

О ВЛИЯНИИ РАЗМЕРОВ КРИСТАЛЛА НА ШИРИНУ ДИФРАКЦИОННЫХ МАКСИМУМОВ РЕНТГЕНОВСКИХ ЛУЧЕЙ. I

П. А. БЕЗИРГАНЯН, А. Г. ГАСПАРЯН

Рассмотрено влияние размеров кристалла на ширину дифракционных максимумов рентгеновских лучей и доказано, что в общем случае ширина рефлекса зависит как от размеров кристалла в направлении нормали отражающих плоскостей, так и от размеров отражающих плоскостей в плоскости падения.

Рассмотрены случаи неподвижного и качающегося кристаллов.

Изучение зависимости ширины дифракционных максимумов от размеров и формы облучаемого кристалла имеет важное значение в рентгеноструктурных исследованиях. Этот вопрос стал объектом исследования с тех пор, когда Шеррер [1] впервые наблюдал расширение линий на рентгенограммах коллоидального золота.

В работах [1—10], посвященных влиянию размеров кристалла на ширину дифракционных максимумов, в различных приближениях выведены формулы, связывающие ширины дифракционных максимумов с размерами и формой облучаемых кристаллов. Обзорю этого вопроса и сравнению различных методов определения размеров частиц по рентгенограммам посвящены работы [11—13].

В книгах [15—19] изложены теории и экспериментальные методы исследования влияния размеров кристалла на ширину дифракционных максимумов. В книге [14] детально рассмотрен вопрос определения размера малых частиц электронографическим методом.

Обычно считают, что рентгенографически определяется размер частицы в направлении нормали отражающих плоскостей (элементарная теория) или среднее значение в том же направлении (строгая теория).

Однако в работе [20] в рамках элементарной теории показано, что рентгенографически определяются размеры кристалла в плоскости падения в направлении минимального размера.

Цель настоящей работы показать, что и в рамках строгой теории рентгенографически определяется среднее значение размеров кристалла в плоскости падения.

§ 1. Критика теорий влияния размера кристалла на ширину дифракционных максимумов

Несмотря на то, что вопрос влияния размера кристалла на ширину дифракционных максимумов впервые полностью разобрал Лауэ и на его работе основываются все дальнейшие исследования, тем не ме-

нее работа Стокса и Вильсона считается более строгой и общей. Поэтому мы здесь ограничимся разбором работ только последних авторов.

Стокс и Вильсон [6], приведя интерференционную функцию

$$J_0\left(\frac{S}{\lambda}\right) = \sum_n \sum_{n'} \exp\{ik\vec{S}(\vec{r}_n - \vec{r}_{n'})\} \quad (1)$$

к виду

$$J_0(\xi, \eta, \psi) = \sum_{n_1} \sum_{n_2} \sum_{n_3} \sum_{m_1} \sum_{m_2} \sum_{m_3} \exp\{2\pi i(m_1\xi + m_2\eta + m_3\psi)\}, \quad (2)$$

где

$$m_1 = n'_1 - n_1; \quad m_2 = n'_2 - n_2; \quad m_3 = n'_3 - n_3,$$

находят:

1. Максимальное значение средней интерференционной функции $\overline{J_0(m)}$ подстановкой $\xi = 0$ и последующим интегрированием по η и ψ , что дает

$$4\pi\rho_m^2 \overline{J_0(m)} = b^*c^* \sum_{n_1} \sum_{n_2} \sum_{n_3} \sum_{m_1} 1, \quad (3)$$

где

ρ_m — расстояние узла обратной решетки от начала координат.

2. Интегральную интенсивность поперек линии колец Дебая-Шеррера интегрированием по ξ , η и ψ , что дает

$$4\pi\rho_m^2 \int J_0(\rho) d\rho = a^*b^*c^* \sum \sum \sum 1. \quad (4)$$

3. Интегральную ширину линии с помощью (3) и (4), что дает

$$\beta(\rho) = \frac{1}{G_0(m)} \int J_0(\rho) d\rho = V \left(a^*bc \sum \sum \sum \sum 1 \right)^{-1} = \frac{V}{S},$$

где

$$S = \frac{1}{a^2bc \sum_{n_1} \sum_{n_2} \sum_{n_3} \sum_{m_1} 1},$$

V — объем частицы.

Откуда после суммирования по n_1 , n_2 , n_3 и m_1 и после некоторых преобразований для интегральной ширины линии получают следующие выражения:

$$\beta(2\theta) = \frac{\lambda V}{\cos \theta \int T dV}, \quad (5)$$

$$\beta(2\theta) = \frac{\lambda V}{\cos \theta \int V_t dt}, \quad (6)$$

где

T — размер кристалла в направлении нормали отражающих плоскостей,

dV — объем перпендикулярной к отражающим плоскостям (h, k, l) элементарной ячейки кристалла, вся длина которой в направлении нормали равна T .

Величина $\frac{\int T dV}{V}$ или $\frac{\int V_i dt}{V}$ — нормированное среднее значение

толщины кристалла в направлении, перпендикулярном к отражающим плоскостям.

Таким образом, в рассматриваемой теории с помощью интегральной ширины линии (5) или (6) определяется среднее значение размера кристалла в направлении нормали отражающих плоскостей.

При выводе (5) или (6) предполагается, что:

1. Падающий пучок параллелен и однороден.
2. Все кристаллики поликристалла оптически независимы друг от друга.

3. Интегрирование по сфере радиуса $\rho = \frac{|\vec{S}|}{\lambda}$ заменено интегрированием по плоскости, касательной этой сферы в точке выхода радиуса вектора $\vec{R}$.

4. При интегрировании по ξ, η и ψ предполагается, что эти величины независимы друг от друга.

5. Максимальное значение интегральной интенсивности получено интегрированием по η и ψ при $\xi = 0$.

6. Предполагается, что распределение интенсивности вокруг всех узлов обратной решетки одинаковое.

7. Для получения средней интенсивности интегрирование произведено по η и ψ в пределах от $-1/2$ до $1/2$.

