

УДК 539.23:539.26:548.73

НЕКОТОРЫЕ АСПЕКТЫ МЕТОДИКИ РЕНТГЕНОСТРУКТУРНОГО ФАЗОВОГО АНАЛИЗА ОБРАЗЦОВ НА ДИФРАКТОМЕТРЕ EMPUREAN

^{1,2)} Букина О.С., ¹⁾ Кукушкин И.М., ¹⁾ Семенина А.В.

¹⁾ Филиал «Институт атомной энергии» РГП НЯЦ РК, Курчатов, Казахстан

²⁾ ФГБОУ ВО «Алтайский государственный технический университет им. И.И. Ползунова», Барнаул, Россия

С 2015 года рентгеноструктурные исследования в Институте атомной энергии проводятся на современном рентгеновском дифрактометре «Empurean» фирмы Panalytical. «Empurean» – уникальный по своим возможностям рентгеновский дифрактометр с вертикально расположенным гониометром высокого разрешения, который сочетает возможности классического порошкового и исследовательского дифрактометра.

Ряд работ по бюджетным программам, коммерческим и грантовым проектам включает в себя проведение рентгеноструктурных исследований. В каждой работе образцы имеют характерные особенности (геометрические размеры, толщина, радиоактивность материала и пр.), которые необходимо учитывать при съемке дифрактограмм. Важно обеспечить воспроизводимость дифрактограмм для нескольких образцов, простоту способа пробоподготовки, приемлемость для работы с точки зрения радиационной безопасности. Для обеспечения составляющих качества дифрактограмм, а также в целях экономии ресурса рентгеновской трубки необходимо стремиться к тому, чтобы получать необходимую информацию по минимальному количеству дифрактограмм.

В статье представлена часть методики рентгенофазового анализа, которая успешно применяется при исследованиях конструкционных и топливных материалов.

ВВЕДЕНИЕ

Рентгеновский дифрактометр «Empurean» фирмы Panalytical является уникальным по своим возможностям дифрактометром с вертикально расположенным гониометром высокого разрешения. Благодаря модульной конструкции PreFIX (Pre-aligned Fast Interchangeable X-ray modules) Empurean сочетает возможности классического порошкового и исследовательского дифрактометра.

Ряд работ по бюджетным программам и грантовым проектам включает в себя проведение рентгеноструктурных исследований. В каждой работе образцы имеют характерные особенности (геометрические размеры, толщина, радиоактивность материала и пр.), которые необходимо учитывать при съемке дифрактограмм. Важно обеспечить воспроизводимость дифрактограмм для нескольких образцов, простоту способа пробоподготовки, приемлемость для работы с точки зрения радиационной безопасности. Для обеспечения составляющих качества дифрактограмм, а также в целях экономии ресурса рентгеновской трубки необходимо стремиться к тому, чтобы получать необходимую информацию по минимальному количеству дифрактограмм.

Фазовый анализ и определение рентгеноструктурных характеристик проводится на базе лаборатории испытаний конструкционных и топливных материалов ИАЭ РГП НЯЦ РК. Для получения данных с целью проведения анализа (дифрактограмм) используется рентгеновский дифрактометр «Empurean» фирмы Panalytical.

Дифракционные методы исследования структуры вещества основаны на изучении углового распределения интенсивности рассеяния рентгеновского излучения исследуемым веществом. Другое название

дифракционных методов – рентгенография. Первичный пучок, чаще всего монохроматичный, направляется на исследуемый образец, анализируется картина рассеяния. Поскольку длина волны излучения составляет не более 0,2 нм, т.е. соизмерима с расстоянием между атомами в веществе (0,1–0,4 нм), то рассеяние падающей волны представляет собой дифракцию на атомах. Дифракционная картина состоит из диффузного фона и селективных максимумов, распределение которых позволяет определить атомно-кристаллическое строение вещества. Индицирование рентгенограмм так же, как и определение периодов кристаллической решетки, является начальным этапом установления атомной структуры кристаллов, т.е. нахождения взаимного расположения атомов в ячейке.

Задачи по определению фазового состава в анализируемых образцах известного химического состава решаются методами рентгеновского фазового анализа.

