

АКАДЕМИЯ НАУК
СОЮЗА СОВЕТСКИХ СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ РЕСПУБЛИК

известия института
по изучению платины
и других благородных металлов

(основаны Л. А. ЧУГАЕВЫМ в 1918 г.)

под редакцией
Н. С. КУРНАКОВА и О. Е. ЗВЯГИНЦЕВА

Выпуск 12

ANNALES
DE L'INSTITUT DU PLATINE
ET DES AUTRES MÉTAUX PRÉCIEUX
(Fondées par L. ČUGAJEV en 1918)

Rédigées par N. KURNAKOV et O. ZVIAGINCEV

Livraison 12

ЛЕНИНГРАД
ИЗДАТЕЛЬСТВО АКАДЕМИИ НАУК СССР
1935

Напечатано по распоряжению Академии Наук СССР
Декабрь 1984 г.

Непременный секретарь академик *В. Волин*

Редакторы издания Н. С. Курнаков и О. Е. Звягинцев

Технический редактор Е. Г. Доскач.—Ученый корректор М. И. Коровин

Сдано в набор 5 ноября 1984 г.—Подписано к печати 16 декабря 1984 г.

192 стр. + 10 вклейк

Формат бум. 72×110 см. — $13\frac{3}{8}$ печ. л. — 47936 тип. зн. в л. — Тираж 1175
Ленгорлит № 33477. — АНИ № 326. — Заказ № 489

Типография Академии Наук СССР. В. О., 9 линия, 12

СОДЕРЖАНИЕ

ПЕРВЫЙ ОТДЕЛ

	Стр.
О. Е. Звягинцев и Б. К. Бруновский. Об осмистом иридии. Статья 3-я (9 фотогр., 2 фиг.)	5
В. А. Немилов и Н. М. Воронов. О сплавах платины с сурьмой (12 фотогр., 4 фиг.)	17
В. А. Немилов и Н. М. Воронов. О сплавах платины с родием (12 фотогр., 5 фиг.)	27
О. Е. Звягинцев и Б. К. Бруновский. О сплавах родия с медью (12 фотогр., 6 фиг.)	37
В. В. Лебединский. Об аммиачных соединениях родия (4 фиг.)	67
В. В. Лебединский и В. С. Волков. О соединениях родия с тиомочевиной	79
В. В. Лебединский и И. А. Федоров. О соединениях родия с ацетонитрилом	87
В. В. Лебединский, Е. С. Шапиро и Н. П. Насаткина. О соединениях иридия с тиомочевиной	98
И. И. Черняев и А. М. Рубинштейн. О взаимодействии пиридина с солями Клеве и Жерара (9 фиг.)	108
И. И. Черняев и А. М. Рубинштейн. О триаминосульфате Стромгольма	115
А. А. Гринберг, В. М. Шульман и С. И. Хорунженков. Об электропроводности комплексных соединений палладия (4 фиг.)	119
А. А. Гринберг и Б. В. Птицын. Потенциометрическое титрование платины и иридия (16 фиг.)	133
Б. Г. Карпов, С. Е. Красиков и А. Н. Федорова. Анализ аффинированного осмия (1 фиг.)	159
Б. Г. Карпов и А. Н. Федорова. Анализ плавленной платины	168
 ВТОРОЙ ОТДЕЛ	
В. М. Гольдшмидт и К. Петерс. К геохимии благородных металлов. Перевод с немецкого О. Е. Звягинцева	169

TABLE DES MATIÈRES

PREMIÈRE SECTION

	Pag.
O. E. Zviagincev et B. K. Brunovskij. Sur l'osmium iridique. Art. III (av. 9 phot. et 2 fig.)	5
V. A. Nemilov et N. M. Voronov. Sur les alliages platine-antimonium (av. 12 phot. et 4 fig.)	17
V. A. Nemilov et N. M. Voronov. Sur les alliages platine-rhodium (av. 12 phot. et 5 fig.)	27
O. E. Zviagincev et B. K. Brunovskij. Sur les alliages rhodium-cuivre (12 phot. et 6 fig.)	37
V. V. Lebedinskij. Sur les combinaisons ammoniacales du rhodium (av. 4 fig.)	67
V. V. Lebedinskij et V. S. Volkov. Sur les combinaisons du rhodium avec thiourée	79
V. V. Lebedinskij et J. A. Fedorov. Sur les combinaisons du rhodium avec acetonitrile	87
V. V. Lebedinskij, E. S. Chapiro et N. P. Kasatkina. Sur les combinaisons du iridium avec thiourée	93
I. I. Černiajev et A. M. Rubinstein. Sur la réaction entre le phiridine et les sels de Gerard et de Cleve (av. 9 fig.)	108
I. I. Černiajev et A. M. Rubinstein. Sur le triammine-sulfate de Stromholm	115
A. A. Grünberg, V. M. Schulmann et S. I. Chorunzenkov. Sur la conductibilité électrique des combinaisons complexes de palladium (4 fig.)	119
A. A. Grünberg et B. V. Pticyn. Titration potentiométrique de platine et d'iridium (16 fig.)	133
B. G. Karpov, S. E. Krasikov et A. N. Fedorova. Analyse d'osmium raffiné (1 fig.)	159
B. G. Karpov et A. N. Fedorova. Analyse du platine fondu	163