Для выяснения степени корректности указанных предположений исследуем распределение интенсивности в обратной решетке.

1. При монохроматической плоско-параллельной падающей волне и поликристаллическом образце (очень большое число совершенно беспорядочно ориентированных кристаллитов) сфера распределения, описанная узлом обратной решетки, когда эта решетка вращается вокруг начала координат, показана на рис. 8.

В рассматриваемом случае постоянны:

а) радиус сферы распределения — $\left| \frac{\vec{S}_1}{\lambda} \right| = \left| \frac{\vec{S}_0}{\lambda} \right| = \frac{1}{\lambda} = \text{const}$ (мо-
нохроматическое излучение),

б) направление падения первичной волны — $\frac{\vec{S}_0}{\lambda} = \text{const}$ (метод Де-
бая-Шеррера),

с) радиус сферы, описанной узлом обратной решетки (все решет-
ки беспорядочно ориентированных кристаллитов одинаковы).

Так как пересечением вышеуказанных двух сфер определяется конус максимального рассеяния (одно из колец Дебая-Шеррера) и так как первичное излучение монохроматическое (радиус сферы распространения постоянен), то распределение рассеянной интенсивности вокруг узлов обратной решетки, а в рассматриваемом случае (поликристалл) в окрестностях круга пересечения этих двух сфер, отлично от нуля только в тех областях, которые расположены на сфере распространения. Действительно, вне сферы распространения распределение интенсивности равно

нулю, так как выход конца дифракционного вектора $\frac{\vec{S}}{\lambda} = \frac{\vec{S}_1}{\lambda} - \frac{\vec{S}_0}{\lambda}$ от сферы распространения соответствует изменению длины волны.

Таким образом, всякое усреднение интенсивности рассеянных волн, всякое интегрирование в обратной решетке с целью усреднения распределения интенсивности рассеяния для монохроматических волн надо производить только по поверхности сферы распределения.

Однако как в работе Стокса и Вильсона, так и в работах Лауэ и других, усреднение распределения интенсивности в обратной решетке производят вокруг узла обратной решетки (как вне, так и внутри сферы распространения) на касательной плоскости сферы, описанной вокруг начала координат узлом обратной решетки, что совершенно не корректно.

II. Выражение интенсивности (1) перепишется в виде (2), следовательно величины ξ , η и ψ имеют следующие значения:

$$\frac{\vec{S}}{\lambda} = \frac{\vec{S}_1 - \vec{S}_0}{\lambda} = \xi \vec{a}^* - \eta \vec{b}^* + \psi \vec{c}^*, \quad (7)$$

$$\xi = \frac{a (\cos \alpha_1 - \cos \alpha_0)}{\lambda}, \quad (8)$$

$$\eta = \frac{b (\cos \beta_1 - \cos \beta_0)}{\lambda}, \quad (9)$$

$$\psi = \frac{c (\cos \gamma_1 - \cos \gamma_0)}{\lambda}, \quad (10)$$

где, α_0 , β_0 , γ_0 , α_1 , β_1 и γ_1 — углы между векторами $\vec{S}_0$ и $\vec{S}_1$ и векторами трансляций $\vec{a}$, $\vec{b}$ и $\vec{c}$ соответственно.

Нетрудно убедиться в том, что величины ξ , η и ψ при $\lambda = \text{const}$ не независимы. Действительно, между этими углами существуют известные соотношения

$$\cos^2 \alpha_0 + \cos^2 \beta_0 + \cos^2 \gamma_0 = 1,$$

$$\cos^2 \alpha_1 + \cos^2 \beta_1 + \cos^2 \gamma_1 = 1.$$

Следовательно, при данном направлении падения интегрирование по одной из величин ξ , η и ψ , предполагая, что две другие по-

стоянные, недопустимо. Для ясности вопроса приведем следующие рассуждения. В рассматриваемом случае для определения области в обратном пространстве, где интенсивность отражения отлична от нуля, мы должны конец вектора $\vec{S}_1$ (направление рассеяния) перемещать во всех направлениях только на сфере распространения (начало оставив в центре этой сферы) и для каждого направления этого вектора, находя величину вектора дифракции $\frac{\vec{S}}{\lambda} = \frac{\vec{S}_1 - \vec{S}_0}{\lambda}$, т. е. величины ξ ,

η и ψ , определить интенсивность отражения. Практически это осуществляется вращением вектора $\vec{S}_1$ вокруг вектора $\vec{S}_0$ (образование конуса с углом раствора $4\theta_0$) и изменением угла раствора этого конуса (с изменением угла между векторами $\vec{S}_1$ и $\vec{S}_0$). На рис. 2 и 2а показаны углы вращения φ и изменения раствора конуса $\Delta\theta$. Следовательно, необходимо найти зависимость величин ξ , η и ψ от величин θ и φ и для усреднения произвести интегрирование по θ и φ . Как видно из рис. 8а, область в обратном пространстве, где интенсивность отражения отлична от нуля, представляет из себя полосу поверхности сферы распространения со сферой, описанной узлом обратной решетки. Как раз шириной этой полосы обусловлена ширина кольца Дебая-Шеррера.

Таким образом, полученный вывод в работе Стокса и Вильсона о том, что дифракционная ширина колец Дебая-Шеррера обусловлена только средним значением размеров кристалликов в направлении нормали отражающих плоскостей, результат недостаточно точных расчетов.

§ 2. Дифракционная ширина рефлекса при одном кристаллите

Сначала исследуем зависимость дифракционной ширины рефлекса от размеров облучаемого объема в случае одного маленького кристалла.

Здесь мы должны различать два случая: случай, когда падающий пучок плоскопараллельный и случай, когда или падающий пучок достаточно расходящийся, или кристалл качается.

А. Случай плоско-параллельного падающего пучка

Допустим монохроматическая плоско-параллельная волна в направлении единичного вектора $\vec{S}_0$ падает на кристалл, и мы исследуем интенсивность отражения в направлении единичного вектора $\vec{S}_1$ от плоскостей (001).

