

Поликристаллын дифракцийн үр дүнг боловсруулах

Ж.Даваасамбуу*

МУИС, Шинжлэх Ухааны Сургууль, Физикийн тэнхим

Байгалийн шинжлэлийн олон салбарын судалгаанд рентген цацрагийн болон нейтроны дифракцийн аргуудыг өргөн хэрэглэдэг билээ. Гэвч эдгээр дифракцийн аргын боловсруулалтыг зөвхөн монокристаллын болон нүнтгийн дифракцийн хэмжилтийн тохиолдолд бүрэн хийх боломжтой. Бусад тохиолдол буюу поликристаллын дифракцийн хэмжилтийн үр дүнг саяхныг хүртэл боловсруулж чадахгүй ирсэн нь олон шалтгаантай юм. Дифракцийн туршилтын хэмжилтийн үр дүнг боловсруулах, түүнээс кристалл бүтцийн талаар мэдээллийг олж авах нь тийм ч амар биш. Поликристаллын төдийгүй монокристаллын дифракцийн өгөгдлийг боловсруулах нь төвөгтэй. Сарнисан цацрагийн эрчим бүтцийн факторын квадратад пропорциональ учир фазын тухай мэдээлэл алдагддагаас кристалл бүтцийг тодорхойлох нь онолын хувьд байнгын асуудал юм. Нөгөө талаас лабораторийн рентген төхөөрөмжийн цацрагийн эрчим нь поликристаллыг бүрдүүлэгч хөврөл (grain) бүрийн Вреггийн рефлексийг бүртгэхэд хүрэлцээтэй биш, улмаар поликристаллын хөврөл бүрийн кристалл бүтцийг тодорхойлох тухай ойлголт байхгүй. Эдгээр шалтгааны улмаас поликристаллын дифракцийн хэмжилтийн үр дүн одоог хүртэл бүрэн гүйцэд боловсруулагдахгүйгээр явж ирсэн. Хэрэв энэхүү асуудлыг бүрэн шийдвэрлэвэл тэр нь судалгааны олон салбарт шинэ мэдээллийг олж авахад чухал ач холбогдолтой.

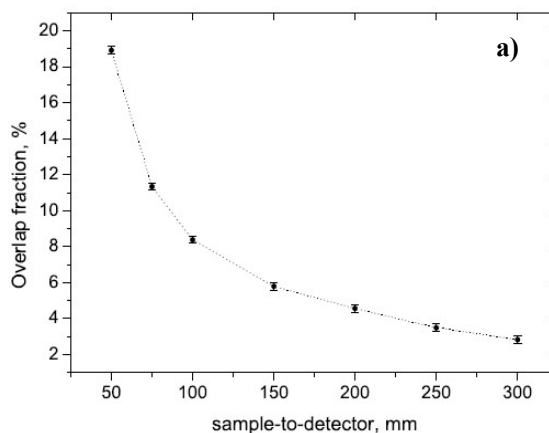
Сүүлийн үед өндөр эрчимтэй цацрагийн үүсгүүрүүд болох синхротрон цацрагийн үүсгүүрүүд болон дифракцийн пикүүдийг олноор нь хурдан бүртгэх 2 хэмжээст CCD детекторууд бий болсон нь поликристаллын дифракцийн аргыг цааш хөгжүүлэх боломжийг олгох боллоо[1-2].

Монокристалл дээжийг ургуулах нь амаргүй, мөн судалгааны дээжүүд ихэвчлэн поликристалл бөгөөд түүнчлэн дээжүүд туршилтын явцад гадны хүчний харилцан үйлчлэлийн нөлөөгөөр поликристалл болох тохиолдол их байдаг[3-5]. Жишээлбэл органик

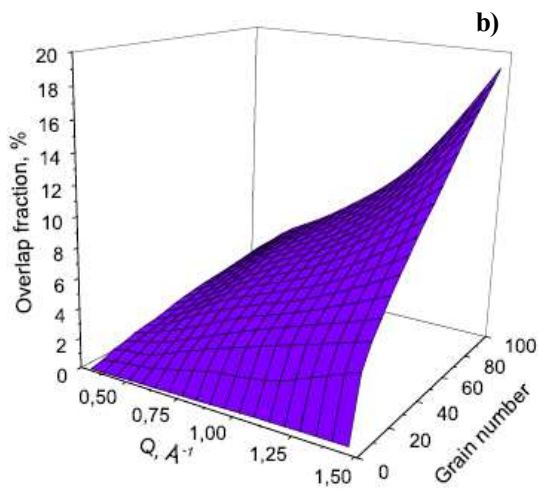
кристаллуудыг гэрлээр шарахад кристаллын бүтцэд өөрчлөлт орохоос гадна поликристалл хэлбэрт шилжих тохиолдол бас бий.

