

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

Кудрявцев А.Л.

6 февраля 2025 г.

Содержание

1	Введение	3
2	Обзор литературы	3

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 — Рентгенофазовый анализ (РФА) и Рентгеноструктурный анализ (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 [1, 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 моторизованным однокружным гониометром для образца.
- Матричным детектором регулируемым углом поворота.

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 [3] 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 эксцентриситетом, поглощением и нулевым положением угла ω .

Схема Бонда была адаптирована и для изучения малых монокристаллов [4, 5]. В этом случае уже не исключаются ошибки, связанные с эксцентриситетом образца. Для их компенсации изначальную методику дополнили измерением углов ω отражений для фриделевской пары изначальной плоскости. Таким образом суммарно для измерения одного межплоскостного расстояния нужно снять профили 4 различных рефлексов.

Для трехкружного гониометра используются методики измерения 8 различных рефлексов [6]. В такой схеме можно учесть все ошибки, связанные со смещением образца от точки сведения осей гониометра.

Ключевой особенностью современных монокристалльных дифрактометров является использование двумерных детекторов, которое, с одной стороны уменьшает время собора данных для РСТА, а с другой негативно влияет на их качество [7].

Список литературы

- [1] В. В. Лидер. Прецизионное определение параметров кристаллической решётки. *Успехи физических наук*, 190(9):971–994, 2020.
- [2] E. Galdecka. *International Tables for Crystallography Volume C: Mathematical, physical and chemical tables*, chapter X-ray diffraction methods: single crystal, pages 505–508. Wiley Online Library, 2006.
- [3] W. L. Bond. Precision lattice constant determination. *Acta Crystallographica*, 13(10):814–818, Oct 1960.
- [4] C. R. Hubbard and F. A. Mauer. Precision and accuracy of the Bond method as applied to small spherical crystals. *Journal of Applied Crystallography*, 9(1):1–8, Feb 1976.
- [5] В. И. Пономарев and Д. М. Хейкер. Методика исследования малых кристаллов в рентгеновском дифрактометре ДРОН-1. *Аппаратура и Методы Рентгеноструктурного Анализа*, выпуск VII:185–193, 1969.
- [6] H. E. King, Jr and L. W. Finger. Diffracted beam crystal centering and its application to high-pressure crystallography. *Journal of Applied Crystallography*, 12(4):374–378, Aug 1979.

- [7] А. П. Дудка, Е. С. Смирнова, И. А. Верин, and Н. Б. Болотина. Алгоритм и программа для прецизионного определения параметров элементарной ячейки монокристаллов с учетом эксцентриситета образца. *Кристаллография*, 62(4):669–677, 2017.