На рис. 1а показаны отражающие плоскости (плоскости векторов $\vec{a}$ и $\vec{b}$), направления трансляций, дифракционных векторов и координатных осей, а на рис. 1б та же самая картина в обратном пространстве.

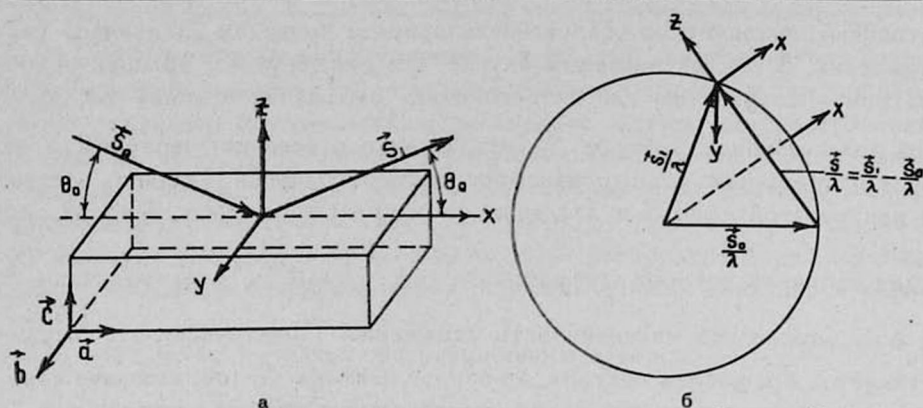


Рис. 1. а — Отражение рентгеновских лучей точно под углом Вульфа-Брегга. б — Условие отражения в обратном пространстве.

В показанном расположении векторов $\vec{a}$, $\vec{b}$, $\vec{c}$, $\vec{S}_1$ и $\vec{S}_0$ и при точном выполнении условий Вульфа-Брегга $2d \sin \theta_0 = \lambda$ дифракционный

тор $\frac{\vec{S}}{\lambda}$ перпендикулярен к оси x и его абсолютная величина равна

обратному значению межплоскостного расстояния отражающих плоскостей, $\left| \frac{\vec{S}}{\lambda} \right| = \frac{1}{d}$. Тогда векторы $\vec{S}_0$ и $\vec{S}_1$ составляют следующие углы

с координатными осями X , Y , Z , (с векторами $\vec{a}$, $\vec{b}$ и $\vec{c}$):

Таблица 1

	X	Y	Z
$\vec{S}_0$	$\alpha_0 = \theta_0$	$\beta_0 = \frac{\pi}{2}$	$\gamma_0 = \frac{\pi}{2} + \theta_0$
$\vec{S}_1$	$\alpha_1 = \theta_0$	$\beta_1 = \frac{\pi}{2}$	$\gamma_1 = \frac{\pi}{2} - \theta_0$

Однако отражение происходит не только при точном выполнении условия Вульфа-Брегга, но и при некоторых отклонениях от него. Как уже указано в первом параграфе, допустимы только такие отклонения от закона Вульфа-Брегга, при которых конец вектора $\vec{S}_1$ остается на сфере распространения. Конечно, при отклонениях от углов Вульфа-Брегга меняются величины вектора дифракции $\frac{\vec{S}}{\lambda}$ и углы α_1 , β_1 и γ_1 (при данном направлении падения) и вектор дифракции перестает быть перпендикулярным к оси X .

Изменение направления вектора $\frac{\vec{S}_1}{\lambda}$ в плоскости падения (плоскость XZ) производится изменением угла между вектором $\frac{\vec{S}_1}{\lambda}$

и осью $X(\theta = \theta_0 + \Delta\theta, \text{рис. 2})$. Точка А перемещается до точки В по большой окружности сферы распространения в плоскости падения. Изменение направления вектора $\frac{\vec{S}_1}{\lambda}$ в направлении перпендикулярном плоскости падения, без изменения угла между векторами $\frac{\vec{S}_1}{\lambda}$ и $\frac{\vec{S}_0}{\lambda}$, можно произвести перемещением точки А (конец вектора $\frac{\vec{S}_1}{\lambda}$) по окружности, описываемой концом вектора $\frac{\vec{S}_1}{\lambda}$ на сфере распространения при его ($\frac{\vec{S}_1}{\lambda}$) вращении вокруг вектора $\frac{\vec{S}_0}{\lambda}$ без изменения угла между ними. На рис. 26 показано такое перемещение точки А до точки В по ука-

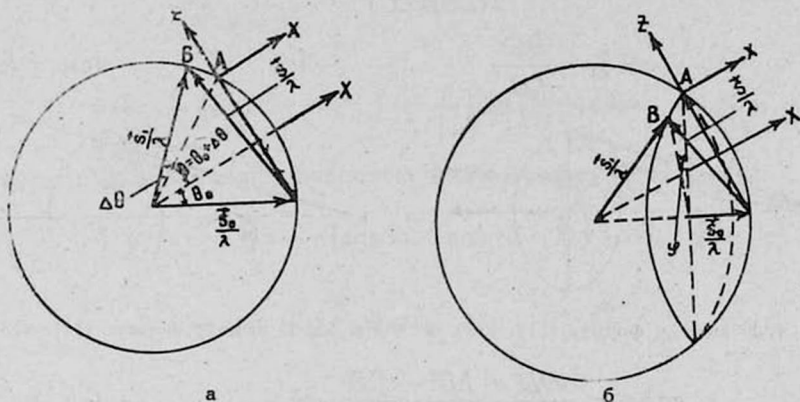


Рис. 2. а — Условие отражения под углом $\theta_0 + \Delta\theta$ в обратном пространстве. б — Расширение дифракционного максимума в направлении нормали в плоскости падения.

занной окружности. Если в первом случае величина перемещения АВ определялась углом $\Delta\theta$, то в последнем случае величина этого перемещения определяется углом φ .

Таким образом, для нахождения угловой области отражения необходимо найти зависимость интенсивности отражения от углов $\Delta\theta$ и φ .