DEUXIÈME SECTION

M. Goldschmidt et Cl. Peters. Contribution à la géochimie de metaux précieux.	
Traduit de l'allemand par O. E. Zviagincev.	169

ОТДЕЛ ПЕРВЫЙ

О. Е. ЗВЯГИНЦЕВ и Б. К. БРУНОВСКИЙ

ОБ ОСМИСТОМ ИРИДИИ

Статья III

РЕНТГЕНОГРАФИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ

Продолжая свое исследование осмистого иридия рентгенографическим методом,¹ мы перешли от изучения мелко-кристаллического материала по Дебай-Шереру к исследованию крупных кристаллов. В качестве объекта изучения были взяты хорошо образованные кристаллы, выбранные из большого количества материала, полученного из Миасского и Невьянского районов Уральской области. Внешний вид этих кристаллов был описан одним из нас в первой статье.² Для определения периода идентичности в направлении кристаллографических осей нами были получены диаграммы вращения для целого ряда кристаллов. Мы ожидали получить обычную картину от вращающихся кристаллов. На самом деле были получены диаграммы, которые все в основном схожи друг с другом. На фиг. 1 и 1а табл. I приведены два отпечатка таких диаграмм. Резко бросается в глаза сходство этих снимков с рентгенограммами, получаемыми от прокатанных и отожженных металлов, а также некоторых минералов с ярко выраженной фазер- или волокнистой структурой (*Faserstruktur*). В качестве иллюстрации на фиг. 2 (табл. I) и фиг. 3 (табл. II) приведены два снимка, из которых первый взят из работы И. Бема³ и представляет собою диаграмму вращения около фазер-оси („с“-ось) для коричневой стеклянной головы, а вторая — из работы В. Янзена⁴ и представляет диаграмму вращения для крупноволокнистого сферотипного пиролюзита. О замеченных нами явлениях уже кратко сообщалось одним из нас.⁵

¹ О. Е. Звягинцев и Б. К. Бруновский. Изв. Инст. по изуч. плат. и др. благор. мет., **9**, 1932, 49; *Zeitschr. f. Krist.*, **83**, 1932.

² О. Е. Звягинцев. Там же, 1932, 31; *Zeitschr. f. Krist.*, **83**, 1932.

³ J. Böhm. *Zeitsch. f. Krist.*, **68**, 1-28, 567.

⁴ W. Jansen. *Zeitsch. f. Krist.*, **85**, 1938, 8/4.

⁵ Известия Инст. по изуч. плат. и др. благор. мет., **10**, 1932, 18.

1. Исследование осмистого иридия по методу вращающегося кристалла

Этот метод, вообще говоря, мало применим для изучения фазерструктуры, так как образование „усов“ у пятен может происходить и от других причин, как например неудачная ориентировка кристалла, большие размеры его в направлении оси вращения при малых поперечных. Но все же внимательное рассмотрение полученных нами рентгенограмм вращений дало нам возможность сделать ряд заключений.

1. В хорошо образованных кристаллах осмистого иридия, с резко выраженным гранями, присутствуют внутри отдельные, случайно ориентированные относительно кристаллографических направлений большого кристалла, мелкие кристаллики того же осмистого иридия. На диаграммах это проявляется наличием сплошных Дебаевских колец, соответствующих линиям осмистого иридия.

2. Монокристалл по внешнему виду представляет собою на самом деле, по крайней мере в поверхностном слое, либо агрегат кристалликов, ориентированных почти параллельно кристаллографическим осям монокристалла, либо кристалл, раздробленный на отдельные блоки, повернутые друг относительно друга на некоторый угол. Доказательством этого служит наличие хвостов у пятен, расположенных на нулевой осевой линии. Что эти хвосты происходят именно от фазерструктуры, а не от неудачной ориентировки кристаллов, следует из того, что ряд пятен, отстоящих дальше от центрального пятна, обладают более короткими хвостами, чем пятна, ближе расположенные к нему. Сам же кристалл представляет собою небольшую лепешечку в несколько десятых мм толщиною, вследствие чего, при вращении около „с“-оси, должны получиться особо тонкие и четкие пятна. Из сравнения рентгенограмм вращения около осей „с“ и „а“ видно, что первые дают значительно больший угловой интервал колебаний единиц (блоков или кристалликов), слагающих большой кристалл. Если из длины хвостов на рентгенограмме вычислить возможные колебания кристаллических граней относительно строгой ориентировки, то получается величина около 3° .

Все снимки были получены с кристаллов с хорошо образованными внешними гранями при помощи медных лучей.

