



УДК 539.26:681.3.06

© В. В. Корчевский, Е. А. Жуков, Е. О. Киле, А. В. Сюй, 2012

## ИСКЛЮЧЕНИЕ СИСТЕМАТИЧЕСКИХ ПОГРЕШНОСТЕЙ ПРИ ИЗМЕРЕНИИ ШИРИНЫ ДИФРАКЦИОННЫХ ЛИНИЙ ЧИСЛЕННЫМИ МЕТОДАМИ

*Корчевский В. В.* – д-р физ.-мат. наук, проф. кафедры «Электротехника и электроника», тел. (4212) 37-51-85, e-mail: kvv@ele.khstu.ru; *Жуков Е. А.* – д-р физ.-мат. наук, проф. кафедры «Электротехника и электроника», тел. (4212) 37-51-85, e-mail: kvv@ele.khstu.ru (ТОГУ); *Киле Е. О.* – асп., тел. (4212) 40-76-14, e-mail: fizika@festu.khv.ru; *Сюй А. В.* – канд. физ.-мат. наук, проф. кафедры «Физика», тел. (4212) 40-76-14, e-mail: fizika@festu.khv.ru (ДВГУПС)

Рассмотрено использование численных методов для оценки систематических погрешностей измерения ширины дифракционных линий с помощью рентгеновского дифрактометра. Показана роль конструктивных особенностей дифрактометров в формировании систематических погрешностей.

Use of numerical methods for an estimation of measurement regular errors of diffraction line width with the help of an x-ray diffractometer is considered. The role of design features of the diffractometer in the formation of regular errors is shown.

*Ключевые слова:* рентгеновский дифрактометр, численные методы, систематическая погрешность.

Понимание процессов, происходящих в кристаллических телах на наноскопическом уровне, невозможно без оценки размеров областей когерентного рассеяния (ОКР) или областей, которые обладают совершенной кристаллической структурой. Чем больше размер ОКР, тем совершенней кристаллическое тело. Диапазон изменений размеров ОКР лежит от нескольких нанометров до сотен нанометров. Наиболее распространенный метод определения размеров ОКР состоит в измерении ширины дифракционной линии с помощью рентгеновских дифрактометров.

Особенностью рентгеновских дифрактометров являются специфические систематических погрешности. Они обусловлены конструктивными особенностями оборудования, но представляют по своей сути методические погрешности, так как принцип действия оборудования лежит в основе метода измерения. Неисключенные такие погрешности могут значительно исказить

результат измерений. Выявить источники данных погрешностей довольно сложно, поскольку для этого необходимо обладать методом, основанным на совершенно ином принципе. Однако реализованный метод бывает и единственно возможным.

Наиболее распространенный способ исключения таких погрешностей заключается в использовании стандартных образцов [1]. При этом требования к стандартным образцам бывают столь расплывчатыми, что сами образцы становятся источниками систематических погрешностей.

Однако современные компьютерные технологии позволяют предложить другой способ, основанный на устранении методико-инструментальной погрешности путем численного моделирования процесса измерений или испытаний. Суть этого подхода состоит в разбиении всего процесса измерения на элементарные операции, описываемые простыми математическими выражениями. С помощью вычислительной техники эти элементарные операции складываются друг с другом в той последовательности, которая наблюдается в процессе измерения. Полученные значения сравниваются с экспериментальными данными. Расхождения расчетных и экспериментальных данных свидетельствует о наличии систематической погрешности. В работе [2] такой подход был применен для нахождения размеров областей когерентного рассеяния и микроискажений для закаленной и отпущенной при разных температурах стали 30ХГСНА.

Цель работы заключается в аналитической оценке систематических погрешностей, связанных с геометрическими условиями получения дифракционной линии на рентгеновском дифрактометре.

Влияние геометрических условий съемки на профиль дифракционной линии можно учесть путем численного моделирования процесса получения дифракционной линии на рентгеновском дифрактометре со схемой фокусировки, показанной на рис. 1.

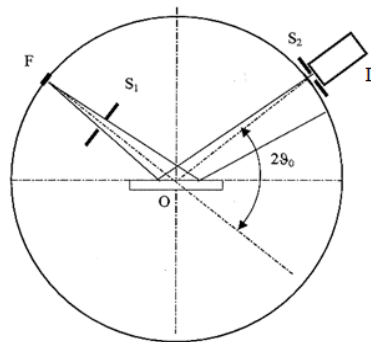


Рис. 1. Схема фокусировки рентгеновского дифрактометра

В соответствии с этой схемой проекция фокуса рентгеновской трубки F и щель детектора  $S_2$  располагаются на одной окружности, на оси которой располагается поверхность образца. Детектор D вращается относительно оси с



угловой скоростью, в два раза превышающей скорость вращения образца. В результате этого при любом угловом положении поверхности образца относительно фокуса рентгеновской трубки детектор будет находиться под углом отражения падающего на поверхность излучения.