Интенсивность отражения зависит от ξ , η и ψ (см. (2)), а последние зависят от углов α_1 , β_1 и γ_1 (см. (8)–(10)). Следовательно, наша задача сводится к нахождению зависимости углов α_1 , β_1 и γ_1 от углов $\theta(\theta = \theta_0 + \Delta\theta)$ и φ . Для решения этой задачи мы должны взять вектор $\frac{\vec{S}_1}{\lambda}$ в таком положении, чтобы конец этого вектора на сфере распространения имел отличные от нуля значения как для $\Delta\theta$, так и для φ (рис. 3).

С помощью рисунков 4—6 найдя

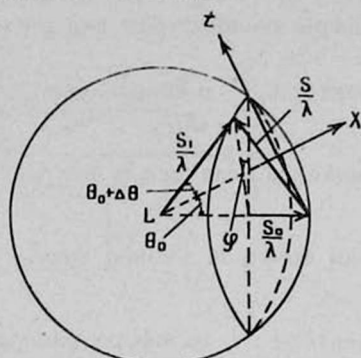


Рис. 3. Расширение дифракционного максимума в направлении нормали отражающих плоскостей, когда отражение происходит под углом $\theta_0 + \Delta\theta$.

$$\cos \alpha_1 = \frac{LB^2 + LC^2 - BC^2}{2(LB)(LC)}, \quad (\text{см. рис. 4}),$$

$$\cos \beta_1 = \frac{BC}{LB}, \quad (\text{см. рис. 5}),$$

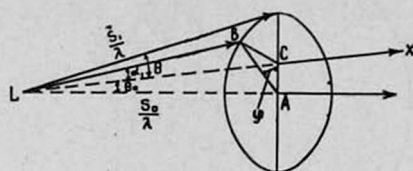


Рис. 4. К выводу формул (11)–(13).

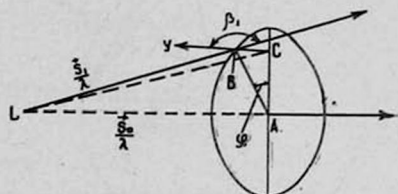


Рис. 5. К выводу формул (11)–(13).

$$\cos \gamma_1 = \frac{DL^2 + LB^2 - DB^2}{2(DL)(LB)}, \quad (\text{см. рис. 6}).$$

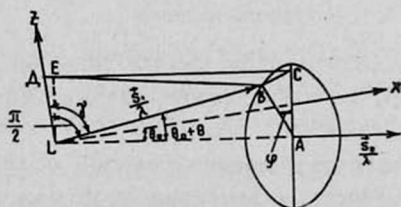


Рис. 6. К выводу формул (11)–(13).

после некоторых преобразований получим

$$\cos \alpha_1 = \cos \theta_0 \cdot \cos (\theta_0 + \theta) + \sin \theta_0 \cdot \sin (\theta_0 + \theta) \cdot \cos \varphi, \quad (11)$$

$$\cos \beta_1 = \sin (\theta_0 + \theta) \sin \varphi, \quad (12)$$

$$\cos \gamma_1 = [\sin \theta_0 \cos (\theta_0 + \theta) - \cos \theta_0 \cdot \sin (\theta_0 + \theta) \cdot \cos \varphi]. \quad (13)$$

Как видно

$$\cos^2 \alpha_1 + \cos^2 \beta_1 + \cos^2 \gamma_1 = 1.$$

Имея в виду (11)–(13), выражения (8)–(10) можем переписать в следующем виде:

$$\xi = \frac{a}{\lambda} [\cos \theta_0 \cos (\theta_0 + \theta) + \sin \theta_0 \sin (\theta_0 + \theta) \cos \varphi - \cos \alpha_0], \quad (8')$$

$$\eta = \frac{b}{\lambda} [\sin (\theta_0 + \theta) \sin \varphi - \cos \beta_0], \quad (9')$$

$$\psi = \frac{c}{\lambda} [\cos \theta_0 \sin (\theta_0 + \theta) \cos \varphi - \sin \theta_0 \cdot \cos (\theta_0 + \theta) - \cos \gamma_0]. \quad (10')$$

Сначала рассмотрим расширение в плоскости падения. Как уже было сказано, расширение рефлекса в плоскости падения описывается изменением угла $\theta = \theta_0 + \Delta\theta$, т. е. величиной $\Delta\theta$ при $\varphi = 0$. В таком случае выражения (8')–(10') примут следующий вид:

$$\xi = \frac{a}{\lambda} [\cos \theta - \cos \alpha_0] = \frac{a}{\lambda} [\cos (\theta_0 + \Delta\theta) - \cos \alpha_0],$$

$$\eta = -\frac{b}{\lambda} \cos \beta_0,$$

$$\psi = \frac{c}{\lambda} [\sin \theta - \cos \gamma_0] = \frac{c}{\lambda} [\sin (\theta_0 + \Delta\theta) - \cos \gamma_0],$$

которые с достаточной точностью можно переписать в виде

$$\xi = \frac{a}{\lambda} [\cos \theta_0 - \cos \alpha_0 - \sin \theta_0 \Delta\theta],$$

$$\eta = -\frac{b}{\lambda} \cos \beta_0,$$

$$\psi = \frac{c}{\lambda} [\sin \theta_0 - \cos \gamma_0 + \cos \theta_0 \Delta\theta].$$

Если иметь в виду, что $\theta_0 = \alpha_0$, $\beta_0 = \frac{\pi}{2}$, $\gamma_0 = \frac{\pi}{2} + \theta_0$, то последние выражения примут следующий вид:

$$\xi = -\frac{a}{\lambda} \sin \theta_0 \Delta\theta, \quad (8'')$$

$$\eta = 0, \quad (9'')$$

$$\psi = \frac{c}{\lambda} \cos \theta_0 \Delta\theta + \frac{2c}{\lambda} \sin \theta_0.$$