2. Исследование осмистого иридия по методу Лауз

Метод Лауз в монохроматических рентгеновых лучах является наиболее удобным и употребительным при изучении фазерструктуры. При этом получается возможность судить о явлениях, происходящих не только в поверхностном слое, но и внутри кристалла. Имевшиеся в нашем распоряжении кристаллы осмистого иридия были настолько толсты, что потребовали, даже при применении молибденового антикатода, чрезвы-

чайно длительной экспозиции. Однако для проверки первого из приведенных выше выводов, полученных при рассмотрении снимков от вращающихся кристаллов, можно было воспользоваться „белым“ излучением. Поэтому мы произвели съемку одного толстого „моноокристалла“, пользуясь вольфрамовым антикатодом. Снимок представлен на микрофот. 4 (табл. II). На нем отчетливо видны многочисленные беспорядочно разбросанные мелкие пятна, которые вызваны наличием неориентированных кристалликов внутри большого кристалла. Таким образом вывод 1, сделанный на основании снимков вращающихся кристаллов, полностью подтвержден. При индицировании пятен на этом снимке мы натолкнулись на затруднение — появление лишних пятен, о котором речь будет ниже.

Помимо хорошо образованных кристаллов в нашем распоряжении находились также листки, потерявшие кристаллический облик и являющиеся лепестками расщепления по спайности — параллельно базису. В такой форме осмистый иридий достаточно тонок, чтобы при сравнительно небольших экспозициях можно было получить четкую картину от молибденовых лучей. На фиг. 5 (табл. II) представлен снимок, полученный при просвечивании такого лепестка, и в табл. 1 дана его расшифровка.

Таблица 1

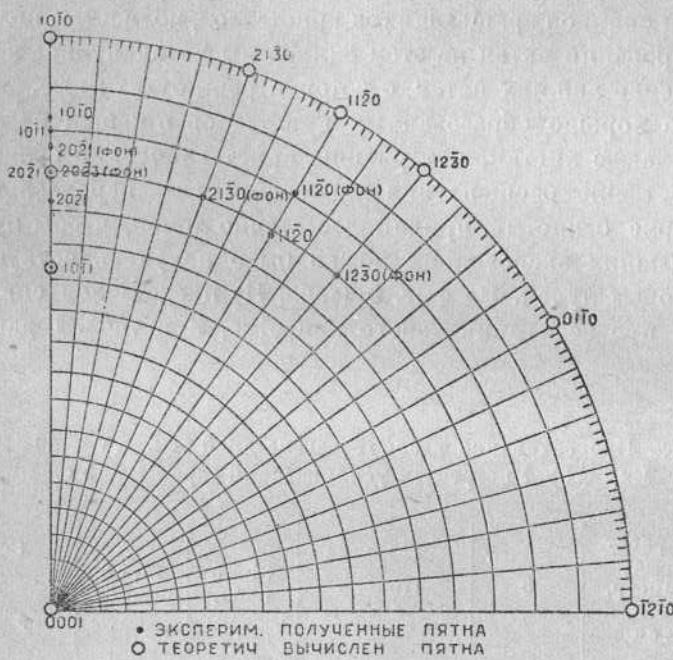
Mo — антикатод. Просвечивание вдоль гексагональной оси. KV — 40—45; mA — 15
Exp — 5h. Употреблен усиливающий экран D = 5 см

Интенсивн.	2r — расст. между симметр. пятн. в см	θ	Индекс	Sin ² θ набл.	Sin ² θ вычисл.	Сфер. коор.	
						ρ	φ
8	2.77	7°45'	β (100)	0.0182	0.0185		
10	3.16	8 45	(100)	0.0232	0.0235	81°14'	0°
2	3.64	10 0	(101)	0.0302	0.0300	80	0
0.5	3.51	9 40	(11.0) фон	0.0282		80 20	30
2	4.42	11 55	(20.1) фон	0.0126		78 5	0
0.5	5.67	14 46	(21.0) фон	0.065		75 14	20
							40
1	5.79	15 2	(20.3) фон	0.067		74 58	0
0.5	5.97	15 25	(11.0)	0.071	0.071	74 35	30
0.5	5.22	13 48	β (11.0)	0.0569	0.0560		
10	6.46	16 26	β (20.1)	0.080	0.079	73 34	
10	7.58	18 34*	(20.1)	0.101	0.100	71 26	0

$$\text{Sin}^2 \theta_{\text{MoK}\alpha} = 0.0235 (h^2 + k^2 + hk) + 0.006 l^2$$

$$\text{Sin}^2 \theta_{\text{MoK}\beta} = 0.0185 (h^2 + k^2 + hk) + 0.0053 l^2$$

Благодаря применению при съемке усиливающего экрана (Heyden-folie) происходило значительное усиление действия на пленку небольшого спектрального участка белого излучения, приобретшего вследствие этого характер линии. В табл. 1 пятна такого происхождения отмечены словами „фон“ или „белое излучение“. В подтверждение правильности этого вывода было произведено вычисление эффективной длины волны белого излучения, участвовавшего в отражении от граней



Фиг. 1.

