

УДК 543.442.3

## РАЗДЕЛЕНИЕ МИКРОСТРУКТУРНЫХ ЭФФЕКТОВ ДИФРАКЦИИ ПО ПОЛУШИРИНЕ РЕНТГЕНОВСКИХ ЛИНИЙ

Д.Г. Малыхин, В.В. Корнеева, Т.Ю. Гуральник

Национальный Научный центр «Харьковский физико-технический институт»

Украина, 61108, г. Харьков, ул. Академическая, 1,

E-mail: malykhin@kipt.kharkov.ua.

Поступила в редакцию 5 мая 2008 г.

Работа посвящена анализу профиля физического уширения рентгеновской дифракционной линии методом аппроксимации. Предложен способ выделения компонент профиля, соответствующих дифракции на микроискажениях и на областях когерентного рассеяния материала, с использованием полуширины (ширина на полувысоте) линий. Проведено расчётно-аналитическое исследование параметров функции Фойгта, которая используется для аппроксимации профиля линий. Исследована зависимость полуширины функции Фойгта от значений полуширины её компонент – функции Коши и Гаусса. Получено оптимальное аналитическое выражение этой зависимости. Предложен алгоритм использования полученного выражения для моделирования экспериментальных  $\alpha_1$ -синглетов.

**КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА:** рентгеноструктурный анализ, метод аппроксимации, уширение рентгеновских линий, ширина на полувысоте, полуширина, микроискажения, размер областей когерентного рассеяния

Одним из методов определения и разделения эффектов дифракции рентгеновских лучей на микроискажениях и нарушениях когерентности кристаллической решётки материалов является метод аппроксимации [1-4]. В данной работе предлагается один из вариантов этого метода с использованием функции Фойгта [5].

$$I(x) = i_0 \cdot V(x) = i_0 \int_{-\infty}^{+\infty} i_G(x_1) i_K(x - x_1) dx_1, \quad (1)$$

где  $i_G = \exp(-\alpha x^2)$  – функция Гаусса, а  $i_K = (1 + \eta x^2)^{-1}$  – функция Коши, отвечающие моделям дифракции на микроискажениях и на областях когерентного рассеяния (ОКР) соответственно.

### ПОСТАНОВКА ЗАДАЧИ

При проведении анализа с использованием интегральной ширины профиля линий (отношение площади профиля к его высоте) как первичного параметра могут существовать нарушения точности, связанные с частичным перекрытием линий. Ввиду этого предлагается вместо интегральной ширины использовать полуширину профиля линий (ширину на полувысоте). Значение полуширины  $w_G$  и  $w_K$  для соответствующих модельных профилей  $i_G$  и  $i_K$  (1), определяется следующими формулами:

$$w_G = 1,6651 / \sqrt{\alpha}, \quad (2)$$

$$w_K = 2 / \sqrt{\eta}, \quad (3)$$

где  $\alpha$  и  $\eta$  – параметры функций Гаусса и Коши.

Целью данной работы является определение аналитического выражения, устанавливающего соотношение между полушириной  $W$  функции Фойгта (1) и ее составляющими  $w_G$  и  $w_K$ , а также разработка оптимального алгоритма аппроксимации профиля экспериментальных рентгеновских линий функцией Фойгта с последующим определением параметров микроструктурных эффектов дифракции.

### РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

На первом этапе решения задачи определялось численное выражение зависимости полуширины  $W$  функции Фойгта от параметра  $\alpha$  функции Гаусса при некотором фиксированном значении параметра  $\eta$  функции Коши. Расчёты выполнены с использованием программы «Mathcad-2001» Microsoft XP ПЭВМ путем прямого построения функции Фойгта с заданными параметрами. Последующее определение значений  $W$  проведено с использованием приемов, снижающих гарантированный предел процедурных ошибок до величины порядка 0,01 %. Расчёт фактически свёлся к численному определению некоторой функции  $f$  с аргументом  $k = \alpha/\eta$ , связанной с  $W$  следующим соотношением:

$$W \sqrt{\eta} = f(\alpha/\eta). \quad (4)$$

На втором этапе определялось оптимальное аналитическое выражение функции  $f$ . С учётом конкретного характера асимптотического поведения полученного числового массива, аппроксимирующая функция  $f_{\text{анп}}$  вы-

брана в виде осесимметричной гиперболы:

$$f_{ann.}(k) = 2(1 - c) + \sqrt{4c^2 + 1,6651^2/k}. \quad (5)$$

Наиболее точная аппроксимация получена при  $c = 0,465$ . Результаты численных расчетов функции  $f(\alpha/\eta)$  и значений функции  $f_{ann.}(k)$  при  $c = 0,465$  представлены в таблице.

Таблица. Сопоставление аналитического выражения приведённой функции уширения  $f_{ann.}(k)$  (5) с численными расчётами  $W\sqrt{\eta}$  (4)

$k = \alpha/\eta$	$W\sqrt{\eta}$	$f_{ann.}$	отн. ош., %
0,02	12,877	12,881	0,025
0,04	9,444	9,447	0,032
0,08	7,028	7,030	0,032
0,15	5,467	5,469	0,030
0,25	4,526	4,528	0,037
0,50	3,601	3,602	0,018
1,00	2,977	2,977	0,008
2,00	2,570	2,570	0,000
4,00	2,318	2,318	-0,012
8,00	2,171	2,171	-0,014

Как следует из таблицы 1, относительное расхождение (4) и (5) не превышает 0,04 %.

На основании (2), (3) и (4) получаем конечную формулу для практических расчётов, связывающую полуширину функции Фойгта с её составляющими:

$$W = 0,535w_K + \sqrt{(0,465w_K)^2 + w_G^2}. \quad (6)$$

С применением формулы (6) можно оптимизировать процедуру моделирования экспериментальных  $\alpha_1$ -синглетов. В этой связи предлагается алгоритм Фойгт-моделирования, где высота и полуширина профиля задаются как исходные параметры, а  $w_K$  остаётся единственной варьируемой переменной. Рабочая формула алгоритма выводится следующим образом:

– интегрирование левой части равенства (1) даёт выражение, содержащее результирующую интегральную ширину  $\beta_V$  функции Фойгта:

$$\int I(x)dx = I_0\beta_V, \quad (7)$$

– интегрирование правой части равенства (3), согласно теореме о свёртке, даёт следующий результат:

$$i_0 \int V(x)dx = i_0 \int i_C(x)dx \cdot \int i_K(x)dx = i_0\beta_C\beta_K. \quad (8)$$

Значения интегральной ширины  $\beta_G$  и  $\beta_K$  компонент функции Фойгта формально определяются по параметрам  $\alpha$  и  $\eta$  (см. формулы (2) и (3)):

$$\beta_G = \sqrt{\pi/\alpha} = 1,0645w_G, \quad (9)$$

$$\beta_K = \pi/\sqrt{\eta} = (\pi/2)w_K. \quad (10)$$

Таким образом, получается следующее соотношение:

$$i_0 = I_0 \frac{\beta_V}{\beta_G\beta_K}. \quad (11)$$

Окончательное выражение Фойгт-модели профиля линии обретает следующий вид:

$$I(x) = 0,598I_0 \frac{\beta_V}{w_G w_K} \int \frac{\exp[-2,773(\xi - x)^2/w_G^2]}{1 + 4 \frac{\xi^2}{w_K^2}} d\xi. \quad (12)$$

