

ХИМИЯ И ТЕХНОЛОГИЯ НЕОРГАНИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ
CHEMISTRY AND TECHNOLOGY OF INORGANIC MATERIALS

ISSN 2410-6593 (Print), ISSN 2686-7575 (Online)

<https://doi.org/10.32362/2410-6593-2021-16-4-363-371>



УДК 548.736

НАУЧНАЯ СТАТЬЯ

Использование 4-х кружного гониометра для нейтронного и рентгеновского дифрактометра при исследовании монокристаллов

В.А. Сарин

НИИ Материалов твердотельной электроники, МИРЭА – Российский технологический университет, Москва, 105275 Россия

@Автор для переписки, e-mail: vic.fet@yandex.ru

Аннотация

Цели. Модернизировать нейтронный дифрактометр с помощью 4-х кружного гониометра «Синтекс P1N» и оценить особенности его применения при проведении рентгеноструктурного и нейтроноструктурного анализа монокристаллов с возможностью использования для этих целей аналогичных гониометров.

Методы. 4-х кружный гониометр «Синтекс P1N» и отдельные узлы российского оборудования из комплектов рентгеновских дифрактометров типа ДРОН легли в основу разработки приборного комплекса для рентгеноструктурных и нейтроноструктурных исследований.

Результаты. На основе гониометра «Синтекс P1N» была выполнена модернизация нейтронного дифрактометра. Входивший в комплект дифрактометра торцевой нейтронный счетчик на основе $^{10}\text{BF}_3$ был заменен российским боковым счетчиком СНМ-16 на основе ^3He . Существенное уменьшение линейных размеров детектора позволило расширить диапазон измеряемых углов по 2θ с 90° до 140° и, соответственно, повысить точность измеряемых межплоскостных расстояний. Благодаря оптимизации геометрии установки и защиты гониометра и детектора, была достигнута высокая точность измеряемых параметров элементарной ячейки и интенсивностей рефлексов. На основе гониометра «Синтекс P1N» был также разработан приборный комплекс для рентгеноструктурных исследований. Как на разработанной рентгеновской, так и на модернизированной нейтронографической установках были осуществлены эксперименты по измерению параметров элементарной ячейки, координат атомов и параметров их тепловых колебаний на ряде кристаллов: алмаз С, кремний Si, галит NaCl, корунд $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$. Сравнение полученных данных с соответствующими параметрами кристаллов химических веществ и стандартных образцов, рекомендуемых Международным союзом кристаллографов, показало очень хорошее совпадение.

Выводы. В настоящей работе дается описание нейтронографической установки и нейтронного дифрактометра «Синтекс P1N» для исследования монокристаллов. На основе последнего разработан приборный комплекс для рентгеноструктурных исследований. Эксперименты на стандартных образцах показали высокий уровень точности измерений параметров решетки, координат атомов и параметров их тепловых колебаний как на рентгеновском, так и на нейтронном дифрактометрах.

Ключевые слова: нейтронографическая установка, нейтронный дифрактометр, кристалл, параметры решетки, гониометр, стандартные образцы, координаты атомов, тепловые колебания

Для цитирования: Сарин В.А. Использование 4-х круглого гониометра для нейтронного и рентгеновского дифрактометра при исследовании монокристаллов. *Тонкие химические технологии*. 2021;16(4):363–371. <https://doi.org/10.32362/2410-6593-2021-16-4-363-371>

RESEARCH ARTICLE

Use of a 4-circle goniometer for neutron and X-ray diffractometer in the study of single crystals

Viktor A. Sarin

MIREA – Russian Technological University, Moscow, 119454 Russia
Correspondence author, e-mail: vic.fet@yandex.ru

Abstract

Objectives. This study described the 4-circle goniometer Syntex P1N and its possible applications in X-ray and neutron structure analysis of single crystals.

Methods. The 4-circle goniometer Syntex P1N, due to its high-precision mechanical characteristics and individual components from domestic equipment (sets of DRON type X-ray diffractometers), formed the basis for developing an instrument complex for X-ray and neutron-structure studies.

Results. The neutron diffractometer was upgraded based on the Syntex P1N goniometer. Therefore, the $^{10}\text{BF}_3$ -based end neutron counter, included in the diffractometer kit, was replaced by the ^3He -based domestic side counter, SNM-16. Such a significant reduction in the linear dimensions of the detector allowed us to expand the range of measured angles of 2θ from 90° to 140° and increase the accuracy of the measured interplanar distances accordingly. The goniometer was adjusted relative to the primary neutron beam by placing it on a specially designed plate. Highly accurate measured parameters of the unit cell and the intensity of the reflexes were achieved by optimizing the installation geometry and the protection of the goniometer and detector. Based on the Syntex P1N goniometer, an instrument complex for X-ray diffraction studies has also been developed. Both the developed X-ray and the upgraded neutronography facilities were used to perform experiments to measure the unit cell parameters, the coordinates of atoms, and the parameters of their thermal vibrations on several crystals of domestic synthetic samples: diamond C, silicon Si, halite, or rock salt NaCl, and corundum $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$. An excellent correlation was achieved by comparing the data obtained with the corresponding chemical crystals' parameters and reference samples recommended by the International Union of Crystallographers.