(100), (201) и (203). Вычисление показало, что значения эти таковы: 0.457; 0.467; 0.453; 0.469 Å, которые при грубой оценке можно считать постоянными и которые как раз лежат в максимуме интенсивности белого излучения при применявшемся напряжении в 40—45 KV. Кроме того, такое истолкование природы этих пятен хорошо согласуется с местонахождением их на снимке относительно других пятен.

На рис. 1 представлена стереографическая проекция интересующих нас граней для идеального кристалла осмистого иридия в направлении гексагональной оси и на нее же нанесены с помощью сферических координат полученные на рентгенограмме (фиг. 5) пятна. Как видно из сопоставления теоретического положения пятен с полученным на снимке, наибольшее отклонение граней от идеальной установки достигает 18.5°. В табл. 2 приведены точные данные для этих отклонений граней, полученные путем расчета. Табл. 2 дает возможность указать, что макси-

Таблица 2

Угол между направлением (00.1) и гранью	$\vartheta_{\text{MoK}\alpha}$ для соответств. граней	Разница	Примечание
(10.1) — 23.5°	10°	18.5°	
(20.1) — 15.2	18.5°	3.5	
(10.0) — 0°	8.8	8.8	
(11.0) — 0	15.5	15.5	
(10.2) — 47.4°	12.7	34.0	Пятна отсутствуют
(11.2) — 42.9	17.9	25.0	» "

мальное отклонение граней для данного кристалла лежит в пределах между 18.5° и 25°.

Измеряя длину дужек вдоль Дебаевского кольца, можно судить о колебаниях около „а“ оси, которые можно оценить в 3—3.5°. Таким образом наиболее сильные колебания граней имеются около оси „с“, что точно согласуется с результатами, полученными из изучения рентгенограмм от вращающихся кристаллов.

3. Причины возникновения фазерструктуры в осмистом иридии

Причины появления фазерструктуры в осмистом иридии лежат в тех геологических процессах, которые сопровождали образование и дальнейшую жизнь этих кристаллов. Полностью расшифровать все эти процессы не представляется возможным. Однако на основании изложенного рисуется следующая вероятная картина состояния кристаллов осмистого иридия. Из расплавленной среды выделились монокристаллы, имевшие примерно тот вид, который имеют они сейчас; затем они подверглись ряду механических воздействий, которые, с одной стороны, вызвали в них упругие и пластические деформации, и, с другой стороны, могли их расколоть или раздробить на отдельные участки, повернув последние друг относительно друга. Известно, что монокристалл при сжатии распадается на ориентированный мелко-кристаллический агрегат, причем индексы направлений, около которых группируются кристаллы, определяются как условиями опыта, так и структурой монокристалла.¹

¹ См. напр. Yoshio Fukami. Memoirs, Coll. Scienc. Kyoto Imp. Univ., vol. XII, 1929, № 5; XIII, 1930, № 3; XIV, 1931, № 3; XV, 1932, № 1.

Таким образом, кристалл в конце-концов превратился в систему расщепленных друг относительно друга блоков. Помимо этого кристаллы осмистого иридия должны были несомненно подвергнуться воздействию температуры.

Термические воздействия сгладили в значительной степени упругие деформации в кристалле и вызвали частичную перекристаллизацию, обусловившую появление внутри и на поверхности большого кристалла беспорядочно ориентированных частиц. Принимая во внимание очень высокую температуру плавления осмистого иридия (выше 2000°), потребовалось очень значительное время действия тепла при более низких температурах для того, чтобы перекристаллизация могла начаться.

Нами не было предпринято специального исследования для установления критических температур перекристаллизации осмистого иридия. Был проделан лишь опыт отжига кристалла осмистого иридия при 900° в течение 24 часов. Отжиг не оказал никакого заметного изменения на структуру кристалла, т. е. температура и время отжига были недостаточны для появления перекристаллизации.

Следы сжимающих усилий, которым подверглись кристаллы, остались на внешней их поверхности в виде изогнутых вдавленных поверхностей¹ и выявились на рентгеновских снимках в изорванности, искаженности и радиальной растянутости (астеризм) отдельных пятен.

Кристалл, которым пользовались в своем исследовании осмистого иридия Аминов и Фрагмен², был тоже весьма далек от идеального кристалла. Изорванность основных Лауз-пятен на их снимке³ указывает, что изученный ими кристалл обладал сильным внутренним напряжением, причем из длины хвостов у пятен от граней (2131) и (3141) можно установить, что и в данном кристалле отклонение граней от идеального положения доходит до 3° в обе стороны.

4. Наличие на Лауз-граммах от осмистого иридия запрещенных пятен

Кристаллическая структура осмистого иридия была определена Аминовым и Фрагмен⁴ на основании Лауз-снимка. Подсчет показывает, что пятна с нечетным индексом l , удовлетворяющие условию $h + 2k = 3n$ ($n = 1, 2, 3 \dots$ и т. д.), должны отсутствовать при наличии структуры с наиболее плотной упаковкой. На снимках Амина и Фрагмен запрещенных пятен действительно нет.