Энэхүү асуудлыг шийдэх үүднээс бид зарим органик хагас дамжуулагчийн хувьд поликристаллын дифракцийн хэмжилтийг оновчтой болгох зорилгоор дифракцийн пикийн давхцалын зэргийн тооцооллыг хийж гүйцэтгэлээ[6]. Поликристаллын дифракцийн пикийн давхцалын зэрэг нь хэмжилтийн үр дүнг боловсруулах гол хязгаарлалт юм. Давхцалын зэрэг 30% -аас дээш болвол хэмжилтийн үр дүнг боловсруулах бараг боломжгүй. Иймээс давхцалын зэрэг поликристалл дээжинд байгаа хөврөлийн тоо, хэмжилтийн нарийвчлал, туршилтанд ашиглаж буй рентген цацрагийн долгионы урт болон дээж-детектор хоёрын хоорондох зайнаас хэрхэн хамаарах зүй тогтолыг тогтоож туршилтын оновчтой горимыг олох нь нэг чухал ажил юм.

Энэхүү ажлын хүрээнд тетра-тиа-фулвален-хлор-анил (ТТФ-СА) гэж нэрлэгдэх органик хагас дамжуулагчийн хувьд поликристалл дээжний пикийн давхцалын зэрэг бусад туршилтын параметрээс хэрхэн хамаарах зүй тогтолыг тогтоов. Зураг 1-д давхцалын зэрэг дээж-детекторын хоорондох зайнаас (а), мөн тэр зай 100мм байх үед хэмжилтийн нарийвчлал болон дээжний хөврөлийн тооноос (b) хэрхэн хамаарахыг харууллаа.



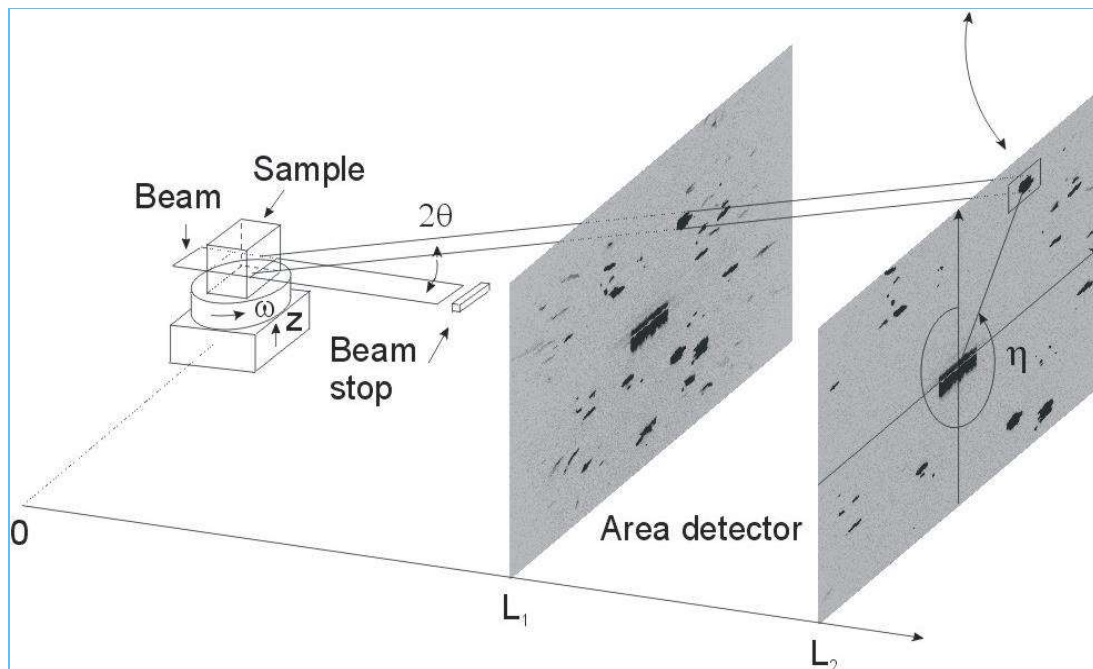
* Electronic address: davaasambu@num.edu.mn



Зураг 1. Поликристаллын дифракцийн пикийн давхцалын зэрэг.

