

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

Кудрявцев А.Л.

6 февраля 2025 г.

# Содержание

# 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 [?, ?]. 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 [?] 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  $\omega$  кристалла вблизи отражающего положения
4. Из полученной зависимости определяется угол  $\omega_1$  при котором достигается максимум интенсивности на детекторе
5. Предыдущие три шага повторяются для симметричного положения детектора и определяется второй угол  $\omega_2$
6. Угол дифракции вычисляется как  $2\theta = 180^\circ - |\omega_1 - \omega_2|$

Определение угла  $2\theta$  по такой схеме является более точным чем по одиночному отражению, так как вычисляя разницу углов  $\omega$  исключаются ошибки связанные с эксцентриситетом, поглощением и нулевым положением угла  $\omega$ .

Схема Бонда была адаптирована и для изучения малых монокристаллов [?, ?]. В этом случае уже не исключаются ошибки, связанные с эксцентриситетом образца. Для их компенсации изначальную методику дополнили измерением углов  $\omega$  отражений для фриделевской пары изначальной плоскости. Таким образом суммарно для измерения одного межплоскостного расстояния нужно снять профили 4 различных рефлексов. Так как плоскость выводится параллельно оси  $\omega$ , то для фриделевских пар углы отличаются от соответствующих  $\omega_1$  и  $\omega_2$  приблизительно на  $180^\circ$ .

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

## Список литературы

- [1] W. L. Bond. Precision lattice constant determination. *Acta Crystallographica*, 13(10):814–818, Oct 1960.
- [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] F. A. Hubbard, C. R. Mauer. Precision and accuracy of the Bond method as applied to small spherical crystals. *Journal of Applied Crystallography*, 9(1):1–8, Feb 1976.
- [4] H. E. Finger L. W. King, Jnr. Diffracted beam crystal centering and its application to high-pressure crystallography. *Journal of Applied Crystallography*, 12(4):374–378, Aug 1979.
- [5] В. В. Лидер. Прецизионное определение параметров кристаллической решётки. *Успехи физических наук*, 190(9):971–994, 2020.
- [6] Д. М. Пономарев, В. И. Хейкер. Методика исследования малых кристаллов в рентгеном дифрактометре ДРОН-1. *Аппаратура и Методы Рентгеноструктурного Анализа*, 1969.