МЕТОДЫ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОГО ИССЛЕДОВАНИЯ НАНОМАТЕРИАЛОВ И НАНОСТРУКТУР

ЛЕКЦИЯ 11

Рентгеновская дифракция: XRD

Брэгговская дифракция, фазы и размер кристаллитов



Кратко: Периодическая кристаллическая решётка создаёт условия для когерентной дифракции рентгеновских лучей.

Цель лекции и ожидаемые результаты

Понимать

Объяснить: Рентгеновское излучение и кристалл. Периодическая кристаллическая решётка создаёт условия для…

Сопоставлять

Объяснить: Оценка размера кристаллитов. Ширина рефлексов может отражать конечный размер областей когерентного рассеяния.

Применять

Объяснить: Сопоставление XRD с другими методами. SEM и TEM показывают геометрические размеры частиц, а XRD —…

В этой лекции научные определения связываются с измеряемыми величинами, схемами и примерами обработки данных.

Рентгеновское излучение и кристалл

КЛЮЧЕВЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ · 01 / 13

ФИЗИЧЕСКИЙ СМЫСЛ

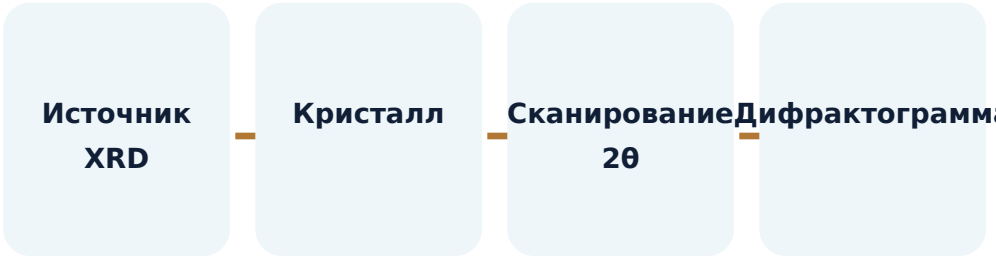
Периодическая кристаллическая решётка создаёт условия для когерентной дифракции рентгеновских лучей.

ОБРАТИТЕ ВНИМАНИЕ

Положение рефлексов связано с межплоскостными расстояниями.

ПРАКТИЧЕСКИЙ КОНТЕКСТ

Измерение · калибровка · вывод



ПОСЛЕДОВАТЕЛЬНОСТЬ ОПЕРАЦИЙ

Схема или расчётная кривая; не реальные измерения.

Закон Брэгга

КЛЮЧЕВЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ · 02 / 13

ФИЗИЧЕСКИЙ СМЫСЛ

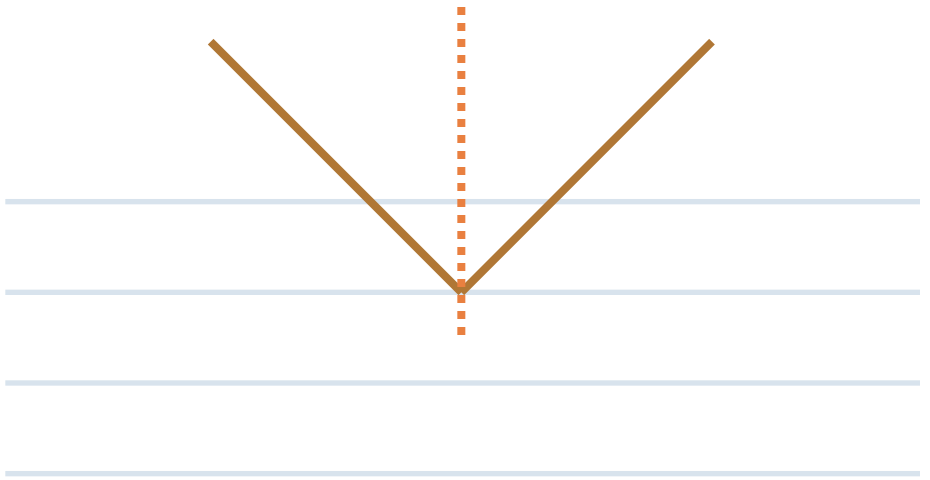
Конструктивная интерференция для выбранного семейства плоскостей возникает при выполнении закона Брэгга.

