

УДК 535.42

Изучение допустимых параметров микрокристалла, определяемых с помощью малоуглового рентгеновского рассеяния

А.С. Казанцев¹, Ю.Л. Рижиков¹, А.И. Куклин^{1,2}, В.И. Горделий^{3,4}

¹Московский физико-технический институт (государственный университет)

²Объединённый институт ядерных исследований

³Institut de Biologie Structurale J.-P. Ebel, Université Grenoble Alpes-CEA-CNRS, F-38000 Grenoble, France

⁴Institute of Complex Systems: Structural Biochemistry (ICS-6), Research Centre Jülich, 52425 Jülich, Germany

В данной работе исследовалась возможность определения размеров микрокристаллов D и уровня микродеформаций ϵ кристаллов, с помощью инструмента малоуглового рентгеновского рассеяния (МУРР) Rigaku (МФТИ).

Исследование параметров D и ϵ основано на анализе уширения дифракционных пиков. Основной сложностью при этом является учёт вклада аппаратного уширения, без которого вычисляемые значения размеров кристаллитов будут занижены, а уровня микродеформаций – завышены. Определены максимально допустимые размеры микрокристаллов и минимальные уровни микродеформаций, значения которых могут быть найдены с допустимой погрешностью с помощью данной установки при различных позициях образца по отношению к детектору.

Проведена серия МУРР измерений бегената серебра ($C_{21}H_{43}COOAg$) в позициях с различными расстояниями между образцом и детектором. Для каждого измерения вычислены ширины дифракционных пиков на полувысоте (FWHM), затем аппроксимированы на бесконечное расстояние между образцом и детектором. В результате определены уширения пиков, вызванные размерами микрокристаллов и микродеформациями и погрешности их определения. Значение уширения, в которой погрешность его определения становится сравнимой с его величиной, соответствует наименьшему размеру микрокристаллов, который может быть определён в данной позиции. Это значение определяется по формуле $D = \frac{K\lambda}{\psi \cos \theta}$, где ψ – угловая полуширина пика,

λ – длина волны пучка, D – искомый размер, K – постоянная Шеррера, θ – угол рассеяния.

Предложенный способ определения поддающихся измерению размеров микрокристаллов может быть использован для аналогичных методических работ на других установках малоуглового рассеяния.

Литература

1. Рижиков Ю.Л., Власов А.В., Синцов М.Ю., Рогачев А.В., Соловьёв Д.В., Куклин А.И. Определение размера кристаллита и уровня микродеформаций бегената серебра на малоугловом рентгеновском спектрометре Ригаку. // Труды 56-й научной конференции МФТИ, Общая и прикладная физика – 2013. – С. 47–48.
2. Williamson G.K., Hall W.H. X-ray line broadening from filed aluminium and wolfram // Acta Metall. 1953. V. 1 p. 180–184.
3. Nyam-Osor M., Soloviov D.V., Kovalev Yu.S., Zhigunov A., Rogachev A.V., Ivankov O.I., Erhan R.V., Kuklin A.I. Silver behenate and silver stearate powders for calibration of SAS instruments // J. Phys. Conference Series. 201. V. 351 p. 9.
4. Stokes A.R., Wilson A.J.C. The Diffraction of X-rays by Distorted Crystal Aggregates-I // Proc. Phys. Soc. 1994. V. 56 p. 174–181.