Тооцоололоос давхцалын зэрэг дээж-детекторын хоорондох зай ихсэх тусам буурч, харин хөврөлийн тоо болон хэмжилтийн нарийвчлалыг сайжруулах тусам ихсэж байгаа нь харагдаж байна.

Энэ тооцоололд тулгуурлан туршилтын параметруудийг дараахь угтатгай байхаар сонгон авлаа. Үүнд давхцалын зэрэг 5%-аас хэтрэхгүй байж рентген цацрагийн долгионы урт 0.6Å , хэмжилтийн нарийвчлал 0.75Å^{-1} , дээж-детектор хоёрын хоорондох зай 100мм байхаар сонгож туршилтыг хийж гүйцэтгэлээ. Хамбургын Электроны Синхротроны Төвд (DESY) TTF-CA поликристалл дээжинд хэмжилтийг хийж гүйцэтгэн “multigrain” аргуудыг [7-9] ашиглан боловсруулалтыг хийлээ. Поликристаллын туршилтын ерөнхий бүдүүвчийг Зураг 2-т харуулав.



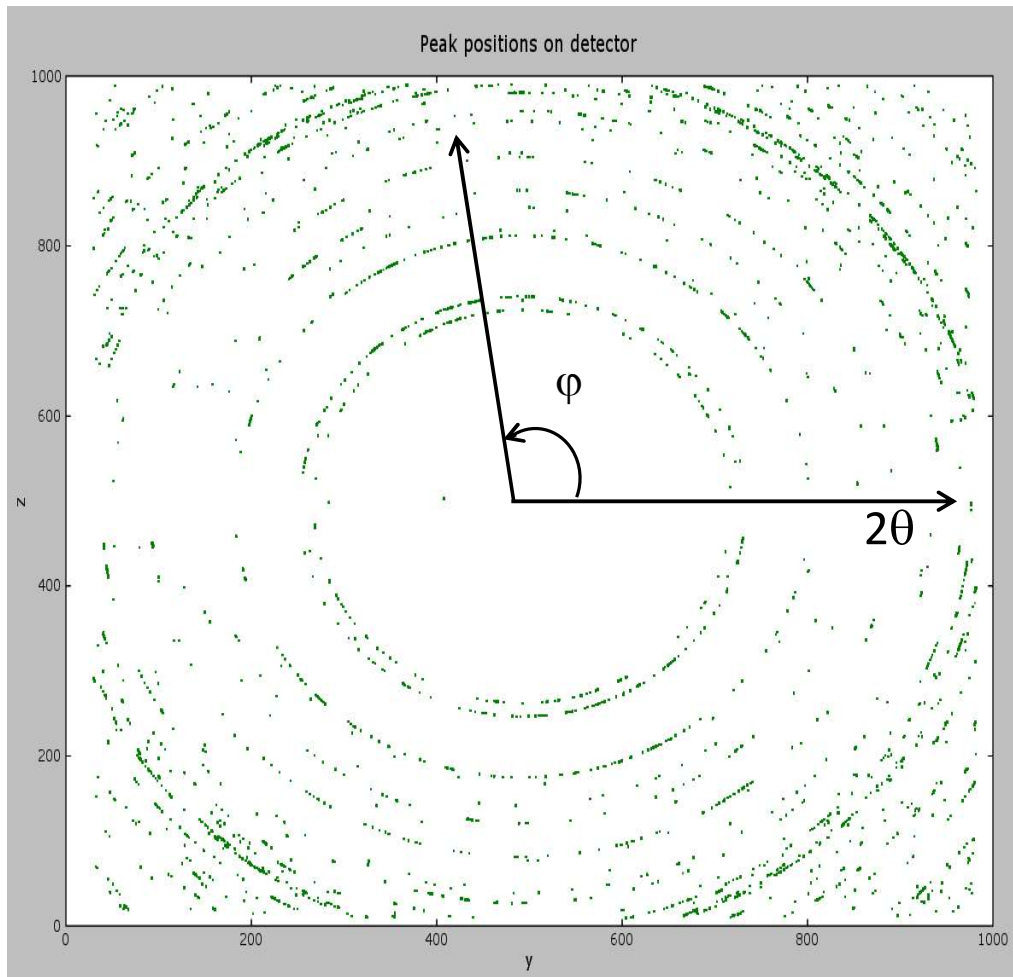
Зураг 2. Поликристаллын дифракцийн туршилтын схем.