ОБРАТИТЕ ВНИМАНИЕ

Угол θ в формуле — угол между лучом и кристаллографической плоскостью.

СООТНОШЕНИЕ

$$n\lambda = 2d \sin\theta$$



Межплоскостное расстояние: d

Условие Брэгга: 2d sinθ = nλ

Схема или расчётная кривая; не реальные измерения.

Устройство дифрактометра

КЛЮЧЕВЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ · 03 / 13

ФИЗИЧЕСКИЙ СМЫСЛ

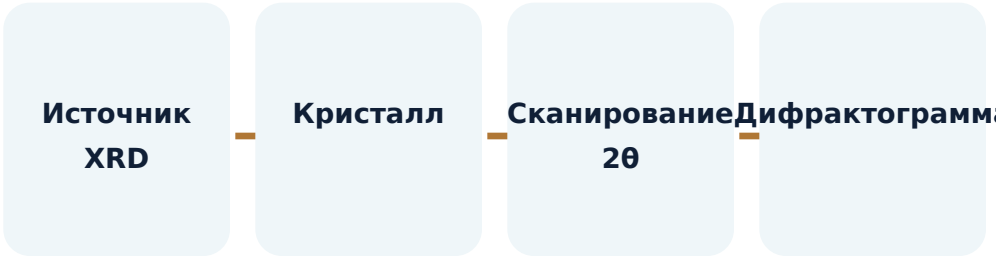
Рентгеновский источник, оптика, образец и детектор формируют дифракционный эксперимент.

ОБРАТИТЕ ВНИМАНИЕ

В стандартной геометрии результат часто отображают как интенсивность от 2θ.

ПРАКТИЧЕСКИЙ КОНТЕКСТ

Структура · состав · свойства



ПОСЛЕДОВАТЕЛЬНОСТЬ ОПЕРАЦИЙ

Схема или расчётная кривая; не реальные измерения.

Чтение дифрактограммы

КЛЮЧЕВЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ · 04 / 13

ФИЗИЧЕСКИЙ СМЫСЛ

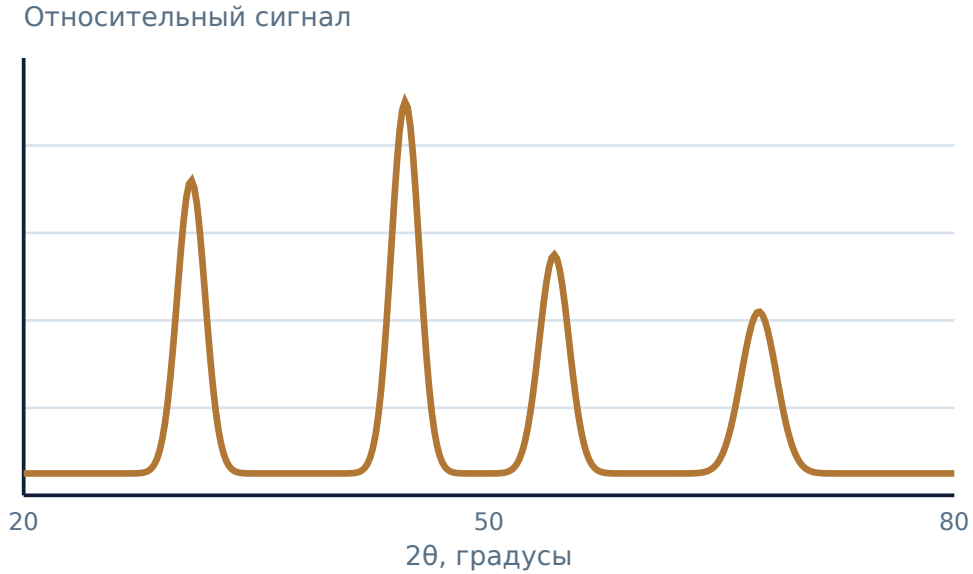
Положение, высота, ширина и форма рефлекса содержат разные структурные сведения.

ОБРАТИТЕ ВНИМАНИЕ

Фон, текстура и аппаратное уширение также влияют на измеренный профиль.

ПРАКТИЧЕСКИЙ КОНТЕКСТ

Измерение · калибровка · вывод



Модель дифрактограммы МОДЕЛЬ / СХЕМА

Схема или расчётная кривая; не реальные измерения.