¹ См. фотографии кристаллов в первой статье Изв. Инст. по изуч. плат. и др. благор. мет., 9, 1932, 48; Zeitschr. f. Krist., 83, 1932, 181.

² G. Aminov und G. Phragmen. Zeitschr. f. Krist., 56, 1921, 510—519.

³ Мы пользуемся случаем, чтобы выразить авторам нашу сердечную благодарность за присылку ценного оригинального негатива.

⁴ I. c.

Индицирование нашего снимка (фиг. 4, табл. II), представленное на рис. 2, однако дало другой результат. Оказывается, что одно из пятен снимка, а именно (3031), удовлетворяет условию запрещения. Кроме того этот рефлекс заметен на снимке только в трех местах, вместо шести, как того требует шестерная ось. Мы по этому вопросу вступили в переписку с Аминовым, который любезно прислал нам свой оригиналный негатив. В письме к нам он высказал предположение, что может быть это явление объясняется наличием фазы с кубической решеткой (самородного иридия), ориентированной своей пространственной диагональю, являющейся осью третьего порядка, параллельно гексагональной оси. Произведенные нами подсчеты не подтвердили этого предположения: из промера снимка угол ϑ для пятна (3031) вычисляется в $10^{\circ}10'$. Если рассматривать отражения всех порядков от первого до десятого, т. е. от 0.28 до 2.0 Å, что с избытком покрывает весь действующий спектральный участок, то для кубической фазы (параметр порядка 3.8 Å) следует рассматривать лишь грани с индексами, сумма квадратов которых укладывается между 1 и 24. Так как пятна на снимке ординарные, то один из индексов = 0. Далее, условие центрогранности решетки суживает возможный круг рефлексов до трех, а именно: (200), (220) и (420). Эти грани образуют соответственно следующие углы с направлением (111): $36^{\circ}16'$; $54^{\circ}44'$; $50^{\circ}46'$, которые должны являться в данном случае их Барговскими углами отражения. Угол отклонения отраженного луча относительно падающего равен 2ϑ , и оказывается, что во всех этих случаях отраженный луч не попадает на пластинку.

Кроме кристалла с хорошо образованными гранями нами были заготовлены Лауз-снимки с лепесточков осмистого иридия с полным отсутствием фацетов. Снимки представлены в табл. III, фиг. 6 и 7. Как видно, для них запрещенное пятно по интенсивности занимает первое место и кроме того оно в этих случаях удовлетворяет шестерной симметрии.

Установив наличие на Лауз-снимках пятна, не удовлетворяющего условию плотной гексагональной упаковки, представляло интерес проверить, не найдется ли запрещенное пятно и в полученных нами ранее диаграммах вращений от монокристаллов. Индицирование этих снимков, приведенное в табл. 3 и 3а, не обнаружило запрещенных пятен. Так как оказалось, что в случае применения Си-лучей пятно 3031 не попадает на пленку, мы перешли к Мо-лучам, но в этом случае, даже при экспозициях в $4h$, не могли найти запрещенного пятна на должном месте. Тогда мы перешли в качестве объекта к лепесточку осмистого иридия, сохранившему, однако, один угол в 120° , по которому и была произведена его юстировка. Простой расчет показывает, что для получения рефлекса от грани (0.31) следует нормаль к грани (00.1) повернуть на 7° или 37° относительно рентгеновского пучка. Одно ребро было установлено под микроскопом параллельно оси вращения в камере, далее поверхность лепестка (базис) по методу Гаусса юстирована перпендикулярно к рентгеновскому лучу,

Таблица 3
 CuK α — Вращение около (10.0). Нулевой слой
 Кристалл № 1

Интенсивн.	2 r	Индекс	$\sin^2 \theta$ набл.	$\sin^2 \theta$ вычисл.
3	3.82	β (00.2)		
10	4.26	(00.2)	0.129	0.128
3	7.87	(01.3)	0.395	0.396
2	8.14	(02.0)	0.418	0.430
2 разм.	8.69	(02.1)	0.464	0.462
8	9.84	(02.2)	0.562	0.558
3	10.47	(01.4)	0.615	0.620
2	11.68	(02.3)	0.715	0.718
1	11.92	β (01.5)		
10	14.37	(01.5)	0.898	0.908
3	15.06	(02.4)	0.931	0.942
3	15.7	(03.0)	0.958	0.967
$\sin^2 \theta = 0.1075 K^2 + 0.032 l^2$				
Вращение около (00.1)				
CuK α . Нулевой слой				
Кристалл № 1				
2	8.58	β (01.0) или (10.0)		
5	9.96	(01.0) (10.0)	0.112	0.108
1	6.29	β (11.0)		
5	7.04	(11.0)	0.325	0.324
0.5	7.37	β (02.0) (20.0)		
3	8.80	(02.0) (20.0)	0.431	0.430
5	12.07	(21.0) (12.0)	0.744	0.753
7	15.70	(30.0) (08.0)	0.957	0.968

затем повернута на 37° и относительно этого положения подвергнута качанию в 10° в течение 5 часов. В табл. 4 приведена расшифровка полученного снимка. Как видно даже на этом снимке в 20 раз более длительной экспозиции, пятно (30.1) с $\sin^2 \theta = 0.211$ не выступало. Этот отрицательный результат убедил нас в том, что пятно (30.1) на Лауз-снимке не должно инициироваться обычным приемом.