Дифракционный спектр кристаллической фазы – зависимость интенсивности рассеяния от угла дифракции. Угловое положение отражений (максимумов интенсивности) или линий, определяется симметрией решетки, а их интенсивность – базисом. Вид дифракционной картины определяется, в первую очередь, структурой вещества, а потом уже его химическим составом. Каждая фаза имеет свою кристаллическую решетку, а значит, характеризуется определенным набором межплоскостных расстояний [1].

Дифракционными методами могут быть определены фазовый состав материала (качественно и количественно), толщина анализируемого слоя, наличие и величина макронапряжений в материале, размер зерен (частиц), кристаллографические текстуры в мате-

риале, наличие дефектов упаковки в кубических структурах и пр.

Формирование методики рентгеноструктурных исследований материалов с учетом имеющегося оборудования и программного обеспечения является важной задачей специалиста в области рентгеноструктурного анализа.

1 ПОСТАНОВКА ЗАДАЧИ ИССЛЕДОВАТЕЛЕМ, ФОРМУЛИРОВКА ОЖИДАЕМЫХ РЕЗУЛЬТАТОВ

Часто возникает проблема в постановке исследователем задачи рентгеноструктурных исследований. Рентгеновскими методами можно определить ряд параметров: качественный фазовый состав материала; количественное содержание фаз в материале; наличие текстуры; размеры кристаллитов и микронапряжения; параметры кристаллической решетки и прочее. Эти исследования занимают разное время (от нескольких часов до нескольких дней) и в целях опти-

мизации работы при постановке задач необходимо ограничиваться результатами, необходимыми исследователю.

Исследователь, предоставляющий материал для анализа рентгеноструктурных характеристик, должен сформулировать задачи исследования, обозначить информацию, которая должна быть получена в результате.

Помочь исследователю в постановке задачи и исполнителю при поиске путей ее решения призван «Опросный лист для составления технического задания по рентгеноструктурному исследованию». Пример опросного листа представлен на рисунке 1. В опросный лист входят вопросы, касающиеся типа материала, из которого был изготовлен образец, предварительной обработки материала, требований к размеру частиц, поверхностям, которые должны быть исследованы.

Опросный лист для составления технического задания по рентгеноструктурному исследованию

1. Подразделение-заказчик рентгеноструктурных исследований	
Телефон для связи:	Электронный адрес:
2. Об образце	
Описание материала, из которого был изготовлен образец:	
Сведения о радиоактивности материала Есть ли ограничения по времени работы с материалом?	
Предварительная термическая обработка материала: (температура нагрева, время нагрева, время выдержки, цель температурного воздействия)	
Предварительная обработка материала (воздействие заряженных частиц): (тип заряженных частиц (мощность пучка, энергия, ток), рабочий газ (давление), длительность облучения)	
Данные об элементном составе материала (состав, ГОСТ или др.)	
2.1 Порошковый образец	
Размер частиц порошка:	
Требуется ли доизмельчение (ожидаемый размер частиц)?	
2.2 Образец, вырезанный из части материала	
Требуется ли измельчение (ожидаемый размер частиц)?	
Количество сторон образца, которые необходимо исследовать	
Описание сторон образца, которые необходимо исследовать	
3. Информация, которую ожидается получить в результате исследования:	
<ul style="list-style-type: none"> - Только фазовый состав; - оценить чистоту материала (установить отсутствие примесей); - степень текстурированности; - рентгенографическая плотность; - параметр решетки кристалла кубической сингонии; - оценка количественного содержания; - оценить изменение (какого параметра, в результате какого действия); - другое 	
4. Тип отчетной документации по результатам исследования:	
<ul style="list-style-type: none"> - протокол; - материалы в отчет; - дифрактограмма в формате (.jpg, .pdf, .doc, .asc); - результат анализа дифрактограммы в формате MS Excel (.xls), включая таблицу пиков, описание карточек дифрактометрических данных, результат количественной оценки 	

Рисунок 1. Пример опросного листа

2 Описание процедуры пробоподготовки материала порошковых образцов

В зависимости от задания на исследование материал образца может быть измельчен до необходимого размера частиц. Материал подвергается дроблению в корундовой ступке шаровой мельницы «FRITSCH» с последующим просевом через сито, размер ячейки которого равен ожидаемому размеру частиц. Во избежание слишком мелкого измельчения частиц дробление при помощи шаровой мельницы должно происходить недолго с небольшой амплитудой (примерные параметры, задаваемые на дисплее шаровой мельницы «Sieving time=10 min, Amplitude=0,5») и поэтапно:

- 1) Представительная часть материала просеивается через сито (размер ячейки 50 мкм);
- 2) Оставшаяся часть материала на сите загружается в шаровую мельницу для дробления;
- 3) После дробления производится повторный просев и т.д. до полного просева всей части представительной порции материала через сито (размер ячейки 50 мкм).