Идентификация фаз

КЛЮЧЕВЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ · 05 / 13

ФИЗИЧЕСКИЙ СМЫСЛ

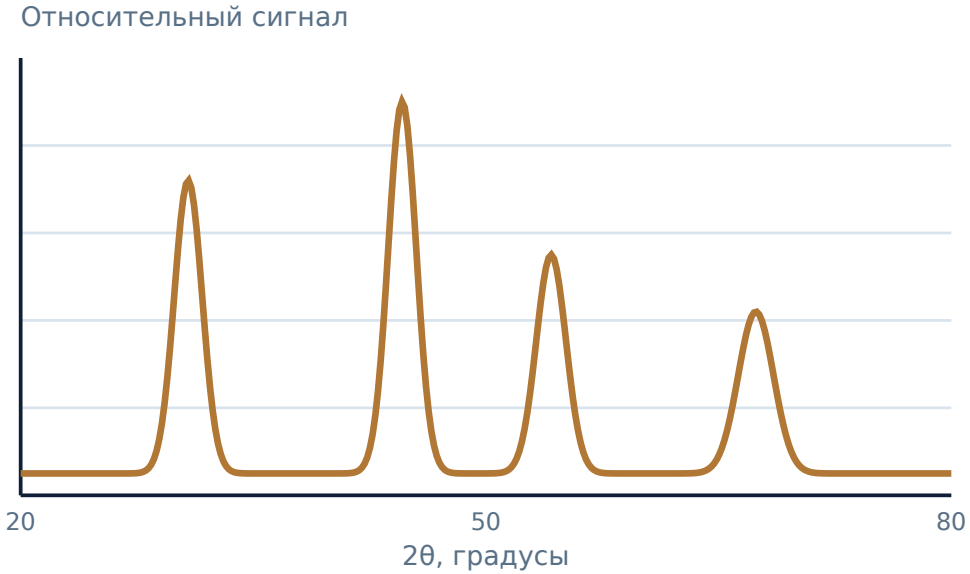
Фазы устанавливают по набору рефлексов, сопоставляя их с эталонными структурными данными.

ОБРАТИТЕ ВНИМАНИЕ

Один совпавший пик обычно недостаточен для надёжного фазового анализа.

ПРАКТИЧЕСКИЙ КОНТЕКСТ

Условия опыта · повторяемость



Модель дифрактограммы МОДЕЛЬ / СХЕМА

Схема или расчётная кривая; не реальные измерения.

Оценка размера кристаллитов

КЛЮЧЕВЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ · 06 / 13

ФИЗИЧЕСКИЙ СМЫСЛ

Ширина рефлексов может отражать конечный размер областей когерентного рассеяния.

ОБРАТИТЕ ВНИМАНИЕ

Полученный размер не следует автоматически принимать за диаметр частицы.

СООТНОШЕНИЕ

$$D = K\lambda/(\beta\cos\theta)$$

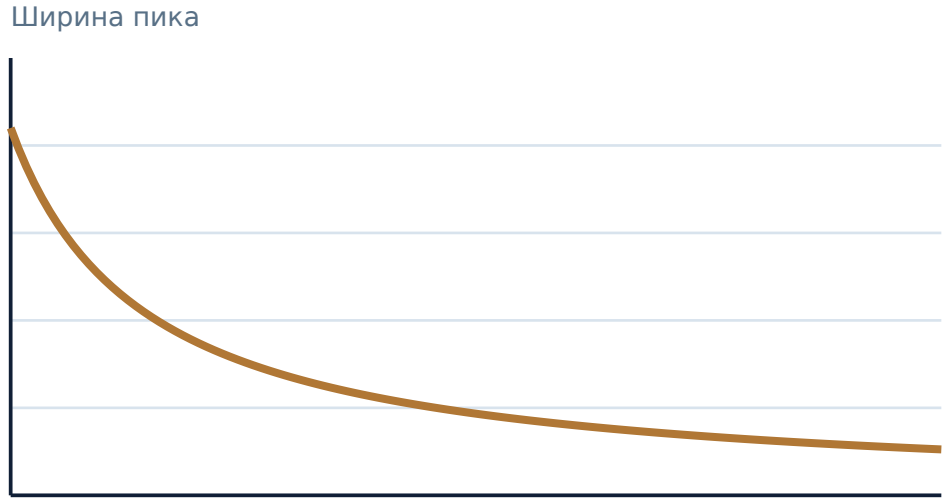


Схема или расчётная кривая; не реальные измерения.