Conclusions. This paper described a neutron installation and a Syntex P1N neutron diffractometer for the study of single crystals. Based on the latter, an instrument complex for X-ray diffraction studies has also been developed. Experiments on standard samples have shown a high level of accuracy in measuring the lattice parameters, the coordinates of atoms, and the parameters of their thermal vibrations on both the X-ray and neutron diffractometers.

Keywords: install neutron diffraction, neutron diffraction, crystal lattice parameters, a goniometer, standard samples, the coordinates of atoms, thermal vibrations

For citation: Sarin V.A. Use of a 4-circle goniometer for neutron and X-ray diffractometer in the study of single crystals. *Tonk. Khim. Tekhnol. = Fine Chem. Technol.* 2021;16(4):363–371 (Russ., Eng.). <https://doi.org/10.32362/2410-6593-2021-16-4-363-371>

ВВЕДЕНИЕ

В практике нейтронных экспериментальных работ на приреакторных исследовательских установках иногда приходится сталкиваться с ситуацией, когда возникает необходимость использовать один и тот же прибор на разных устройствах, в том числе, не обязательно находящихся в реакторном зале. Такая ситуация, например, возникает при ежегодных профилактических работах или при длительной остановке реактора. Необходимость комплексного использования оборудования обусловлена, как правило, уникальностью нейтронографической установки.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Прибор, на котором проводились нейтроноструктурные эксперименты, нейтронный дифрактометр «Синтекс PIN» (Синтекс, США) был включен в состав нейтронографической установки для исследования монокристаллов, расположенной на горизонтальном канале ядерного реактора ВВР-ц (водо-водяной реактор, целевой, изготовлен в Ордена Ленина Научно-исследовательском и конструкторском институте энерготехники им. Н.А. Доллежала, Москва, СССР) в филиале Научно-исследовательского физико-химического института им. Л.Я. Карпова.

По своей конструкции и назначению нейтронный дифрактометр являлся аналогом рентгеновского.

Для расположения дифрактометра в реакторном зале была реализована геометрическая схема нейтронографической установки «первичный пучок нейтронов – кристалл монохроматор – вторичный пучок нейтронов – образец» (рис. 1), когда вторичный пучок нейтронов ориентирован по отношению к первичному под углом 90° [1].

В соответствии с назначением дифрактометра источник рентгеновского излучения отсутствовал, а рентгеновский детектор был заменен на нейтронный. Гониометр дифрактометра размещался в специальном, защищенном от фона реакторного излучения, домике. Стенки домика были двойными, сваренными из стальных листов, полости

между стенками были заполнены водой с добавлением борной кислоты. Выбранная геометрия установки и размещение гониометра дифрактометра уменьшили область дифракционных отражений, что сократило время эксперимента и позволило использовать стандартные рентгеновские программы уточнения положения дифракционных отражений в «обратном пространстве».

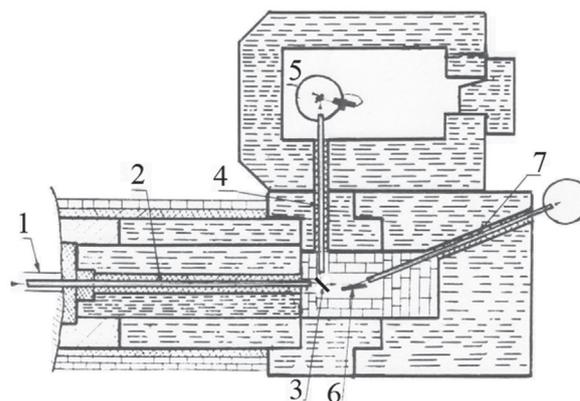


Рис. 1. Фото схемы расположения нейтронной дифрактометрической установки (сечение на уровне горизонтального канала реактора) [1].

1 – реакторный канал;
2, 4, 7 – коллиматоры; 3, 6 – кристаллы монохроматоров;
5 – гониометр дифрактометра «Синтекс PIN».

Fig. 1. Layout of the neutron diffractometric installation (cross-section at the level of the horizontal channel of the reactor) [1].

1 – reactor channel; 2, 4, 7 – collimators;
3, 6 – monochromator crystals; 5 – goniometer of the Syntex PIN diffractometer.

Фон нейтронов реакторного зала в «домике» также резко уменьшился и составлял несколько импульсов в минуту. Это позволило заменить тяжелую защиту нейтронного детектора на тонкий слой кадмия, защищающий детектор от γ -излучения. В дальнейшем, входивший в комплект дифрактометра торцевой нейтронный счетчик на основе $^{10}\text{BF}_3$ был заменен российским боковым

счетчиком на основе ^3He . Существенное уменьшение линейных размеров детектора позволило расширить диапазон измеряемых углов по 2θ с 90° до 140° и, соответственно, повысить точность измеряемых межплоскостных расстояний. Сам гониометр был поставлен на специально сконструированную плиту для его юстировки относительно первичного пучка нейтронов. В мировой практике на установленных непосредственно в реакторном зале нейтронных дифрактометрах с тяжелой защитой детекторов от фоновых нейтронов, с небольшим диапазоном измеряемых углов по 2θ , из-за невысокой точности определения межплоскостных расстояний и углов между кристаллографическими осями кристалла, принято использовать параметры элементарной ячейки предварительно изученного рентгеновским методом кристалла. Однако на данном нейтронном дифрактометре, благодаря оптимизации геометрии установки и защиты гониометра и детектора, была достигнута высокая точность измеряемых параметров элементарной ячейки и интенсивностей рефлексов. В частности, оказалось возможным только по нейтронным данным определять параметры элементарной ячейки, выбирать пространственную группу (пр. гр.), расшифровывать «прямым методом» и уточнять кристаллическую структуру неизвестных кристаллов.

