

Разработка прецизионного метода определения параметров элементарной ячейки для монокристалльного дифрактометра, оснащенного двумерным детектором

Кудрявцев А.Л.

5 февраля 2025 г.

1 Введение

Параметры элементарной ячейки (ПЭЯ) — это одна из основных характеристик кристалла. На их значения влияет На ПЭЯ влияет большое число факторов.

Поэтому ПЭЯ — информация о любом из факторов.

Требуется — высокая прецизионность.

Методы рентгеновской дифракции — измерение ПЭЯ.

Самые распространенные — РФА и РСтА.

Образец РФА — кристаллический порошок.

Образец РСтА — малый монокристалл.

Установки рассчитаны — на один метод.

Современный РСтА сравнительно с РФА — высокая погрешность ПЭЯ.

Разработанный метод — низкая погрешность.

2 Обзор литературы

Были изучены обзорные статьи [3, 2]. В них производятся обзоры рентгеновских дифракционных методов измерения ПЭЯ. Среди них выбирался тот, который можно адаптировать под стандартный лабораторный монокристалльный дифрактометр. Такой дифрактометр предполагается оснащенный:

- Рентгеновской трубкой с хорошо монохроматизированным и колимированным пучком.
- Как минимум двукружным гониометром для образца.
- Матричным детектором регулируемым углом поворота вокруг образца.

Таким образом из всего многообразия методов сразу исключаются интерференционные, полихроматические, а также использующие сильно расходящийся пучок методы. Также исключаются методы, требующие установки дополнительных монохроматоров и коллиматоров. Среди оставшихся можно выделить методы:

- Бонда
- Обратного рассеяния
- Компланарных рефлексов
- Реннингера
- Эталонов

Метод Бонда среди них — простой, безэталонный, универсальный в реализации, не имеющий строгих требований и дающий при аккуратном проведении эксперимента очень хорошую точность. Его идея и взята за основу разработанной нами методики.

В оригинальном исполнении [1] схема Бонда представляет собой однокристалльный спектрометр. В качестве источника используется колимированный монохроматизированный пучок. Кристалл — это ориентированная

монокристаллическая пластинка, размерами превосходящая первичный пучок. Детектор используется точечный, с возможностью вращаться вокруг той же оси, что и кристалл. Само измерение угла дифракции в схеме Бонда выглядит так:

1. Выбирается плоскость кристалла, отражение от которой будет измеряться.
2. Детектор устанавливается под углом, чтобы зарегистрировать отражение от плоскости.
3. Измеряется зависимость интенсивности на детекторе от угла поворота ω кристалла вблизи отражающего положения
4. Из полученной зависимости определяется угол ω_1 при котором достигается максимум интенсивности на детекторе
5. Предыдущие три шага повторяются для симметричного положения детектора и определяется второй угол ω_2
6. Угол дифракции вычисляется как $2\theta = 180^\circ - |\omega_1 - \omega_2|$

Определение угла 2θ по такой схеме является более точным чем по одиночному отражению, так как вычисляя разницу углов ω исключаются ошибки связанные с положением пластинки, поглощением и нулевым положением угла ω .

Список литературы

- [1] W_ L Bond. Precision lattice constant determination. *Acta Crystallographica*, 13(10):814–818, 1960.
- [2] E Gałdecka. X-ray diffraction methods: single crystal. 2006.
- [3] В. В. Лидер. Прецизионное определение параметров кристаллической решётки. *Усп. физ. наук*, 190(9):971–994, 2020.