

**ОПТИМИЗАЦИЯ УСЛОВИЙ ПРОВЕДЕНИЯ РЕНТГЕНОФАЗОВОГО
АНАЛИЗА ДЛЯ КАЧЕСТВЕННОГО И КОЛИЧЕСТВЕННОГО
ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОСТАВА ГИГРОСКОПИЧНЫХ
КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ СОЛЕЙ**

Ившина А.А.¹, Чукин А.В.¹, Денисова О.В.¹, Половов И.Б.¹, Ребрин О.И.¹

¹) Уральский федеральный университет имени первого Президента России
Б.Н. Ельцина, г. Екатеринбург, Россия
E-mail: anna08404312@gmail.com

**OPTIMIZATION OF CONDITIONS FOR X-RAY PHASE ANALYSIS FOR
QUALITATIVE AND QUANTITATIVE DETERMINATION OF THE
COMPOSITION OF HYGROSCOPIC CRYSTAL SALTS**

Ivshina A.A.¹, Chukin A.V.¹, Denisova O.V.¹, Polovov I.B.¹, Rebrin O. I.¹

¹) Ural Federal University, Ekaterinburg, Russia

The use of a non-standard X-ray cuvette can exclude the interaction of the object of study with air during XRD. As a result of the experiments, suitable shooting parameters and materials were selected using the example of crystalline zirconium tetrachloride.

Наиболее сложными объектами рентгенофазового анализа являются многофазные гигроскопичные системы. Стандартный рентгенофазовый анализ проводят в условиях атмосферы воздуха, в которой содержатся естественная влага и кислород, оказывающие негативное влияние на результат съемки – в результате гидролиза пробы происходит искусственное завышение фона и, как следствие, уточнение структуры является некорректным [1,2,3]. Также гидролиз приводит к изменению фазового состава исследуемого образца – образованию вещества с отличной от исходного соединения кристаллической структурой.

Для исключения взаимодействия гигроскопичных объектов анализа с атмосферой воздуха была опробована нестандартная рентгеновская кювета. Исследуемый образец помещали в кювету и отделяли его от воздушной атмосферы различными видами пленок, при этом к пленкам предъявлялись следующие требования: отсутствие собственной кристаллической структуры, прозрачность для рентгеновского излучения, отсутствие вклада в дифракционную картину в малых углах дифракции. Дифракционные картины от различных пленок представлены на рисунке 1.

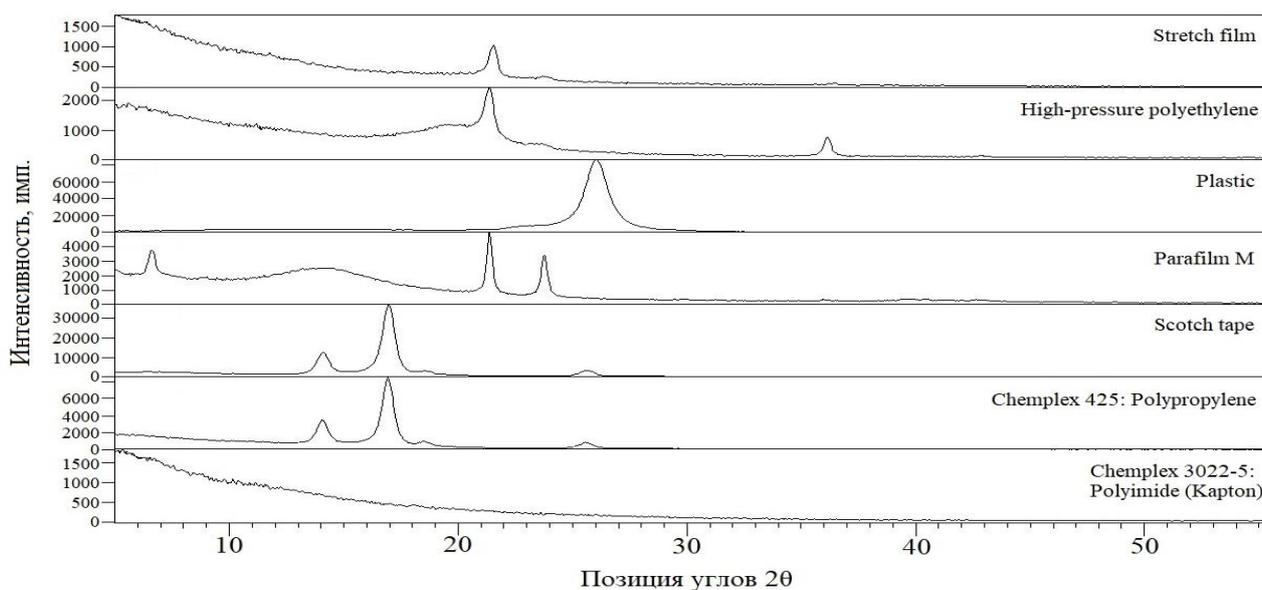


Рис. 1. Дифрактограммы различных пленок

В результате исследований был подобран наиболее подходящий тип пленки – Polyimide (Kapton). На основании проведенных экспериментов была разработана методика пробоподготовки образца перед съемкой; выбран режим проведения съемки для исследуемой системы на примере кристаллического тетрахлорида циркония.

1. М.Г. Кржижановская, В.А. Фирсова, Р.С. Бубнова, Учебное пособие «Применение метода Ритвельда для решения задач порошковой дифрактометрии» под ред. Кржижановская М.Г. (Санкт-Петербург: Санкт-Петербургский университет, 2016 г)
2. S. Ichikawa, D. Fujimura, A. Ohbuchi and T. Nakamura. Crystalline Phase Quantitation of Sintered Ore with Powder X-ray Diffractometry with Rietveld Refinement ISIJ International, Vol 56, No 12, 2228-2235(2016)
3. Иванов А.Н., Учебное пособие, конспект лекций «Дифракционные методы исследования материалов». (Москва: Московский институт стали и сплавов, 2008 г).