Поликристалл дээжний дифракцийн хэмжилтийг боловсруулах multigrain аргын гол санаа нь параллел биш хавтгайгаас ойсон дифракцийн 2 пикийн бүлийг сонгон боломжит бүх чиглэлийн матрицийг байгуулж улмаар хэмжилтийн бүх пикийг харгалзах хөврөл бүрээр нь ангилан ялгахад оршино.

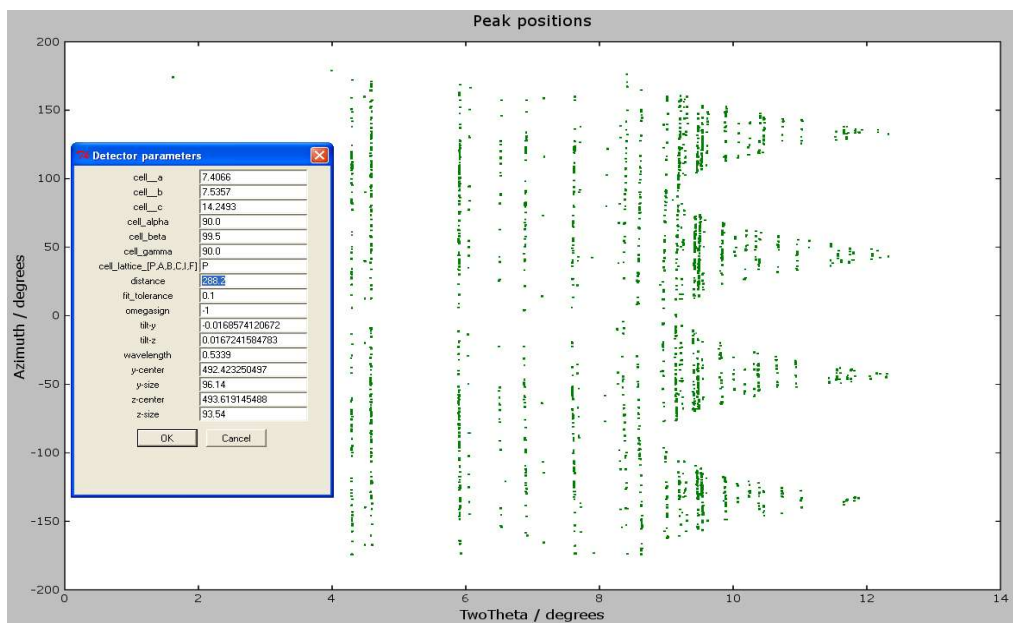
TTF-CA поликристаллын дифракцийн пикүүдийн 2 хэмжээст CCD детектор дээрх байрлалыг Зураг 3-т, мөн 2θ дифракцийн өнцөг, ϕ азимутал өнцгөөс хамаарах хамаарлыг Зураг 4-т харууллаа. Детекторын байрлал, кристалл

торын параметр, рентген цацрагийн долгионы урт зөв өгөгдсөн тохиолдолд дээрхи өнцгийн хамаарал шулуунаар зурагдах ёстой.

Хэмжилтийн эхний 2 бүл ((110), (200)) пикүүдэд тулгуурлан байж болох боломжит бүх чиглэлийн матрицийг байгуулж тэдгээр чиглэлийн матриц бүрд бүх хэмжилтийн пикийг таарах эсэхийг шалган чиглэлийн матриц бүрээр нь пикүүдийг ангилан индекслэв. Поликристаллын хөврөлүүдийн хувьд хэмжилтийн бүрэн бүтэн байдал нь 72.5%, хэмжээ нь 5 микрометр байлаа.