Так как $2c \sin \theta_0 = m\lambda$, а в выражении интенсивности в аргументе тригонометрической функции входит произведение $\psi\pi$, то в последнем выражении ψ второй член можно опустить, тогда получим

$$\psi = \frac{c}{\lambda} \cos \theta_0 \Delta\theta. \quad (10'')$$

Имея в виду (8'')—(10''), для $J_0(\xi, \eta, \psi)$ из (2) получим

$$J(\xi, 0, \psi) = \sum_{n_1} \sum_{n_2} \sum_{n_3} \sum_{m_1} \sum_{m_2} \sum_{m_3} \exp \left\{ 2\pi i \left[m_1 \frac{a}{\lambda} \sin \theta_0 + m_3 \frac{c}{\lambda} \cos \theta_0 \right] \Delta \theta \right\}.$$

Из последнего и из (8'')—(10'') видно, что в плоскости падения величины ξ и ψ не независимы друг от друга, и интегрировать выражение интенсивности $J_0(\xi, 0, \psi)$ по ξ , принимая ψ постоянной, или наоборот, нельзя. Действительно, в плоскости падения они могут изменяться только через $\Delta \theta$ и с изменением этой величины не может одна из них остаться постоянной.

Далее, так как выражение интенсивности зависит от $\Delta \theta$ как через ξ , так и ψ , то ширина рефлекса в плоскости падения зависит от размеров кристалла в плоскости падения, т. е. от размеров кристалла в направлениях $\vec{a}$ и $\vec{c}$, между тем, как уже сказано выше, обычно предполагают, что расширение рефлекса в плоскости падения обусловлено размером кристалла только в направлении нормали отражающих плоскостей, т. е. в рассматриваемом случае размером кристалла только в направлении $\vec{c}$.

Теперь перейдем к исследованию расширения рефлекса в направлении нормали плоскости падения. Это расширение можно описать углом φ при $\Delta \theta = 0$.

Тогда величины ξ , η и ψ примут следующий вид:

$$\xi = -\frac{a}{\lambda} 4 \sin^2 \theta_0 \cos \theta_0 \cos^2 \frac{\varphi}{2},$$

$$\eta = \frac{b}{\lambda} \sin 2 \theta_0 \sin \varphi,$$

$$\psi = -\frac{c}{\lambda} 4 \sin \theta_0 \cos^2 \theta_0 \cos^2 \frac{\varphi}{2}.$$

Как видно из последних, расширение рефлексов в направлении нормали плоскости падения зависит от размеров кристалла в трех направлениях, но оно гораздо сильнее зависит от размеров кристалла в направлении нормали плоскости падения (направление $\vec{b}$), чем от двух других направлений: при малых углах синус изменяется гораздо быстрее, чем косинус.

Для более наглядного показания расширения рефлекса детально исследуем зависимость интенсивности отражения от размеров кристалла при различных углах Вульфа-Брегга.

Для исследования расширения рефлекса в плоскости падения выражение интерференционной функции

$$J_0(\xi, \eta, \psi) = \frac{\sin^2(\pi N_1 \xi)}{\sin^2(\pi \xi)} \cdot \frac{\sin^2(\pi N_2 \eta)}{\sin^2(\pi \eta)} \cdot \frac{\sin^2(\pi N_3 \psi)}{\sin^2(\pi \psi)},$$

перепишем в виде (см. (9'))

$$J_0(\xi, 0, \psi) = N_2^2 \frac{\sin^2(\pi N_1 \xi)}{\sin^2(\pi \xi)} \cdot \frac{\sin^2(\pi N_3 \psi)}{\sin^2(\pi \psi)}$$

и рассмотрим зависимость $J_0(\xi, 0, \psi)$ от $\Delta\theta$ по (8'') и (10'') для первого порядка отражения CuK_α излучения от плоскостей (001) кристалла алюминия. Исследуем два случая разных размеров кристалла в плоскости падения.

В первом случае $N_1 = 10^2$, $N_3 = 10^4$, а во втором случае наоборот — $N_1 = 10^4$, $N_3 = 10^2$. На рис. 7а показана зависимость J_0 от $\Delta\theta$ при $N_1 = 10^2$ и $N_3 = 10^4$ (первая кривая) и при $N_1 = 10^4$, $N_3 = 10^2$ (вторая кривая).

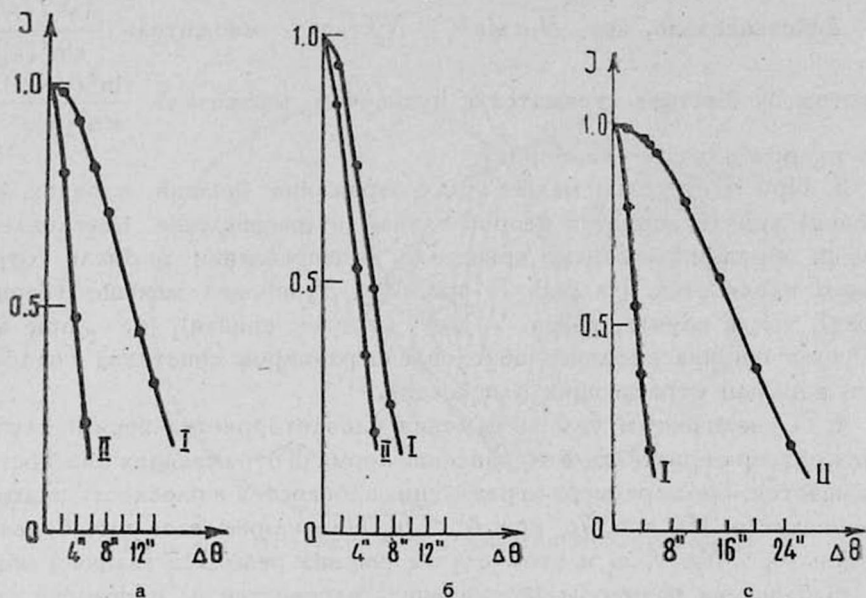


Рис. 7. а — Интенсивность отражения для первого порядка отражения.
б — Интенсивность отражения для 3-го порядка отражения.
с — Интенсивность отражения для 5-го порядка отражения.