Заснятый еще раз Лауз-снимок с хорошего кристалла при расстоянии пленка — кристалл = 5 см обнаружил близ центрального пучка (фиг. 8 табл. II) пятна, для которых, при обычном индицировании гномонической проекцией, получился индекс явно неверный, поскольку вычислявшаяся для него λ лежала далеко за пределами λ_{\min} .

Таблица 3а

Вращение около (10.0)

CuK α . Нулевой слой

Кристалл № 2

Интенсивн.	2г	Индекс.	$\sin^2 \vartheta$ набл.	$\sin^2 \vartheta$ вычисл.
4	3.82	β (00.2) + (01.0)	0.104	0.107
10	4.24	(00.2)	0.128	0.128
2	4.45	(01.1)	0.142	0.139
4	7.85	(01.3)	0.996	0.895
1	8.04	β (00.4)		
2	8.21	(02.0)	0.426	0.428
2	8.63	(02.1)	0.464	0.460
8	9.18	(00.4)	0.511	0.512
5	10.41	(01.4)	0.616	0.619
4	11.63	(02.3)	0.715	0.716
3	11.87	β (01.5)		
10	14.82	(01.5)	0.895	0.907
7	15.02	(02.4)	0.980	0.940
1-й слой. $\lg \cos \mu = 1.9163$				
2	5.05	(10.2)	0.286	0.285
2	6.68	β (10.8)		
8	7.58	(10.8)	0.394	0.395
1	8.40	(11.2)	0.452	0.451
6	10.72	(11.8)	0.615	0.611
2	11.50	β (11.4)		
3	12.35	β (12.2)		
8	14.35	(11.4)	0.827	0.885
10	16.8	(12.2)	0.892	0.881

$$\sin^2 \vartheta = 0.107 (h^2 + k^2 + hk) + 0.082 l^2$$

Если воспользоваться представлением о блочной структуре осмистого иридия, то, при строгой юстировке базиса перпендикулярно к пучку, все же будут иметься блоки-кристаллы, боковые призмы которых могут оказаться в положении, благоприятном для отражения. При таком толковании природы этих пятен, ϑ для них = $4^\circ 15'$ и λ для них вычисляется в

$$\lambda_{(10.0)} = \frac{2 \cdot \sin 4^\circ 15'}{\sqrt{\frac{4}{8a^2}}} = 0.349 \text{ \AA} \quad (a = 2.72 \text{ \AA}).$$

Таблица 4

Качание на 20° около (10.0). Исходное положение нормаль К (00.1) образует угол в 37° с пучком Мо-лучей

Интенсивн.	r	Индекс	Излучен.	$\sin^2 \vartheta$ набл.	$\sin^2 \vartheta$ вычисл.
10	3.78	(00.2)	MoK $\alpha_{1,2}$	0.0268	0.02685
6	7.66	(00.4)	MoK $\alpha_{1,2}$	0.1078	0.1074
4	7.96	(00.2)	WL α_1	0.1159	0.1160
6	10.38	(01.5)	MoK α	0.1914	0.1904
2	10.68	(02.4)	MoK α	0.2001	0.1984
2	11.78	(00.6)	MoK α	0.2417	0.2416
2	12.41	(01.6) (03.3)	{ MoK α	0.2650	0.2648 ; 0.2648
2	12.75	β (01.7)		0.2785	
10	14.50	(01.7)	MoK α_1	0.3495	{ 0.3514 0.3504
		(00.4)	WL β_1		
2	14.62	(01.7)	MoK α_2	0.8545	0.8555
10	16.36	(00.8)	MoK α_1	0.4287	0.4294
2	16.50	(00.8)	MoK α_2	0.4849	0.4844
1	16.88	(01.8)	MoK α_1	0.4514	0.4521
10	17.2	(00.4)	WL α_1	0.465	0.464

$$\sin^2 \vartheta_{MoK\alpha_1} = 0.02259 (h^2 + k^2 - hk) + 0.00671 l^2$$

$$\sin^2 \vartheta_{MoK\alpha_2} = 0.02285 (h^2 + k^2 + hk) + 0.00679 l^2$$

В таком случае можно было бы пятна (30.1) рассматривать как вторые порядки отражения от грани (10.0); ϑ для пятна (30.1) = $10^\circ 10'$, отсюда