Зураг 3. Поликристаллын дифракцийн хэмжилт.

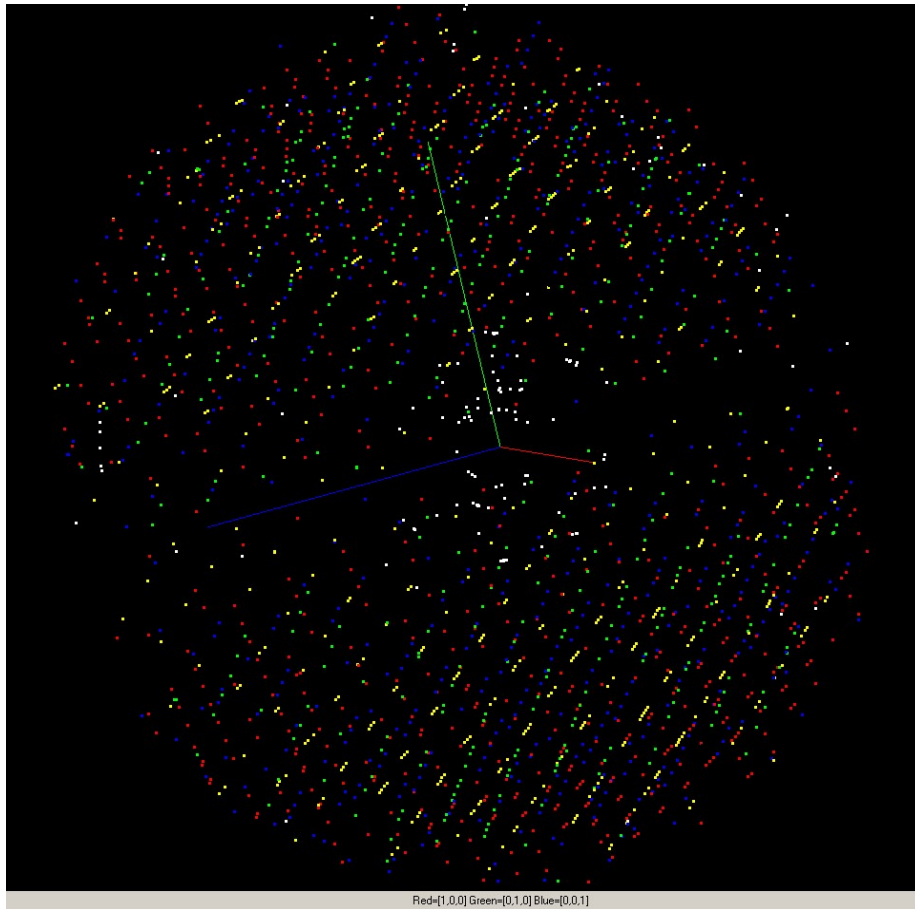


Зураг 4. Поликристаллын дифракцийн хэмжилтийн 2θ өнцөг ба ϕ азимутал өнцгийн хамаарал.

Туршилтаар энэ поликристалл дээжнээс бүртгэгдсэн дифракцийн пикийн тоо 10808 байсан. Энэ тооцооны үр дүнд 4 чиглэлийн матриц тус бүрт нь ойролцоогоор 1000-аас дээш

тооны дифракцийн пикүүд харгалцаж байгаа нь тогтоогдлоо. Нийт пикийн 96.8% буюу 10462 нь амжилттай индекслэгдэж 3.2% нь буюу 346 нь

индекслэгдээгүй. Эдгээр нь тодорхойлогдсон 4 чиглэлийн матрицанд хамааралгүй байна гэсэн үг юм.



Зураг 5. Поликристаллын дифракцийн хэмжилтийн үр дүнгийн боловсруулалт.