Из измельченного порошкового материала подготавливается порошковый образец. Изготовление порошкового образца может быть произведено несколькими способами:

- прессованием порошкового материала в кювету для порошковых образцов;
- нанесением эмульсии порошкового материала на стеклянную пластинку (в случае малого количества порошкового материала).

Прессование порошкового материала в кювету проводится с помощью приспособлений, изображен-

ных на рисунке 2 а. Комплект для подготовки порошковых образцов содержит столик подготовки образца, на котором зажимается кольцо держателя образца, порошок наносится щеткой и лезвием ножа.

Рекомендуемый фирмой-производителем дифрактометра [2] способ приготовления порошковых образцов с использованием вышеуказанного комплекта заключается в следующем:

- 1) Закрепить кольцо держателя образца на столике подготовки (рисунок 2 б);
- 2) Распределить порошковый материал в кольце держателя так, чтобы порошок с горкой располагался внутри кольца (рисунок 2 в);
- 3) Вдавить порошок с усилием в кольцо держателя, используя порошковый прессовочный блок (рисунок 2 г);
- 4) Используя лезвие ножа, соскрести порошок, который высыпался за пределы кольца держателя во время прессования (рисунок 2 д). При необходимости распределить или просеять новую порцию порошкового материала на поверхность, затем снова запрессовать, используя порошковый прессовочный блок. Повторять указанные шаги до тех пор, пока не будет получен плотно спрессованный порошковый образец.
- 5) Удалить весь излишек порошка, находящийся выше края обоймы кольцевого держателя, используя лезвие ножа и кисть для удаления пыли. Образец должен выглядеть, как показано на рисунке 2 е;
- 6) Разместить нижнюю плиту на кольцо держателя, зафиксировать в этой позиции (рисунок 2 ж). Удостовериться, что устройство прочно закреплено.