Полуширина гауссовой компоненты, входящая в формулу (12), вычисляется при заранее заданной результирующей полуширине  $W$  на основании видоизменённой формулы (6):

$$w_G = \sqrt{(W - w_K)(W - 0,07w_K)}. \quad (13)$$

Интегральная ширина  $\beta_V$  из (12) определяется по следующей эмпирической формуле:

$$\beta_V = (1 - c)\beta_K + \sqrt{(c\beta_K)^2 + \beta_G^2}, \quad (14)$$

– для которой при  $c = 1/3$  максимальная ошибка аналитического соответствия составляет 0,7 % [6]. Оптимизацией параметра  $c$  достигнута погрешность в пределах 0,35 % при значении  $c = 0,344$ . Таким образом, максимальная погрешность формулы (12) в целом ограничивается значением 0,4 %. Практически же установлено, что, ввиду замены в формуле (12) интегрирования суммированием, можно гарантировать процедурную точность 0,5 %, если  $w_k$  не ниже угловых значений двух шагов суммирования.

Рисунок 1 иллюстрирует модельный пример работы алгоритма, где при варьировании значениями  $w_k$  в указанных выше пределах полуширина и высота профилей остаются практически неизменными.

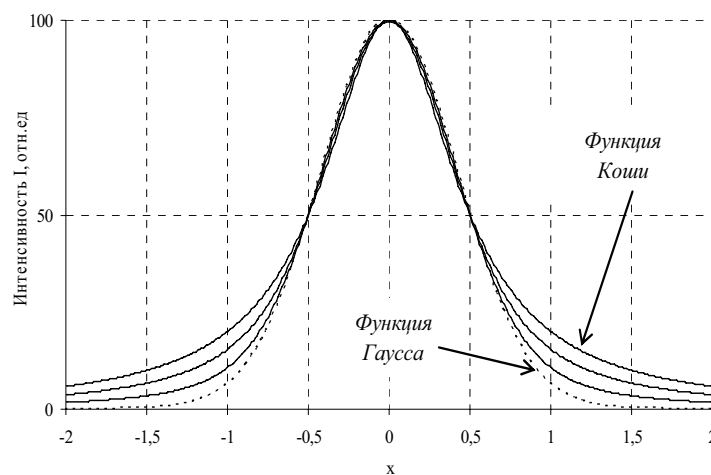


Рис. 1. Воспроизведение с помощью данного алгоритма семейства функций Фойгта с исходно заданными высотой и полушириной.

На рисунке 2 показан практический пример аппроксимации выделенного  $\alpha_1$  – профиля линии (11.2) отражения от сплава циркония с 2,5% ниобия.

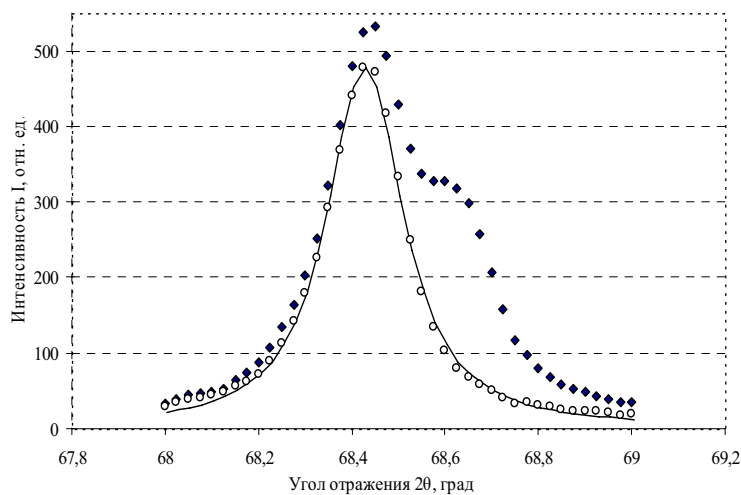


Рис. 2. Иллюстрация аппроксимации функцией Фойгта (сплошная линия)  $\alpha_1$ -синглета ( $\circ$ ), выделенного из профиля линии рентгеновского отражения (11.2) ( $\blacklozenge$ ) от образца оттоженного циркониевого сплава

Пример со сплавом циркония представляет ряд материалов, обладающих пониженной симметрией кристаллической решетки, вследствие чего на их дифрактограммах может существовать значительное число линий с перекрывающимися окрестностями. Если к этому добавить класс материалов с повышенной степенью кристаллического несовершенства, то в таких случаях для многих материаловедческих задач, как упоминалось в начале, предложенный подход может оказаться наиболее приемлемым.