Индекслэгдсэн (10402) пикүүдийн 99.43% нь давхцалгүй харин 0.57% буюу 60 пик нь бусад хөврөлийн пикүүдтэй давхцаж байгаа нь тогтоогдов. Энэхүү тооцоог GRAINDEX, ImageD11, GrainSpotter, Cellnow программуудыг ашиглан тус бүрд нь хийсэн бөгөөд үр дүнгүүд нь хоорондоо маш сайн таарч байлаа[10]. Энэ үйлдлийн дараа 4 чиглэлийн матрицанд харгалзах хэмжилтийн үр дүнд тулгуурлан хөврөл бүрийн кристалл бүтцийг SHELXTL программын тусламжтай тодорхойлж сайжруулалтыг хийлээ. TTF-CA молекул кристаллын 4 хөврөлөөс бүрдсэн дээжийн хувьд дифракцийн хэмжилтийн үр дүнг боловсруулж хөврөл бүрээр нь ялгаж ангилан өөр өөр өнгөөр тэмдэглэснийг Зураг 5-д харуулав.

Поликристаллын хэмжилтийн хөврөл тус бүрд гарган авсан үр дүнгийн хувьд $R=2\%$ орчимд байгаа нь монокристаллын дифракцийн үр дүнгээс илүү нарийвчлалтайг харуулж байгаа бөгөөд энэ нь поликристалл дээжинд буй

хөврөлийн дифракцийн пикээс өөр гадны хэмжилтийн нөлөөлөл ороогүйтэй холбоотой юм.

Энэхүү судалгааны ажлаар поликристалл TTF-CA органик хагас дамжуулагчийн хувьд янз бүрийн хөврөлийн дифракцийн пикүүдийн давхцалын зэрэг дээж-детекторын хоорондох зай ихсэх тусам буурч, харин хөврөлийн тоо болон хэмжилтийн нарийвчлал дээшлэх тусам ихсэж байгаа зүй тогтолыг farfield болон *no-overlaps* программуудыг ашиглан тогтоов.

Түүнчлэн поликристалл дээжийн хэмжилтийн үр дүнг боловсруулж хөврөл тус бүрээр кристалл бүтцийг өндөр нарийвчлалтайгаар тодорхойлж болохыг харууллаа.

ТАЛАРХАЛ

Энэ судалгааны ажлыг хийж гүйцэтгэхэд санхүүгийн дэмжлэг үзүүлж буй ШУТС-д талархаж байгаагаа илэрхийлье.

НОМ ЗҮЙ

- [1] H.F.Poulsen, Three-dimensional X-ray diffraction microscopy. Mapping polycrystals and their dynamics. (Springer Tracts in Modern Physics, v. 205), Berlin, 2004
- [2] S.Send, A.Aboud, N.Wiesner, M.Shokr, M.Klaus, Ch.Genzel, T.Conka-Nurdan, D.Schlosser, M.Huth, R.Hartmann, L.Strueder and U.Pietsch, J. Appl. Cryst., 49, 222-233, (2016)
- [3] J.Davaasambuu, P.Durand, S.Techert, J. Synchrotron Rad., 11, 483-489, (2004)
- [4] C.Blome, T.Tschentscher, J.Davaasambuu, P.Durand, S.Techert, J. Synchrotron Rad., 12, 812-819, (2005)
- [5] J.Hallmann, W.Morgenroth, C.Paulmann, J.Davaasambuu, Q.Kong, M.Wulff, S.Techert, J.Am.Chem.Soc., 131, 15018-15025, (2009)
- [6] S.Schmidt, Farfield Simulation Package, Risoe National Laboratory, Denmark, (2007), http://fable.sourceforge.net/index.php/Farfield_Simulation
- [7] E.M. Lauridsen, S.Schmidt, R.M.Suter and H.F. Poulsen, J. Appl. Cryst. 34, 744-750, (2001)
- [8] S.Schmidt, <http://fable.sourceforge.net/index.php/Grainspotter>
- [9] J.Wright, <http://fable.sourceforge.net/index.php/ImageD11>
- [10] H.O.Soerensen, S.Schmidt, J.P.Wright, G.B.M.Vaughan S.Techert, E.F.Garman, J.Oddershede, J.Davaasambuu, K.S.Paithankar, C.Gundlach, H.F.Poulsen, Zeitschrift f. Kristallogr., 227, 63-78, (2012).