

Nano-kristālisku pulveru rentgenstarojuma difrakcijas analīze ar Debaija izkliedes vienādojumu

Reinis Ignatāns, Edgars Vanags
¹*Latvijas Universitātes Cietvielu fizikas institūts*

Pulvera rentgenstaru difrakcijas ainām (gan sinhrotrona starojuma, gan laboratorijas instrumentu) Ritvelda analīze ir kļuvusi par standarta metodi. Tomēr jāņem vērā, ka tā ir piemērota un dod vislabākos rezultātus, ja pulveris ir augsti kristālisks un ar $\sim 1 \mu\text{m}$ kristalītu izmēru. Mūsdienās liela uzmanība ir vērsta uz nanokristālisku vielu pētījumiem, kuru analīze ar tradicionālo Ritvelda metodi mēdz būt komplicēta vai arī pat dot nepareizu informāciju.

Šī iemesla dēļ nanokristālisku vielu analīzē kļūst populāra metode, kas sevī ietver Rentgendifrakcijas ainas rekonstrukciju risinot Debaija izkliedes vienādojumu statistiskai daļiņu populācijai. Šī metode ļauj analizēt gan difrakcijas ainu gan no apgrieztās telpas perspektīvas (atomārās pozīcijas kristālos, termiskie parametri, režģa parametra atkarība no daļiņas izmēra u. c.), gan no tiešās telpas – kristalītu izmēru statistiskais sadalījums, to morfoloģija.

Līdzīgi kā Ritvelda metode pirmsākumos, arī šī metode sākuma tika izmantota vairāk datu analīze, kas iegūts lielajās iekārtās (neutronu starojums, sinhrotrons). Tomēr ir indikācijas, ka šī metode var tikt veiksmīgi pielietota arī laboratorijas instrumentu datu analīzē. Īpaša uzmanība tiks pievērsta datu analīzē no instrumentiem, kas ir pieejami LU CFI. Tas tiks demonstrēts uz nanokristālisku ($\sim 16 - 20 \text{ nm}$) TiO_2 , kas ļauj salīdzināt tradicionālo Ritvelda metodi ar Debaija izkliedes metodi, un nanokristālisku ($\sim 2 - 3 \text{ nm}$) ZnS , kur Ritvelda metode praktiski vairs nav pielietojama.

Nano-crystalline powder X-ray diffraction analysis with Debye scattering equation

Reinis Ignatans¹, Edgars Vanags¹
¹*Institute of Solid State Physics, University of Latvia*

Nowadays Rietveld analysis of powder X-ray diffraction patterns (both synchrotron and lab-based instruments) has become a standard method. However, it must be taken in to account, that it is best suited and gives the best results only if the powder is highly crystalline and the crystallite size is $\sim 1 \mu\text{m}$. Currently, large amount of research focuses on nano-crystalline substances, where Rietveld analysis may become complicated or even fail altogether.

Due to this reason a new method, which involves solving the Debye scattering equation of statistical distribution of nanoparticle population, becomes popular in the analysis of nano-crystalline materials. This method permits analysis of the diffraction pattern from reciprocal (atomic positions in crystals, thermal parameters, lattice parameter dependency on crystallite size etc.) and the direct space (crystallite size statistical distributions and their morphology).

Similarly to Rietveld method, at the start this method was mostly used in the analysis of the data acquired in the large facilities (neutron scattering, synchrotron light sources). However, there are indications, that this method is suitable in the analysis of the lab-based instruments. Special attention will be paid in the analysis of the data acquired on the instruments available at ISSP UL. Method will be demonstrated on nano-crystalline ($\sim 16 - 20 \text{ nm}$) TiO_2 , which allows comparison of traditional Rietveld refinement and Debye scattering equation method, un nano-crystalline ($\sim 2 - 3 \text{ nm}$) ZnS , where Rietveld refinement is practically not applicable.

The financial support of Latvian Council of Science project LZP-2023/1-0571 is greatly acknowledged.