Для исследования влияния размеров отражающих плоскостей на расширение рефлексов в зависимости от угла Вульфа-Брэгга построена также кривая для больших углов (для высших порядков отражения). На рис. 7б и 7с показаны третий и пятый порядки отражения соответственно. На всех этих кривых произведение $N_1^2 N_2^2 N_3^2$ принято за единицу.

Эти кривые показывают, что:

1. Ширина рефлекса зависит как от размера кристалла в направлении нормали отражающих плоскостей (от N_3), так и от размеров отражающих плоскостей в плоскости падения (от N_1).

2. При плоско-параллельном падающем пучке и неподвижном кристалле в случае

$$N_1 \cdot a \sin \theta_0 > N_3 c \cdot \cos \theta_0 \quad \text{или} \quad D = \frac{N_1}{N_3} \frac{a}{c} \operatorname{tg} \theta_0 > 1$$

ширина рефлекса определяется размером отражающих плоскостей в плоскости падения, а в случае

$$N_1 a \sin \theta_0 < N_3 \cdot c \cdot \cos \theta_0 \quad \text{или} \quad D = \frac{N_1}{N_3} \cdot \frac{a}{c} \cdot \operatorname{tg} \theta_0 < 1,$$

она определяется размером кристалла в направлении нормали отражающих плоскостей. Следовательно, в первом случае с помощью ширины рефлекса определяется размер отражающих плоскостей в плоскости падения, а во втором случае — размер кристалла в направлении нормали отражающих плоскостей.

Действительно, при $N_1 a \sin \theta_0 > N_3 c \cdot \cos \theta_0$ множитель $\frac{\sin^2(\pi N_1 \xi)}{\sin^2(\pi \xi)}$ с ростом $\Delta \theta$ быстрее стремится к нулю, чем множитель $\frac{\sin^2(\pi N_3 \psi)}{\sin^2(\pi \psi)}$, а во втором случае — наоборот.

3. При достаточно малых углах отражения (низкий порядок отражения) удовлетворяется второй случай и расширение обусловлено главным образом размерами кристалла в направлении нормали отражающих плоскостей. На рис. 7а при $N_1 < N_3$ ширина меньше (первая кривая), чем в случае, когда $N_1 > N_3$ (вторая кривая), т. е. при малых углах ширина рефлекса обусловлена размером кристалла в направлении нормали отражающих плоскостей.

4. С увеличением угла отражения удовлетворяется первый случай и роль размера кристалла в направлении нормали отражающих плоскостей уменьшается, а роль размера отражающих плоскостей в плоскости падения увеличивается. На рис. 7с: при $N_1 < N_3$ ширина рефлекса уже больше, чем при $N_1 > N_3$, т. е. в этом случае ширина рефлекса главным образом обусловлена размером отражающих плоскостей в плоскости падения.

В. Случай качающегося кристалла

Теперь рассмотрим случай, когда падающий пучок монохроматический и плоскопараллельный, но кристалл качается вокруг оси, проходящей через точку падения перпендикулярно к плоскости падения. Очевидно, что с точки зрения расширения рефлекса это равносильно случаю, когда кристалл неподвижен, но падающий пучок имеет угловую сходимости, большую, чем угловая область отражения кристалла.

Качание кристалла можно заменить качанием направления падения в плоскости падения вокруг оси качания кристалла.

Пусть направления падения и отражения, соответствующие Вульф-Брегговскому углу θ_0 , описываются векторами $\vec{S}_0$ и $\vec{S}_1$, а из-за качания измененные направления падения и отражения описываются векторами $\vec{S}_0'$ и $\vec{S}_1'$. Если углы между векторами $\vec{S}_0$, $\vec{S}_1$ и направлениями X , Y и Z определяются таблицей 1, то тогда углы между век-

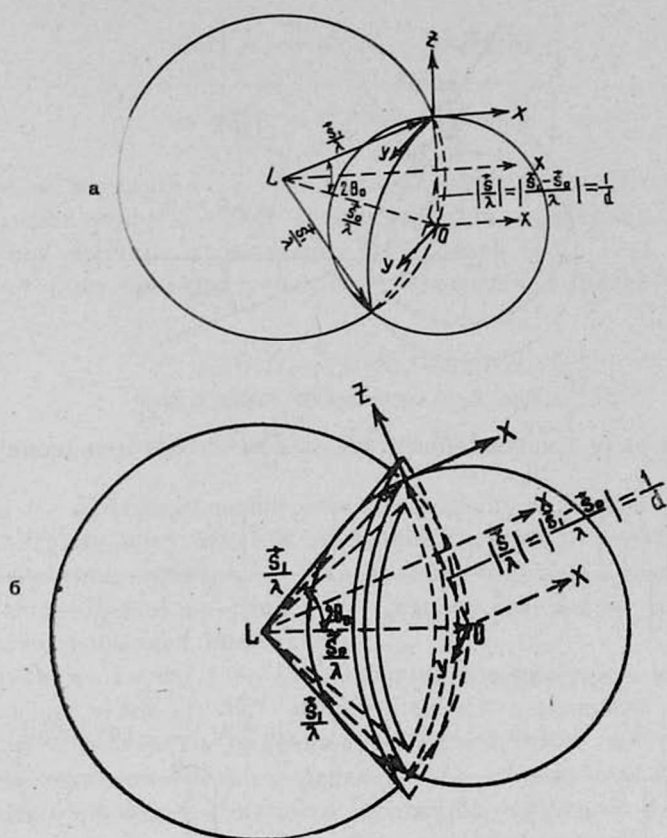


Рис. 8. а, б — К определению ширины спектральной линии.

торами $\vec{S}_0$, $\vec{S}_1$ и направлениями X , Y и Z определяются таблицей 2 (обозначения углов см. рис. 9).