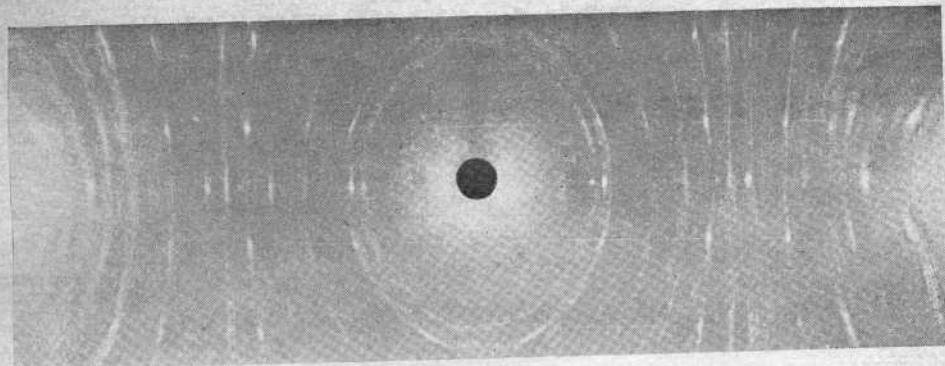
$$\lambda_{(20.0)} = \frac{2 \cdot \sin 10^\circ 10'}{\sqrt{\frac{4}{3a^2} \cdot 4}} = 0.438 \text{ \AA}.$$

Если обратно, исходя из средней длины волны в 0.40 \AA , подсчитать углы ϑ для этих пятен, толкуя их как отражения первого и второго порядков от грани призмы, то получаем $4^\circ 54'$ и $9^\circ 48'$, каковые угловые значения в сущности в пределах ошибки измерения совпадают с вышеуказанными, поскольку точное измерение изорванных пятен затруднительно. В этом же представлении находит свое естественное объяснение наблюденная зависимость между деформацией кристаллов осмистого иридия и интенсивностью запрещенных пятен.

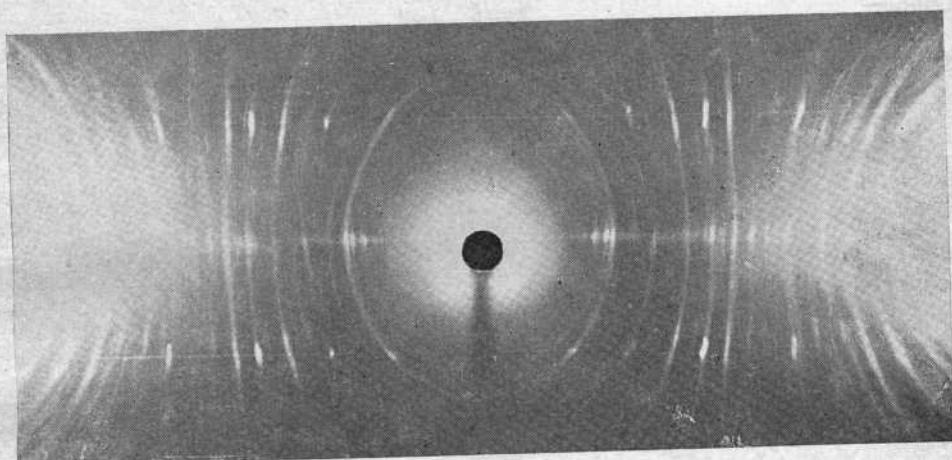
РЕЗЮМЕ

1. Установлено наличие фазерструктуры в природном осмистом иридии и дана ее количественная оценка.
2. Обнаружены признаки начала рекристаллизации осмистого иридия.
3. Высказаны вероятные причины появления фазерструктуры и рекристаллизации осмистого иридия.
4. Установлено наличие на Лауз-снимках, помимо пятен, образованных монокристаллом осмистого иридия, также и пятен, имеющих причиной своего происхождения наличие в монокристалле осмистого иридия участков распада его на блоки, с рассеянием до 10° .

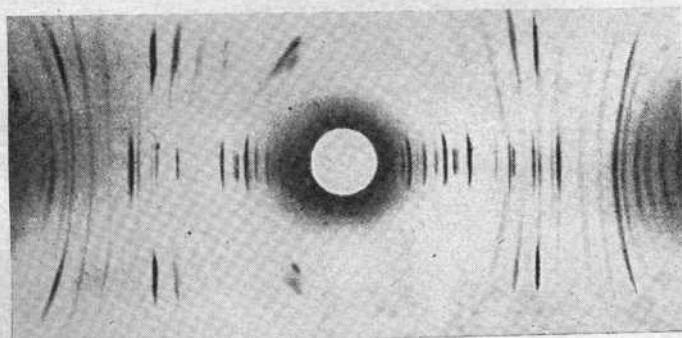
(Поступило в Редакцию 20 января 1984 г.)