Основная идея численного моделирования состоит в том, что фокус рентгеновской трубки  $F$  рассматривается как совокупность точечных источников. Расходящиеся излучения от каждого точечного источника падают на образец  $O$  в некотором диапазоне углов отражения, определяемого расстоянием от фокуса до образца, углом поворота образца относительно фокуса, шириной щели  $S_1$ , расстоянием от фокуса до щели  $S_1$  и от щели  $S_1$  до образца. Это излучение можно представить в виде набора дискретных лучей, угловое положение каждого из которых отличается от рядом расположенных на одинаковый элементарный угол. Каждый такой луч несет в себе энергию, соответствующую энергии непрерывного излучения, расположенного в этом элементарном угле. Перебирая такие лучи, проходящие через щель  $S_1$ , для определенных точек фокуса трубки, можно получить угловое распределение интенсивности падающего излучения. Если угол падения соответствует углу Вульфа-Брэгга, то возникает дифрагированное излучение. Это излучение будет зарегистрировано детектором  $D$  только в том случае, если пройдет через щель детектора  $S_2$ , имеющую заданную ширину.

В результате выполнения этих операций получается теоретическая дифракционная линия, содержащая систематические погрешности, обусловленные геометрическими условиями получения дифракционной линии. Ее угловое положение будет определяться брэгговским углом отражения  $\vartheta_0$ , а ширина – числом плоскостей отражения в направлении падающего излучения  $N$ . Ширина дифракционной линии обратно пропорциональна  $N$ . Размер ОКР  $D$  определяется выражением:

$$D = \frac{\lambda N}{2 \sin \vartheta_0},$$

где  $\lambda$  – длина волны рентгеновского излучения.

В качестве инструмента исследования была использована специальная программа, созданная на основе программы DLINEWID [3]. С помощью этой программы были теоретически рассмотрены влияния различных геометрических факторов. Как показало численное моделирование, основными факторами, влияющими на ширину дифракционной линии, являются число плоскостей отражения, угол отражения, немонахроматичность рентгеновского излучения, угол разориентации ОКР, ширина фокуса рентгеновской трубки; ширина щелей перед рентгеновской трубкой и детектором рентгеновского излучения; размер гониометра; расстояние от центра гониометра до первой щели. Результаты отдельных исследований приведены на рис. 2–4.

На этих рисунках ординатой является относительная систематическая погрешность, определенная выражением:

$$\delta = \frac{B_n - B_\phi}{B_\phi} \times 100\%,$$

где:  $B_\phi$  – полуширина теоретической дифракционной линии, в которой отсутствует систематическая погрешность;  $B_n$  – полуширина теоретической дифракционной линии, в которой присутствует систематическая погрешность.

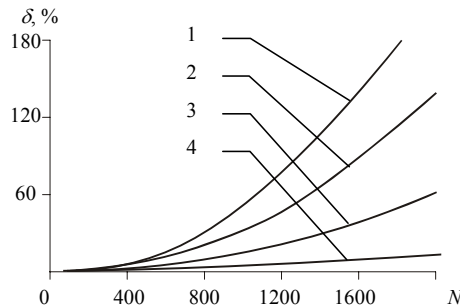


Рис. 2. Зависимости относительной систематической погрешности от числа плоскостей отражения при разных углах отражения:  
1 – 15 °; 2 – 30 °; 3 – 45 °; 4 – 60 °

Результаты численного моделирования показывают, что наибольший вклад в систематические погрешности вносят число плоскостей отражения и немонахроматичность рентгеновского излучения. Из рис. 2 следует, что для данного угла отражения уменьшение физического уширения дифракционной линии вследствие роста  $N$  приводит к росту относительной систематической погрешности.

Применение стандартных образцов основано на том, что их полуширина дифракционной линии обусловлена систематическими погрешностями. Однако согласно критерию ничтожно малой погрешности [4] такая ситуация возможна только тогда, когда относительная систематическая погрешность больше 330 %. Экспериментально такое значение можно наблюдать только в монокристаллах, для которых  $N$  больше 3000 для малых углов отражения. Но из-за зависимости  $\delta$  от углов отражения использование монокристаллов в качестве стандартных образцов приведет к возникновению неисключенных систематических погрешностей, так как углы отражения для одного и того же вещества, находящегося в кристаллическом или поликристаллическом состоянии, не совпадают.

На рис. 3 показаны результаты исследования влияния ширины щели перед детектором на относительную систематическую погрешность при следующих значениях других параметров: расстояние от оси до плоскости щели детектора – 180 мм; расстояние от оси до плоскости первой щели – 135 мм; ширина фокуса рентгеновской трубки – 0,04 мм; ширина первой щели – 1 мм; число плоскостей отражения – 1500.