Таблица 2

	X	Y	Z
$\vec{S}_0$	$\alpha'_0 = \theta_0 + \Delta\theta_0$	$\beta_0 = \frac{\pi}{2}$	$\gamma'_0 = \frac{\pi}{2} + \theta_0 + \Delta\theta_0$
$\vec{S}_1$	$\alpha'_0 = \theta_0 + \Delta\theta_1$	$\beta_1 = \frac{\pi}{2}$	$\gamma'_1 = \frac{\pi}{2} - (\theta_0 + \Delta\theta_1)$

$\Delta\theta_0$ — угол качания (изменение направления падения),

$\Delta\theta_1$ — соответствующее изменение угла отражения (рассеяния).

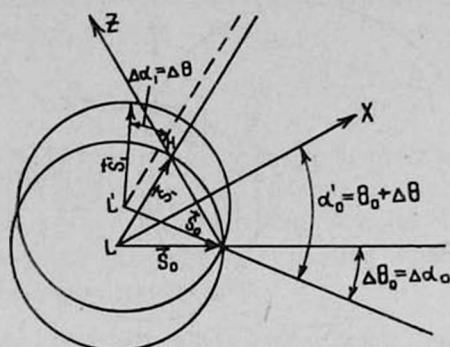


Рис. 9. К составлению таблицы 2.

Имея в виду вышесказанное, мы можем интерференционную функцию

$$N_2^2 \frac{\sin^2 \left[N_1 \frac{\pi}{\lambda} a (\cos \alpha'_1 - \cos \alpha'_0) \right]}{\sin^2 \left[\frac{\pi}{\lambda} a (\cos \alpha'_1 - \cos \alpha'_0) \right]} \cdot \frac{\sin^2 \left[N_3 \frac{\pi}{\lambda} c (\cos \gamma'_1 - \cos \gamma'_0) \right]}{\sin^2 \left[\frac{\pi}{\lambda} c (\cos \gamma'_1 - \cos \gamma'_0) \right]}$$

переписать в следующем виде:

$$N_2^2 \frac{\sin^2 \left[N_1 \frac{\pi}{\lambda} a (\Delta \theta_0 - \Delta \theta_1) \cdot \sin \theta_0 \right]}{\sin^2 \left[\frac{\pi}{\lambda} a (\Delta \theta_0 - \Delta \theta_1) \cdot \sin \theta_0 \right]} \cdot \frac{\sin^2 \left[N_3 \frac{\pi}{\lambda} c (\Delta \theta_1 + \Delta \theta_0) \cdot \cos \theta_0 \right]}{\sin^2 \left[\frac{\pi}{\lambda} c (\Delta \theta_1 + \Delta \theta_0) \cdot \cos \theta_0 \right]}$$

Как видно из последнего, $+\Delta \theta_0$ (увеличение угла скольжения падающего пучка) расширение отраженного пучка в сторону малых углов ($-\Delta \theta_1$) ограничивается размерами отражающих плоскостей в плоско-

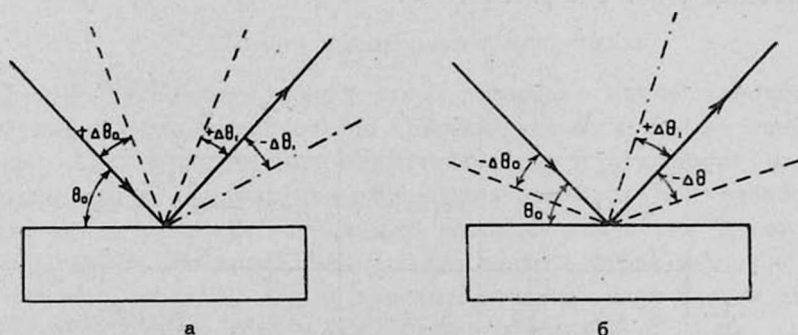


Рис. 10. а — Расширение спектральной линии, обусловленное размером отражающих плоскостей в плоскости падения при отражении под углом скольжения $\theta_0 + \Delta \theta_0$. б — Расширение спектральной линии, обусловленное размером отражающих плоскостей в плоскости падения при отражении под углом скольжения $\theta_0 - \Delta \theta_0$.

сти падения (рис. 10а), т. е. расширение в сторону малых углов ограничивается в основном множителем

$$D_1 = \frac{\sin^2 \left[N_1 \frac{\pi}{\lambda} a (\Delta\theta_0 - \Delta\theta_1) \cdot \sin \theta_0 \right]}{\sin^2 \left[\frac{\pi}{\lambda} a (\Delta\theta_0 - \Delta\theta_1) \sin \theta_0 \right]}.$$

В этом же случае $(+\Delta\theta_0)$ расширение отраженного пучка в сторону больших углов $(+\Delta\theta_1)$ ограничивается размерами кристалла в направлении нормали отражающих плоскостей (рис. 10а), т. е. расширение в сторону больших углов ограничивается в основном множителем

$$D_2 = \frac{\sin^2 \left[N_3 \frac{\pi}{\lambda} c (\Delta\theta_1 + \Delta\theta_0) \cdot \cos \theta_0 \right]}{\sin^2 \left[\frac{\pi}{\lambda} c (\Delta\theta_1 + \Delta\theta_0) \cdot \cos \theta_0 \right]}.$$

При $(-\Delta\theta_0)$ (уменьшение угла скольжения падающего пучка) расширение отраженного пучка в сторону малых углов $(-\Delta\theta_1)$ ограничивается размерами кристалла в направлении нормали отражающих плоскостей (рис. 10б), т. е. расширение в сторону малых углов в этом случае ограничивается множителем D_2 .

В этом же случае $(-\Delta\theta_0)$ расширение отраженного пучка в сторону больших углов $(+\Delta\theta_1)$ ограничивается размерами отражающих плоскостей в плоскости падения, т. е. расширение в сторону больших углов в данном случае ограничивается множителем D_1 .

Таким образом, при качании кристалла (качание в направлении падения) расширение отраженного пучка в плоскости падения обусловлено как размерами кристалла в направлении нормали отражающих плоскостей, так и размерами отражающих плоскостей в плоскости падения.

Если при неподвижном кристалле (и в данном направлении падения) расширение ограничивалось большим размером кристалла в плоскости падения (при средних углах отражения), то в рассмотренном случае (качающийся кристалл) расширение ограничивается малым размером кристалла в плоскости падения.