Условия формулы Шеррера

КЛЮЧЕВЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ · 07 / 13

ФИЗИЧЕСКИЙ СМЫСЛ

Формула Шеррера применима к размерному уширению после вычитания аппаратного вклада.

ОБРАТИТЕ ВНИМАНИЕ

Ширину β в радианах используют для угла 2θ, а θ — брэгговский угол.

СООТНОШЕНИЕ

$D = K\lambda/(\beta\cos\theta)$, β в рад

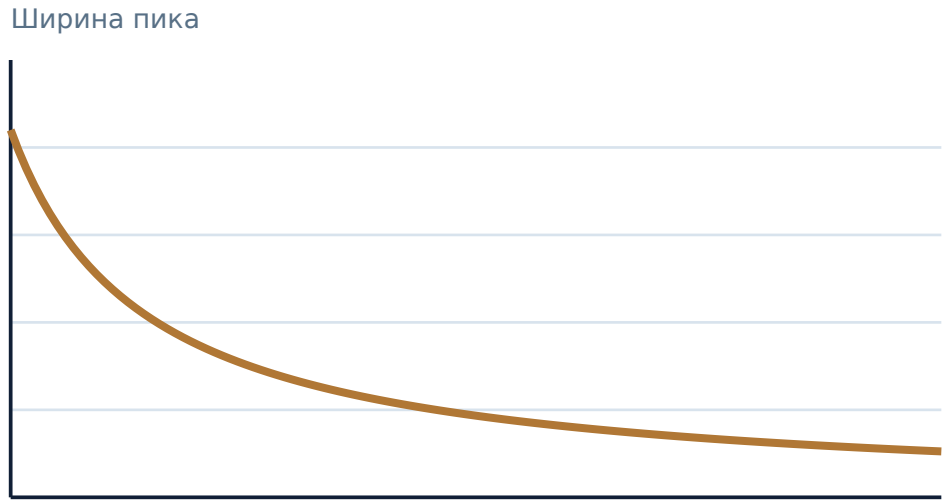


Схема или расчётная кривая; не реальные измерения.

Аппаратное уширение

КЛЮЧЕВЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ · 08 / 13

ФИЗИЧЕСКИЙ СМЫСЛ

Реальная ширина рефлекса складывается из вклада образца и прибора.

ОБРАТИТЕ ВНИМАНИЕ

Коррекцию проводят по эталону и подходящей модели формы линии.

ПРАКТИЧЕСКИЙ КОНТЕКСТ

Условия опыта · повторяемость



Модель дифрактограммы МОДЕЛЬ / СХЕМА

Схема или расчётная кривая; не реальные измерения.

Микродеформации и метод Williamson–Hall

КЛЮЧЕВЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ · 09 / 13

ФИЗИЧЕСКИЙ СМЫСЛ

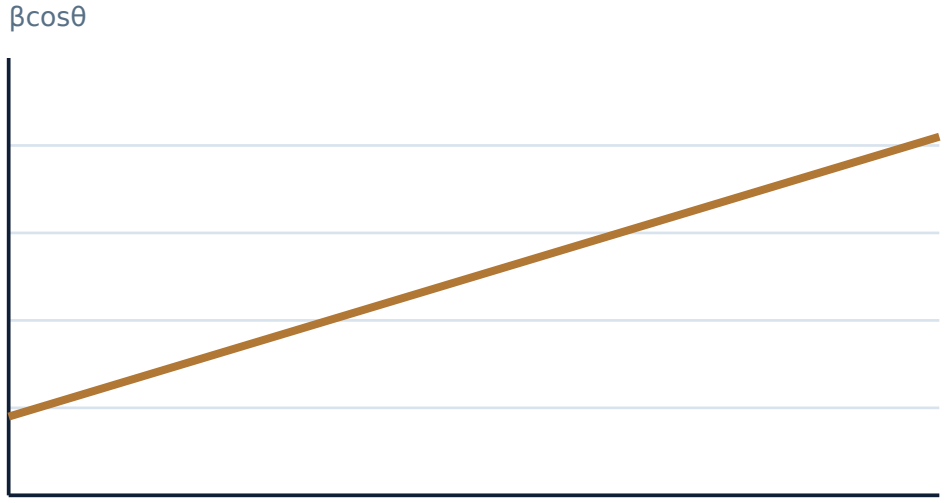
Микродеформации также расширяют дифракционные рефлексы.