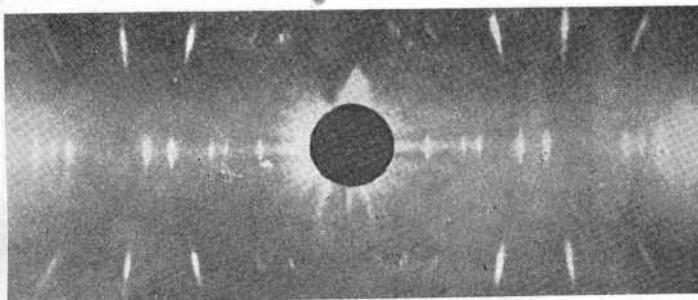
1. Рентгенограмма вращающегося кристалла осмистого иридия;
вращение вокруг оси а.



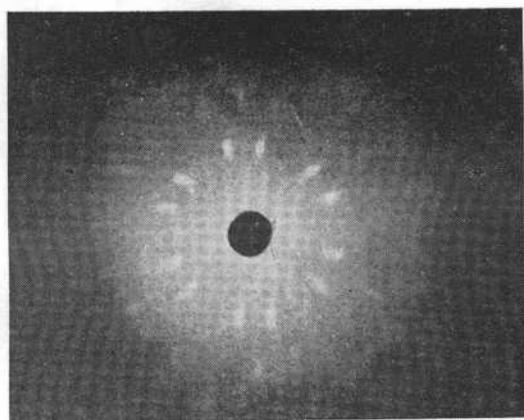
1а. Рентгенограмма вращающегося кристалла осмистого иридия;
вращение вокруг с-оси.



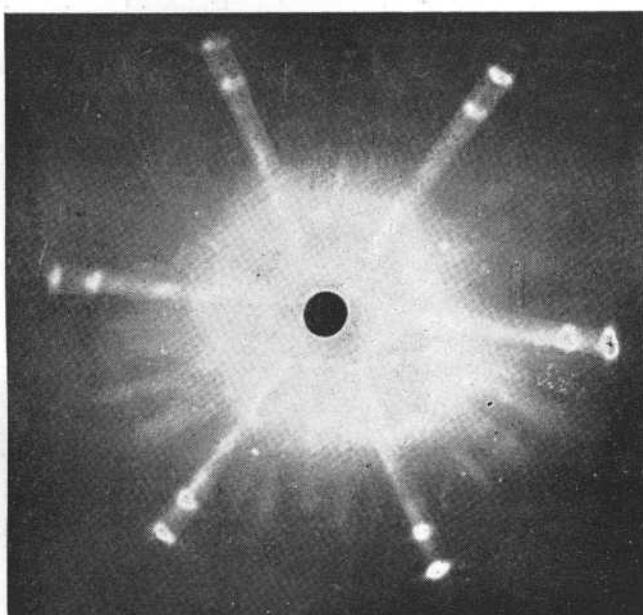
2. Рентгенограмма коричневой стеклянной головы (вращение
вокруг с-оси); из работы J. Böhm.



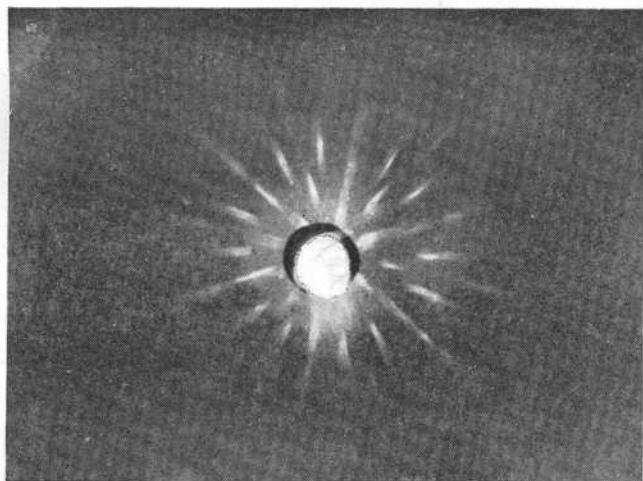
3. Рентгенограмма вращающегося сферолита циролюзита;
из работы W. Jansen.



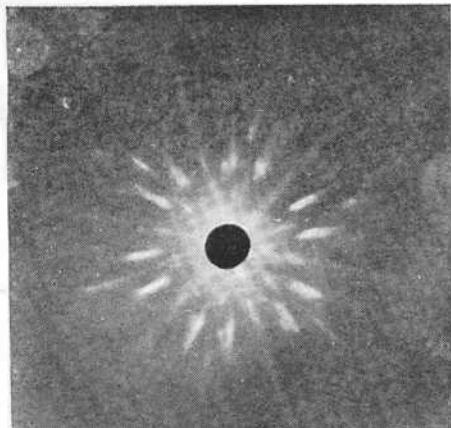
4. Ляуэ-грамма толстого „кристалла“
осмистого иридия.



5. Ляуэ-грамма тонкого лепестка осмистого иридия.



7. Ляуэ-грамма тонкого лепестка осмистого иридия.



6. Ляуэ-грамма осмистого иридия.



8. Ляуэ-грамма „кристалла“ осмистого иридия; расстояние между пленкой и кристаллом 5 см. Близ центрального пучка видны пятна отражений 2-го порядка.