Данный подход относится, прежде всего, к задачам, где параметры микроструктуры определяются по профилям отдельных линий. Другой сферой применения могут быть задачи, где анализируется весь ансамбль либо отдельные серии линий путем построения графиков типа  $W \cos \theta$  от  $\sin \theta$  [2]. Но даже в таких задачах, где уровень микроискажений может определяться по наклону графика, следует иметь в виду, что дифракция на мик-

роискажениях наиболее достоверно может быть описана не гауссианом, а неким подобием функции Фойгта [5]. В этом случае, опять же, следует прибегать к анализу отдельных линий, что, как сказано выше, и является основным направлением данного подхода.

### ВЫВОДЫ

Итак, получено аналитическое выражение, устанавливающее соотношение между полушириной функции Фойгта и ее составляющими – полушириной функции Гаусса и полушириной функции Коши, – функций, описывающих дифракцию рентгеновских лучей на микроискажениях и областях когерентного рассеяния кристаллической решётки материалов.

На основе этого предложен алгоритм моделирования профилей экспериментальных  $\alpha_1$ -синглетов рентгеновских линий. Особенностью алгоритма является наличие единственной варьируемой переменной, что значительно упрощает процедуру аппроксимации.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Гинье А. Рентгенография кристаллов. – М.: Гос. изд. физ.-мат. литературы, 1961. – 604 с.
2. Hall W.H. X-ray line broadening in metals // Proc. Phys. Soc. – 1949. – Vol.A62. – P.741-743.
3. Лысак Л.И. Изучение внутризёрненной мозаичной структуры металлов по ширине рентгеновских интерференционных линий // Вопросы физики металлов и металловедения. – 1954. – В.5 – С.45-60.
4. Иверонова В.И., Ревкевич Г.П. Теория рассеяния рентгеновских лучей. – М.: Изд. Московского университета, 1972. – 247 с.
5. Иванов А.Н., Шелехов Е.В., Кузьмина Е.Н. Метод Фойгт-аппроксимации для определения параметров наноструктуры по профилю рентгеновских линий // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2004. – Т.70, №11. – С.29-33.
6. Селиванов В.Н., Смыслов Е.Ф. Анализ полидисперсности при аппроксимации рентгеновского дифракционного профиля функцией Фойгта // Заводская лаборатория. – 1991. – Т.57, №7. – С.28-31.

### DISTINCTION OF MICROSTRUCTURAL DIFFRACTION EFFECTS BY HALF-WIDTH OF X-RAY LINES

**D.G. Malychin, V.V. Korniyeva, T.Y. Guralnik**

*National Scientific Center "Kharkov Institute of Physics and Technology",*

*Ukraine, 61108, Kharkov, Academicheskaja st., 1*

*E-mail: malykhin@kipt.kharkov.ua*

This work concerns an X-ray diffraction line shape analysis based on a method of approximation. It is proposed a method of separation of line shape components relevant to diffraction on microstrains and domain sizes where half-width of lines is used. The numerical computations and analytical studies of parameters of Voigt function which is used for approximation of line shape is carried out. Dependence of half-width of Voigt function from values of half-width of its components – Cauchy and Gauss function is investigated. Optimum analytical expression of this dependence is received. The algorithm of use of the received expression for modeling experimental  $\alpha_1$ -singlet line is offered.

**KEY WORDS:** X-ray diffraction analysis, an approximation method, broadening of X-ray lines, half-width, domain size, particle size.