ОБРАТИТЕ ВНИМАНИЕ

Линейная модель Williamson–Hall разделяет размерный и деформационный вклады только при своих предположениях.

СООТНОШЕНИЕ

$$\beta\cos\theta = K\lambda/D + 4\varepsilon\sin\theta$$



Williamson–Hall: наклон и отсечка МОДЕЛЬ / СХЕМА

Схема или расчётная кривая; не реальные измерения.

Геометрия тонкоплёночных измерений

КЛЮЧЕВЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ · 10 / 13

ФИЗИЧЕСКИЙ СМЫСЛ

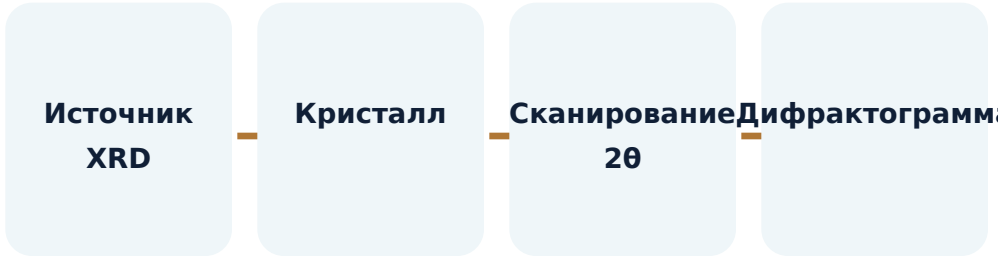
При малом угле падения GIXRD может повышать относительный вклад тонкого поверхностного слоя.

ОБРАТИТЕ ВНИМАНИЕ

Текстура плёнки изменяет набор наблюдаемых и интенсивность рефлексов.

ПРАКТИЧЕСКИЙ КОНТЕКСТ

Измерение · калибровка · вывод



ПОСЛЕДОВАТЕЛЬНОСТЬ ОПЕРАЦИЙ

Схема или расчётная кривая; не реальные измерения.

Кристаллические и аморфные материалы

КЛЮЧЕВЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ · 11 / 13

ФИЗИЧЕСКИЙ СМЫСЛ

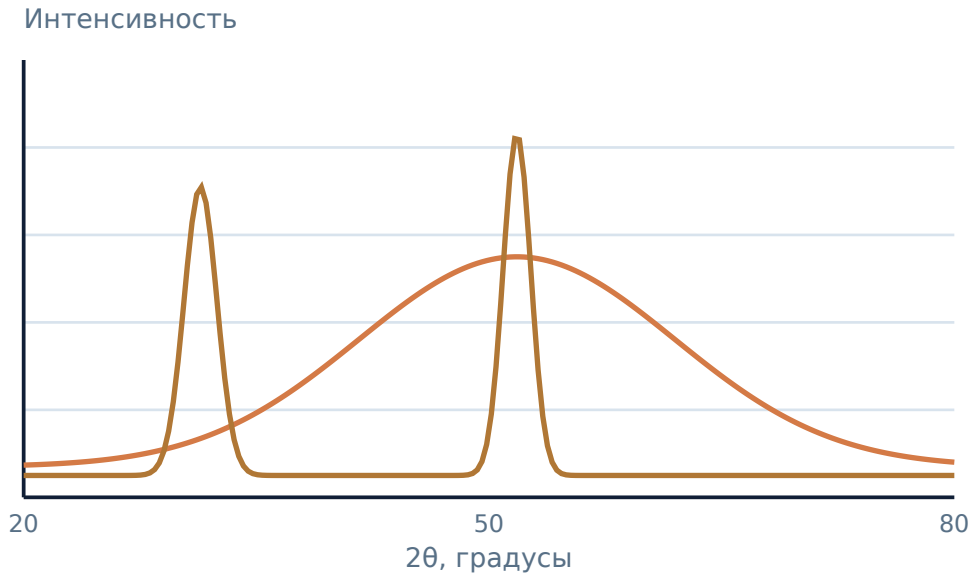
Кристаллические структуры обычно дают узкие рефлексы, а аморфные — широкие диффузные максимумы.