Здесь мы рассмотрели случай качания направления падения. Однако нетрудно убедиться в том, что при качании кристалла получатся аналогичные результаты.

В ы в о д ы

Таким образом, наши исследования показывают, что:

1. В общем случае ширина рефлекса зависит от размеров кристалла в плоскости падения, т. е. как от размеров кристалла в направлении нормали отражающих плоскостей, так и от размеров отражающих плоскостей в плоскости падения.

2. С уменьшением угла отражения усиливается влияние размеров (в плоскости падения) отражающих плоскостей на ширину реф-

лекса, а с увеличением угла отражения усиливается влияние размеров кристалла в направлении нормали отражающих плоскостей.

3. При неподвижном монокристалле ширина рефлекса в основном определяется наибольшим размером в плоскости падения.

4. При качающемся монокристалле ширина рефлекса определяется наименьшим размером кристалла в плоскости падения.

Случай поликристалла будет рассмотрен в следующем сообщении.

Ереванский государственный университет

Поступила 25.II.1970

Л И Т Е Р А Т У Р А

1. P. Scherrer, Nachz. d. Gott. Ges., 98 (1918), Zsigmondys Kolloidch.
2. H. Семзков, ЖРФХО, 1923; Zs. f. Phys., 31, 439 (1924).
3. M. Laue, Zs. f. Kristallographie, 64, 115 (1926), Ann. d. Phys., 26, 55 (1936).
4. B. E. Warren, Zs. f. Kristallographie 99, 448 (1938).
5. A. L. Patterson, Phys. Rev., 56, 972 (1939).
6. A. R. Stokes und A. J. Wilson, Proc. Camb. Phil. Soc., 38, 313 (1942); 40, 197 (1944).
7. F. W. Jones, Proc. Roy. Soc., A 166, 16 (1938).
8. R. Brill, Zs. f. Kristallographie, 68, 387 (1928), 75, 217 (1930).
9. R. Brill, H. Pelzer, Zs. f. Kristallographie 72, 398 (1929), 74, 247 (1930).
10. B. A. Колпинский, ЖЭТФ, 6, 881 (1936).
11. Г. С. Жданов, Заводская лаборатория № 9, 566 (1940).
12. Г. С. Жданов, Заводская лаборатория № 9, 732 (1940).
13. G. H. Cameron, A. L. Patterson, American Society for Testing Materials, Symposium on Radiography and X-ray Diffraction, 1937.
14. Э. Г. Пинскер, Дифракция электронов, Изд-во АН СССР, 1949.
15. Г. С. Жданов, Я. С. Уманский, Рентгенография металлов, ч. II, ГОНТИ СССР, М.—Л., 1938.
16. А. Вильсон, Оптика рентгеновых лучей, Изд-во ин. лит., М., 1951.
17. Р. Джейс, Оптические принципы дифракции рентгеновских лучей. Изд-во ин. лит., М., 1950.
18. А. И. Китаровский, Рентгеноструктурный анализ мелкокристаллических и аморфных тел, Изд. техн. теорет. лит., М.—Л., 1952.
19. А. Гинье, Рентгенография кристаллов, Изд. физ-мат. лит., М., 1961.
20. П. А. Безиргян, Л. Г. Гаспарян, ЖТФ в печати.

ԲՅՈՒՐԵՂԻ ՉԱՓԵՐԻ ԱԶԴԵՏՈՒԹՅՈՒՆԸ ՌԵՆՏԳԵՆՅԱՆ ՃԱՌԱԳԱՅԹ-
ՆԵՐԻ ԴԻՖՐԱԿՅԻՈՆ ՄԱՔՍԻՄՈՒՄՆԵՐԻ ԼԱՅՆՈՒԹՅԱՆ ՎՐԱ. I

Պ. Հ. ԲԵԶԻՐԳՅԱՆ, Լ. Գ. ԳԱՍՊԱՐՅԱՆ

Ուսումնասիրված է բյուրեղի չափերի ազդեցությունը ռենտգենյան ճառագայթների դիֆրակցիոն մաքսիմումների լայնության վրա և ցույց է տրված, որ.

1. Ընդհանուր դեպքում ռեֆլեքսի լայնությունը կախված է բյուրեղի չափերից՝ ինչպես անդրադարձնող հարթությունների նորմալի ուղղությամբ, այնպես էլ անդրադարձնող հարթությունների չափերից անկման հարթության մեջ,

2. Անդրադարձման փոքր անկյունների դեպքում ռեֆլեքսի լայնությունը կախված է բյուրեղի չափերից անկման հարթության մեջ, իսկ անդրադարձման անկյան մեծացմամբ ռեֆլեքսի լայնությունը որոշվում է բյուրեղի չափերով անդրադարձնող հարթությունների նորմալի ուղղությամբ,

3. անշարժ մոնոքրիստալի դեպքում ռեֆլեքսի լայնությունը որոշվում է անկման հարթության մեջ բյուրեղի ամենամեծ չափով, իսկ տատանվող մոնոքրիստալի դեպքում այն որոշվում է բյուրեղի ամենափոքր չափով անկման հարթության մեջ:

THE EFFECT OF THE CRYSTAL SIZES ON THE WIDTH OF X-RAY DIFFRACTION MAXIMA

R. H. BEZIRGANIAN, L. G. GASPARIAN

The effect of the sizes of a crystal on the width of x-ray diffraction maxima is studied. The following results are obtained:

1. In general the width of the maxima depends on the sizes of a crystal in the direction normal to the reflecting planes and on the sizes of the reflecting planes in the plane of incidence.

2. In the case of small angles of reflection the width of the maxima depends strongly on the sizes of the reflecting planes in the plane of incidence, and in increasing the angle of reflection the above width is determined by the sizes of the reflecting planes in the direction normal to the reflecting planes.

3. In the case of a fixed monocrystal the width of the maxima depends on the maximum size of the crystal in the plane of incidence, while for a swinging monocrystal, the width is determined by the minimum size of the crystal in the plane of incidence.