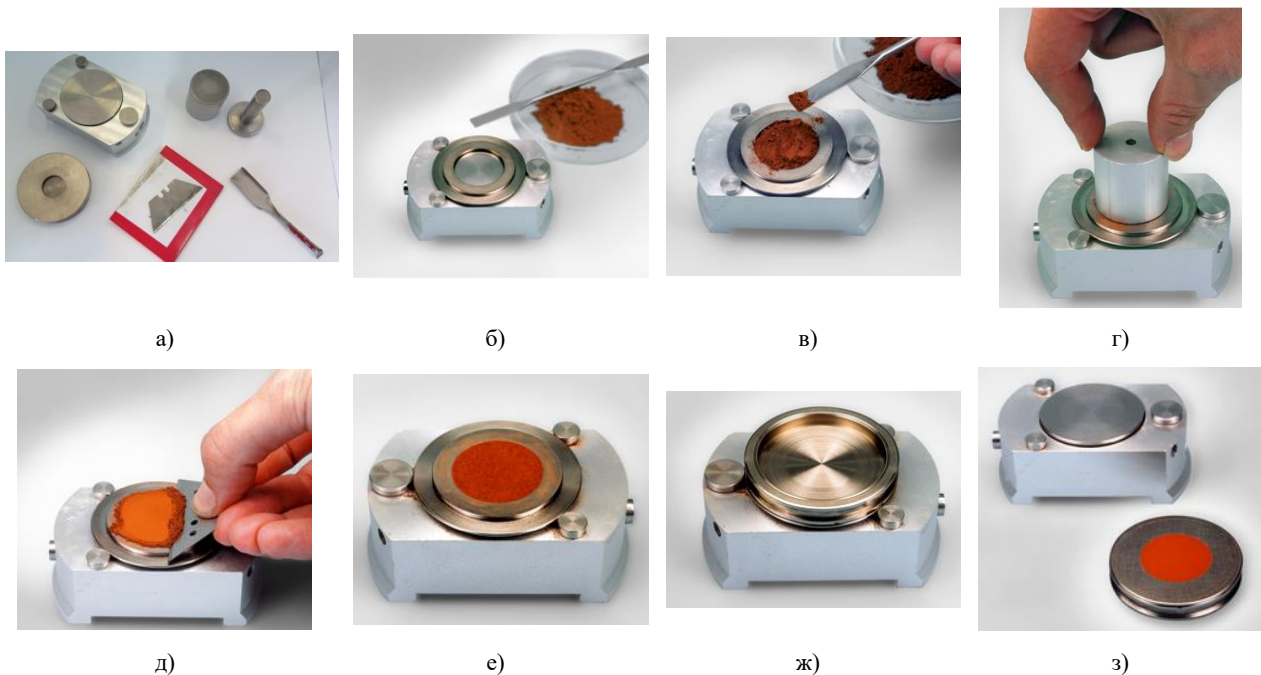


Рисунок 2. Иллюстрация процедуры и приспособлений для подготовки образцов с использованием комплекта для подготовки порошковых образцов [2]

7) Удалить держатель в сборе со столика подготовки, нажав на подпружиненную кнопку на столике. На рисунке показан образец в держателе, отделенный от столика подготовки (рисунок 2 з).

В практике работы лаборатории испытаний конструкционных и топливных материалов существует проверенный и отработанный метод подготовки порошковых образцов путем нанесения порошковой эмульсии на стеклянную пластинку. Процедура этого метода заключается в следующем:

1) Тщательно перемешать мелкодисперсную часть (размер частиц ≤ 50 мкм) материала в агатовой ступке с добавлением спирта и пластика;

2) Измельчить порции материала в агатовой ступке;

3) С помощью агатового пестика на стеклянную пластинку нанести эмульсию порошка;

4) Просушивать пластинку после каждого нанесения слоя эмульсии;

5) Поворачивать поверхность пластинки на 90° для нанесения следующего слоя эмульсии.

При изготовлении порошковых образцов для фазового анализа важным является определение толщины анализируемого слоя, от нее зависит объем материала, «просвечиваемый» рентгеновским излучением.

Рентгеновские методы ограничены толщиной анализируемого слоя. Глубина проникновения рентгеновских лучей в материал зависит от коэффициента ослабления рентгеновских лучей, плотности материала и величины угла рассеяния рентгеновского излучения исследуемым веществом. Оценка толщины слоя проводится по формуле [3]:

$$h = \frac{1,5 \sin(\theta)}{\mu}, \quad (1)$$

где θ – угол дифракции, μ – линейный коэффициент ослабления, который определяется произведением массового коэффициента ослабления μ_m рентгеновских лучей на плотность материала ρ . Массовые коэффициенты ослабления находятся по справочнику [4].

Толщина порошкового образца должна быть больше толщины анализируемого слоя.

3 МЕТОДИКА ПОЛУЧЕНИЯ, ОБРАБОТКИ И АНАЛИЗА ДИФРАКТОГРАММ

3.1 Режим работы рентгеновской трубки

Рентгеновские трубки являются источником излучения, которое формируется на мишени из чистого металла (Cu). Для генерации излучения мишень бомбардируется электронами, ускоренными потенциалом в несколько десятков киловольт [5]. Напряжение и ток рентгеновской трубки являются важными параметрами, от которых зависит качество получаемой дифрактограммы. В Руководстве пользователя Empyrean рекомендуются максимальные установки генератора высокого напряжения для рентгеновской

трубки с медным анодом (9430 033 73104 Empyrean XRD Tube Cu LFF HR) составляют 45 кВ (напряжение) и 40 мА (сила тока) [6].

Спектр излучения рентгеновской трубки состоит из тормозного и характеристического излучений. Характеристическое излучение – набор спектральных линий конечной ширины, из которых в структурном анализе используется наиболее интенсивная линия $K\alpha_1$ дублета $K\alpha_1 - K\alpha_2$.

3.2 Оптическая система дифрактометра

Реализация получения дифракционной картины осуществляется с помощью гониометра с геометрией по Брэггу-Брентано. Гониометр обеспечивает высокоточное измерение углов дифракции, позволяет осуществлять повороты вокруг общей оси (оси гониометра) рентгеновской трубки, держателя образца и детектора.

Коллиматор первичного луча гониометра образует сменные щели: щель расхождения, ограничивающая вертикальный размер пучка, антирассеивающая щель, маска падающего луча и щели Соллера.

Щели Соллера (стопка равноотстоящих тонких пластинок из сильно поглощающего рентгеновские лучи материала) ограничивают расходимость пучка в аксиальном направлении (перпендикулярно т.н. «экваториальной плоскости» – окружности фокусировки).