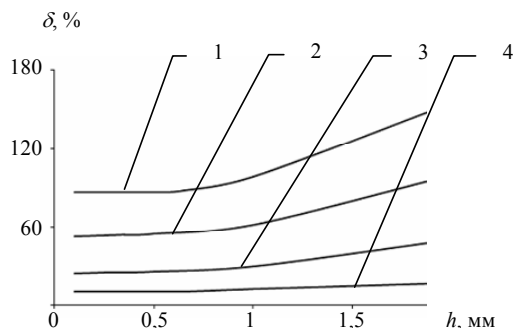


Рис. 3. Зависимость относительной систематической погрешности от размеров щелей перед детектором при разных углах отражения:  
1 – 15 °; 2 – 30 °; 3 – 45 °; 4 – 60 °

Из результатов этих исследований вытекает, что для уменьшения систематических погрешностей следует пользоваться щелями шириной 0,5 и менее мм. Эти результаты согласуются с экспериментально установленными требованиями о том, что ширина щелей перед детектором не должна превышать 0,5 мм.

Как показали результаты численного исследования, изменения ширины первой щели от 2 мм до 0,5 мм оказывают влияние только на интенсивность дифрагированного излучения. При этом относительная систематическая погрешность уменьшается на 1 %. При ширине первой щели, равной 0,25 мм, уширение дифракционной линии уменьшается на 5 %. Следовательно, ширина первой щели не оказывает существенное влияние на уширение дифракционной линии.

Результаты исследования влияния ширины эффективного фокусного пятна рентгеновской трубки  $F$  представлены на рис. 4.

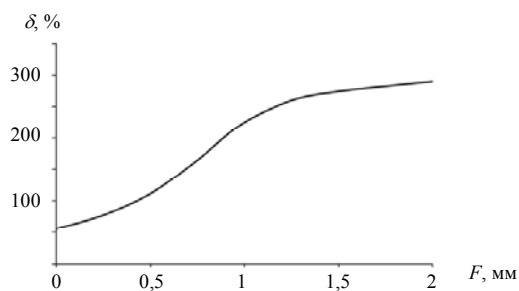


Рис. 4. Зависимость относительной систематической погрешности от ширины эффективного фокуса рентгеновской трубки

На этом рисунке показана зависимость  $\delta(F)$ , построенная для угла отражения  $30^\circ$  и  $N = 600$ , от ширины. При изменении ширины фокусного пятна от 0,001 до 0,1 мм относительная систематическая погрешность остается по-

стоянной. При ширине эффективного фокусного пятна более 1,5 мм эта погрешность становится настолько большой, что любые изменения кристаллической структуры уже не оказывают влияние на ширину дифракционной линии. Полученные данные объясняют, почему в аппаратуре рентгеноструктурного анализа стараются использовать фокусное пятно с диаметром менее 0,1.

Влияние радиуса гониометра  $R$  и расстояния от оси вращения образца  $L$  исследованы на трех типах дифрактометров: ДРОН-1, ДРОН-3 и ДРОН-6, для которых отношения  $L/R$  составляют 135/180, 105/192, 92/200 соответственно. Наименьшей систематической погрешностью обладает ДРОН-6, которая для угла отражения  $30^\circ$  и  $N = 600$  на 5 % меньше, чем для ДРОН-3, и на 15 % меньше, чем для ДРОН-1. Это различие увеличивается с ростом  $N$  и уменьшается с увеличением угла отражения. Следовательно, при существующих методах обработки в количественном соотношении данные, полученные на различных типах дифрактометров, несопоставимы друг с другом.

Полученные результаты численных исследований подтверждают ранее установленные экспериментально разными исследователями воздействия большинства из геометрических факторов на ширину дифракционных линий и использованных при разработке оборудования для рентгеноструктурного анализа и методик его проведения, что свидетельствует о достоверности этих результатов. Однако в последнее время наметилась опасная тенденция создания дифрактометров, позволяющих регистрировать дифракционные линии только на малых углах отражения. Такие дифрактометры понижают достоверность результатов определения параметров тонкой кристаллической структуры.

Таким образом, использование численных методов позволяет учесть влияние систематических погрешности, связанных с геометрическими условиями получения дифракционной линии на рентгеновском дифрактометре на результаты определения размеров областей когерентного рассеяния.

### Библиографические ссылки

1. Горелик С. С., Скаков Ю. А., Расторгуев Л. Н. Рентгенографический и электронно-оптический анализ. – М.: Московский ин-т стали и сплавов, 1994.
2. Корчевский В. В. Применение численных методов для определения параметров кристаллической структуры по профилю одной дифракционной линии // ИЗВУЗ. – Физика. – 2005. – Т. 48. – № 4.
3. Корчевский В. В. Программа определения параметров тонкой структуры кристаллов: Св-во об офиц. регистрации программы для ЭВМ № 2006613680; правообладатель Тихоокеанский государственный университет. – заявл. 30.05.06; зарегистр. в Реестре программ для ЭВМ 24.12.06.
4. Метрология / А. Г. Сергеев, В. В. Крохин. – М., 2000.