следует подчеркнуть, что при небольшом навыве легко удается добиться диффракционных картин от глин с ничтожным фоном. Такие целлюлоидные пленки со слоем глины при употреблении их в качестве подложек и могли бы во многих случаях облегчить задачу точных измерений при электронной диффракции.

Коллоидо-электрохимический институт.  
Академия Наук СССР.  
Москва.

Поступило  
4 V 1937.

#### ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

- <sup>1</sup> Н. А. Шишаков и Л. И. Татарина, *Nature*, **133**, 686 (1934); ДАН, **2**, 164 (1934). <sup>2</sup> R. Riedmiller, *ZS. f. Phys.*, **102**, 408 (1936). <sup>3</sup> Н. А. Шишаков, ДАН, **1**, 458 (1935).