Щели расхождения и антирассеивающие щели используются для управления расходимостью падающего пучка рентгеновского излучения в экваториальной плоскости. Размер щели расхождения влияет на облучаемую длину на образце. Описание щелей расхождения, имеющихся в комплекте к дифрактометру, представлено в таблице 1.

Таблица 1. Описание щелей расхождения

Обозначение щели	Раскрытие, мм
4°	6,0
2°	3,0
1°	1,5
$1/2^\circ$	0,75
$1/4^\circ$	0,38
$1/8^\circ$	0,19
$1/16^\circ$	0,1
$1/32^\circ$	0,05

Щели расхождения $1/8^\circ - 1/32^\circ$ рекомендовано применять для низкоугловых положений, например при анализе тонких пленок или отражательной способности [6].

Размер маски падающего луча непосредственно влияет на облучаемую поверхность образца, так как формирует ширину падающего пучка излучения. Характеристики масок, имеющихся в комплекте дифрактометра, представлены в таблице 2. Приведены облучаемые ширины для фиксированных щелей расхождения.

**НЕКОТОРЫЕ АСПЕКТЫ МЕТОДИКИ РЕНТГЕНОСТРУКТУРНОГО ФАЗОВОГО АНАЛИЗА ОБРАЗЦОВ
НА ДИФРАКТОМЕТРЕ EMPYREAN**

Таблица 2. Ширина облучаемой поверхности в зависимости от применяемой маски (мм)

Маркировка маски	Щели Соллера		
	0,01 рад.	0,02 рад.	0,04 рад.
20	18,4	19,9	22,8
15	13,4	14,9	17,8
10	8,4	9,9	12,8
5	3,4	4,9	7,8

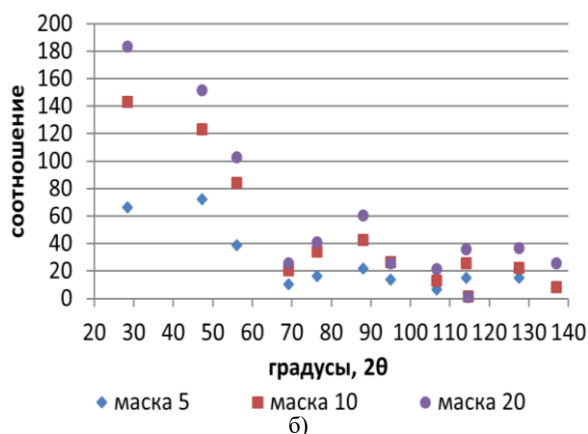
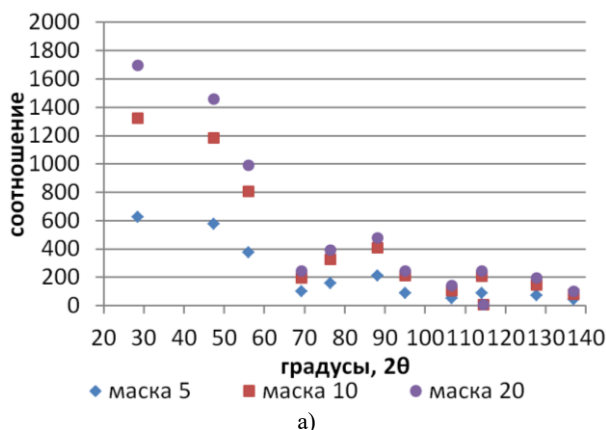


Рисунок 3. Результаты сопоставления высотной интенсивности пиков кремния к уровню фона (а) и интегральной интенсивности пиков кремния к уровню фона при использовании масок с обозначением 5, 10, 20

Для образца кремния проведено сравнение соотношений высотных и интегральных интенсивностей к фону в зависимости от применяемых масок (см. рисунок 3). Выведены следующие соотношения: средние высотные и интегральные интенсивности при использовании маски 20 в 1,9 раза больше, чем при маске 5. Средние высотные интенсивности при использовании маски 20 в 1,2 раза больше, чем при использовании маски 10, средние интегральные интенсивности – в 1,3 раза больше. Средние высотные интенсивности при маске 10 в 1,5 раза больше, чем при маске 5 для высотных интенсивностей, в 1,4 раза больше – при расчете по интегральным интенсивностям.