ОБРАТИТЕ ВНИМАНИЕ

Отсутствие пика само по себе не доказывает отсутствие материала.

ПРАКТИЧЕСКИЙ КОНТЕКСТ

Условия опыта · повторяемость



Узкие пики и аморфное гало МОДЕЛЬ / СХЕМА

Схема или расчётная кривая; не реальные измерения.

Обработка дифрактограммы

КЛЮЧЕВЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ · 12 / 13

ФИЗИЧЕСКИЙ СМЫСЛ

Перед фитированием проверяют калибровку оси, фон и модель профиля пика.

ОБРАТИТЕ ВНИМАНИЕ

Результат должен включать неопределённости положения и ширины линий.

ПРАКТИЧЕСКИЙ КОНТЕКСТ

Структура · состав · свойства



ПОСЛЕДОВАТЕЛЬНОСТЬ ОПЕРАЦИЙ

Схема или расчётная кривая; не реальные измерения.

Сопоставление XRD с другими методами

КЛЮЧЕВЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ · 13 / 13

ФИЗИЧЕСКИЙ СМЫСЛ

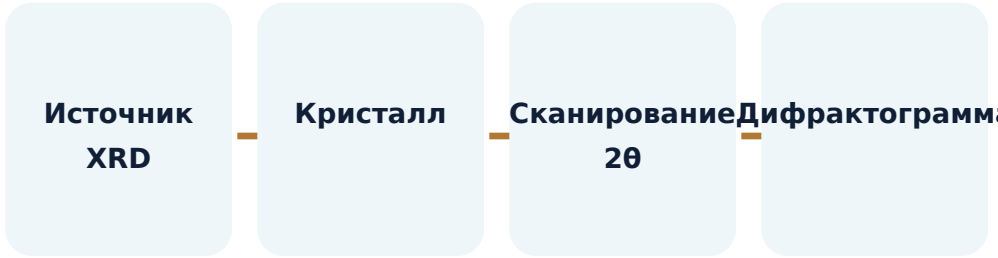
SEM и TEM показывают геометрические размеры частиц, а XRD — кристаллический порядок.

ОБРАТИТЕ ВНИМАНИЕ

Сравнение с Raman и электронной микроскопией помогает уточнить интерпретацию.

ПРАКТИЧЕСКИЙ КОНТЕКСТ

Измерение · калибровка · вывод



ПОСЛЕДОВАТЕЛЬНОСТЬ ОПЕРАЦИЙ

Схема или расчётная кривая; не реальные измерения.

Разбор расчётного примера: Расчёт межплоскостного расстояния

ИСХОДНЫЕ ДАННЫЕ

Cu Kα: λ = 0,15406 нм; порядок n = 1; измерено 2θ = 36°.

РЕШЕНИЕ

θ = 18°; d = 0,15406/(2 sin18°) ≈ 0,2493 нм.

КАК ПОНИМАТЬ РЕЗУЛЬТАТ

В формулу Брэгга подставляют угол θ, а не показание оси 2θ.

Итоги лекции: главные выводы

Принцип

Рентгеновский источник, оптика, образец и детектор формируют дифракционный эксперимент. В стандартной геометрии результат часто...

Применение

Реальная ширина рефлекса складывается из вклада образца и прибора. Коррекцию проводят по эталону и подходящей...

Ограничения

SEM и TEM показывают геометрические размеры частиц, а XRD — кристаллический порядок. Сравнение с Raman и...

Главный итог: обоснованный научный вывод требует корректной физической модели и проверки измерений.

Контрольные вопросы и литература

ВОПРОСЫ ДЛЯ САМОПРОВЕРКИ

1. Как связаны θ и 2θ?
2. Что именно даёт формула Шеррера?
3. Какие причины уширения линий бывают кроме размера?

РЕКОМЕНДУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. IUCr: crystallographic reference materials

2. Srinivasan et al. Experimental Techniques, 2024

Материалы курса, 2026

Самостоятельное задание: назовите измеряемый параметр, предложите метод и укажите возможный источник ошибки.