Высотные интенсивности увеличиваются почти в 2 раза при замене маски в 5 на 20; при замене маски с 5 на 10 – увеличиваются в 1,5 раза; при замене маски с 10 на 20 выигрыш составляет около 1,2 раза. Для интегральных интенсивностей соотношение примерно такое же.

Увеличение интегральных и высотных интенсивностей наиболее заметно на малых углах дифракции, примерно с 70°2θ разница между интенсивностями становится менее заметна.

Проведено несколько исследований на тему влияния параметров оптической системы на дифрактограммы. Вариации оптических параметров представлены в таблице 3. Иллюстрация дифрактограмм, полученных при исследовании стального диска, представлена на рисунке 4.

Выводы по исследованию со стальным диском: прирост интенсивности максимален при съемке без щелей Соллера – 4 съемка.

Когда убирается щель Соллера с падающего луча (съемка 2), интенсивность выше, чем когда щель Соллера отсутствует на дифрагированном луче (съемка 3), примерно на 20–30%. Относительно исходного сканирования Р6_ц_1.

Для поиска пиков малой интенсивности съемка без использования одной из щелей Соллера дает положительные результаты, аналогичные увеличению экспозиции в 4 раза.

Таблица 3. Вариации оптических параметров (образец из стального диска)

№ съемки по порядку	Обозначение дифрактограммы	Щель Соллера (пад. луч), рад.	Щель расхождения, °	Антирассеивающая щель, °	Маска падающего луча	Угловой диапазон, °2θ	Размер шага сканирования, °2θ	Время на шаг (время экспозиции), с	Щель Соллера (диф. луч), рад.
1	Исходные параметры (Р6_ц_1)*	0,02	1	2	10	5–153	0,026	30,6	0,02
2	Без щели Соллера на падающем луче*	нет	1	2	10	5–153	0,026	30,6	0,02
3	Без щели Соллера на дифрагированном луче*	0,02	1	2	10	5–153	0,026	30,6	нет
4	Без щелей Соллера*	нет	1	2	10	5–153	0,026	30,6	нет
5	Р6_ц_1 (Щель расхождения 2, Антира рассеивающая щель 4)**	0,02	2	4	/-/	/-/	/-/	/-/	0,02

Примечание: * при значении параметра щели расхождения 1°, раскрытие 1,5 мм; 2° – 3 мм.
**при значении параметра антирассеивающей щели 2° раскрытие 3 мм, при 4° – 6 мм.

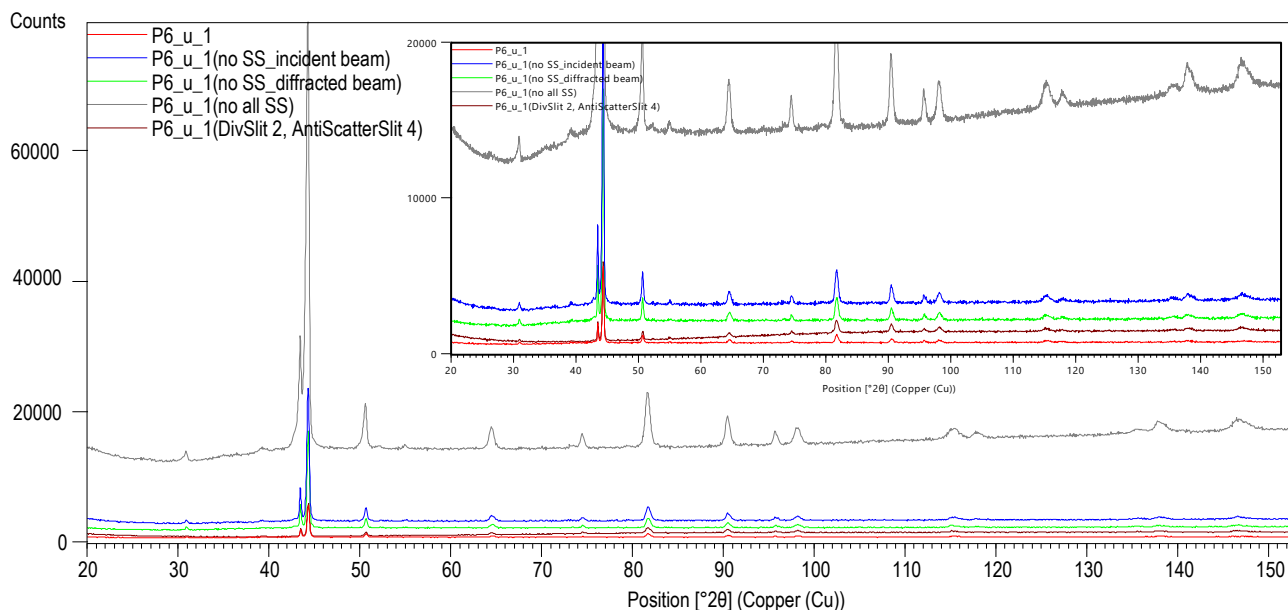


Рисунок 4. Дифрактограммы, полученные при вариациях оптических параметров для образца стального диска

Изменение щели расхождения падающего пучка (съемка 5) в начальном диапазоне углов приводит к увеличению фона, интенсивность остается на исходном уровне. При рассмотрении углов более $60^\circ 2\theta$ наблюдается рост флуоресценции – увеличение фона примерно до $80^\circ 2\theta$, на 80° фон выравнивается до одного уровня. Размер пучка при 60° попал на размер образца, далее увеличивается облучаемая поверхность и интенсивность становится постоянной.

Увеличение светосилы (съемка без щелей Соллера) однозначно дает результаты при поиске пиков малой интенсивности.

В комплект дифрактометра Empyrean входит детектор PIXcellD, который имеет несколько режимов работы. На практике, в основном, используется сканирующий линейный детектор.

3.3 Режим стандартной съемки в просмотром режиме и обработка дифрактограмм

Время экспозиции, размер шага сканирования, исследуемый угловой диапазон – параметры, которые должны выбираться для каждого отдельного случая в зависимости от задач исследования.

Режим стандартной съемки на дифрактометре в просмотром режиме проводится при следующих параметрах: Режим работы детектора PIXcellD – сканирующий линейный детектор (scanning line detector). Излучение: Cu K α ; напряжение и ток: 45 kV, 40 mA. Используется фиксированная щель расхождения с угловым расхождением 1° , антирассеивающая щель 2° , маска падающего пучка с маркировкой 20, обеспечивающая ширину падающего пуч-

ка 19,9 мм. Время экспозиции (время на шаг) при съемках – 30,6 с, размер шага сканирования для дифрактограмм $0,026^\circ 2\theta$, исследуемый угловой диапазон $5\text{--}153^\circ 2\theta$. Продолжительность съемки при таких параметрах – около 12 минут.

Обработка дифрактограмм проводится посредством программы для обработки и поиска «HighScore».

Для идентификации фазового состава использовалась база данных Crystallography Open Database [7] и PDF-2.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Обобщив представленную информацию, можно сделать следующие выводы:

1. Исследователь, предоставляющий материал для анализа рентгеноструктурных характеристик, должен сформулировать задачи исследования, обозначить информацию, которая должна быть получена в результате.
2. Для постановки задачи может быть полезен «Опросный лист для составления технического задания по рентгеноструктурному исследованию», разработанный автором статьи.
3. Представлены рекомендации по изготовлению порошковых образцов для рентгенографирования.
4. Проанализирована оптическая система дифрактометра. Определены основные зависимости на качество дифрактограмм параметров узлов оптической схемы. Выбраны оптимальные параметры для проведения стандартных съемок, обеспечивающие достаточное качество дифрактограмм.

ЛИТЕРАТУРА

1. Головкин, Б.Г. Фазовый анализ. Методы. Практика применения / Б.Г. Головкин - [Электронный ресурс].– Режим доступа: https://www.researchgate.net/publication/322223274_Fazovyj_analiz_Metody_Praktika_primeneniya (05.11.2019).
2. XRD Sample Holders & Preparation. User's Guide. – Сентябрь 2007. – Кодовый номер заказа: 4022 339 11401.
3. Иванов А.Н. Дифракционные методы исследования материалов: конспект лекций по спецкурсу «Физика металлов» / А.Н. Иванов. – М.: МИСиС, 2008. – 99 с.
4. Рентгеноспектральный справочник / М.А. Блохин, И.Г. Швейцер. – М.: Наука, 1982. – 374 с.
5. Аспекты точности в дифрактометрии поликристаллов / В.И. Лисойван, С.А. Громилов. – Новосибирск: Наука, 1989. – 243 с.
6. Емргеан: руководство пользователя. – Октябрь 2010. – Кодовый номер заказа: 4022 339 16621.
7. Crystallography Open Database – an open-access collection of crystal structures // S. Gražulis, D. Chateigner, R. T. Downs, A. F. T. Yokochi, M Quirós, L. Lutterotti, E. Manakova, J. Butkus, P. Moeck & A. Le Bail // J. Appl. Cryst., 2009. – 42. – 726–729.

ЕМРҮРЕАН ДИФРАКТОМЕТРІНДЕ ҮЛГІЛЕРДІҢ РЕНТГЕН ҚҰРЫЛЫМДЫЛЫҚ ФАЗАЛЫҚ ТАЛДАУ ӘДІСТЕМЕСІНІҢ БІРШАМА АСПЕКТІЛЕРІ

^{1,2)} О.С. Букина, ¹⁾ И.М. Кукушкин, ¹⁾ А.В. Семенова

¹⁾ ҚР ҰЯО РМК «Атом энергиясы институты» филиалы, Курчатов, Қазақстан

²⁾ «И.И. Ползунов атындағы Алтай мемлекеттік техникалық университеті» жоғары білім беретін
Федералдық мемлекеттік бюджеттік білім беру мекемесі, Барнаул, Ресей

2015 жылдан бастап Атом энергиясы институтында рентген құрылымдылық зерттеулер Panalytical фирмасының «Empyrean» қазіргі рентген дифрактометрінде жүргізіледі. «Empyrean» – классикалық ұнтақты және зерттеулік дифрактометрiнiң мүмкiндiгiн байланыстыратын ажырату қабылетi жоғары тiк орналасқан гениометрi бар өзiнiң мүмкiндiктерi бойынша бiрегей рентгендiк дифрактометр.

Бюджеттiк бағдарламалар, коммерциялық және гранттық жобалар бойынша жұмыстардың қатары өзiне рентген құрылымдылық зерттеулердi жүргізудi енгiзедi. Әр бiр жұмыста үлгiлер диффрограммаларды түсiру кезiнде есепке алуды қажет ететiн сипаттамалық ерекшелiктерi бар (геометриялық өлшемдер, қалыңдығы, материалдың радиобелсендiлiгiн және т.б.). Бiрнеше үлгiлерге арналған диффрограммалардың жаңғыртылуын, сынаманы дайындау тәсiлiнiң жеңiлдiлiгiн, радиациялық қауiпсiздiгi көзқарасынан жұмысқа арналған тиiмдiлiгiн қамтамасыз ету маңызды. Диффрактограммалардың сапасын құрастырушыларды қамтамасыз ету, және де рентген құбырының ресурсының экономиясының мақсаттарында диффрактограммалардың минималды саны бойынша қажеттi ақпаратты алу үшiн ұмтылу керек.

Мақалада конструкциялық және отындық материалдарды зерттеу кезiнде сәттi қолданылатын рентген фазалық талдау әдiстемесiнiң бөлiгi ұсынылған.

SOME ASPECTS OF X-RAY PHASE ANALYSIS METHODS FOR SAMPLES USING AN EMPYREAN DIFFRACTOMETER

^{1,2)} O.S. Bukina, ¹⁾ I.M. Kukushkin, ¹⁾ A.V. Semenina

¹⁾ Branch “Institute of Atomic Energy” RSE NNC RK, Kurchatov, Kazakhstan

²⁾ Federal State Budget Educational Institution of Higher Education
“Polzunov Altai State Technical University”, Barnaul, Russia

Since 2015, X-ray diffraction studies at the Institute of Atomic Energy have been carried out on a modern Panalytical Empyrean X-ray diffractometer. Empyrean is a unique X-ray diffractometer with a vertically positioned high-resolution goniometer, which combines capabilities of a classic powder and research diffractometer.

A number of works on budget programs, commercial and grant projects include x-ray structural studies. In each work, samples have typical features (geometric dimensions, thickness, radioactivity of the material, etc.), which should be taken into account when shooting diffraction patterns. It is important to ensure precision of diffraction patterns for several samples, simplicity of the sample preparation method, and acceptability to work from the point of view of radiation safety. To ensure the quality components of the diffraction patterns, as well as to save the life of the X-ray tube, it is necessary to strive to obtain the required information on the minimum number of diffraction patterns.

The paper presents part of x-ray phase analysis method, which is successfully used in the study of structural and fuel materials.