В то же время, вопросы точности требовали понимания реальных характеристик дифрактометра, которые были бы аттестованы на кристаллах, рекомендованных комиссией Международного союза кристаллографов и применяемых в международной практике [2]. Такие эксперименты по измерению параметров элементарной ячейки были осуществлены

на ряде кристаллов российских синтетических образцов: алмаз C, кремний Si, галит или каменная соль NaCl, корунд $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$. Сравнение полученных данных с параметрами элементарной ячейки кристаллов химических веществ и стандартных образцов, рекомендуемых Международным союзом кристаллографов, показало очень хорошее совпадение (табл. 1).

В рассматриваемых экспериментах уточнялись значения параметров осей и углов между осями при исследовании высокосимметричных кристаллов. При этом кристаллы рассматривались как триклинные. Соотношения симметрии не накладывались, значения параметров эквивалентных осей не усреднялись. Полученные в табл. 1 результаты и сравнение значений параметров по каждой из осей и углам между осями позволили дополнительно оценить точность определения параметров с использованием гониометра дифрактометра «Синтекс P1N». В измерениях, взятых из одной партии образцов кварца на рассматриваемом нейтронном дифрактометре «Синтекс P1N» и на однотипном рентгеновском дифрактометре, был достигнут высокий уровень совпадения результатов определения структурных параметров монокристаллов кварца [4].

Эти результаты и явились дополнительным, кристаллографическим обоснованием для создания рентгеновского приборного комплекса на базе нейтронного дифрактометра «Синтекс P1N» в составе гониометра, счетной стойки и управляющего компьютера, и российского рентгеновского оборудования из комплектации дифрактометра типа ДРОН. Из комплекта последнего в состав приборного комплекса вошли источник высоковольтного

Таблица 1. Сопоставление параметров элементарной ячейки кристаллов, измеренных на нейтронном дифрактометре «Syntex P1N» на синтетических образцах с их стандартными значениями
Table 1. Comparison of the unit cell parameters of crystals measured on a neutron diffractometer Syntex P1N on synthetic samples with their standard values

Вещество Substance	$a, \text{Å}$	$b, \text{Å}$	$c, \text{Å}$	$\alpha, ^\circ$	$\beta, ^\circ$	$\gamma, ^\circ$
Алмаз, C Diamond, C Принятое в [3] Adopted in [3]	3.566(2) 3.568	3.568(2) = a	3.565(2) = a	89.98(4) 90.00	89.98(4) 90.00	89.98(4) 90.00
Кремний, Si Silicon, Si Стандарт SRM* 640c Standard SRM* 640c	5.431(2) 5.4312(1)	5.430 (2) = a	5.431(2) = a	90.02(2) 90.00	89.99(2) 90.00	90.01(2) 90.00
Галит, NaCl Halite, NaCl Принятое в [3] Adopted in [3]	5.639(2) 5.640	5.638(2) = a	5.638(2) = a	89.98(3) 90.00	90.03(3) 90.00	90.02(3) 90.00
Корунд, $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ Corundum, $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ Стандарт SRM 674 Standard SRM 674	4.759(1) 4.7589(1)	4.760(1) = a	12.991(4) 12.9917(7)	90.02(2) 90.00	89.99(2) 90.00	119.99(2) 120.00

* SRM – standard reference material.

питания, рентгеновская трубка с молибденовым анодом, рабочий стол для гониометра. По результатам выполненных работ на базе нейтронного дифрактометра «Синтекс PIN» данной нейтронографической установки и приборном рентгеновском комплексе, была изготовлена и запущена в эксплуатацию установка с гониометром HUBER 511/424 (рис. 2).



Рис. 2. Гониометр HUBER 511/424 с вертикальным «боковым» детектором в «домике».

Fig. 2. HUBER 511/424 goniometer with vertical “side” detector in the “house.”

Для проверки работоспособности и стабильности такого рентгеновского приборного комплекса были дополнительно проведены контрольные дифракционные рентгеновские эксперименты на монокристаллах Si, NaCl, SiO₂ и др. Для сравнения были взяты получаемые в результате уточнения методом наименьших квадратов значения координат атомов и индивидуальных параметров тепловых колебаний атомов, так как не только значения R -факторов, полученные в результате уточнения координат атомов, но и значения индивидуальных факторов тепловых колебаний атомов B_j характеризуют правильность измерения прибором интенсивностей рефлексов во

всем диапазоне значений $\sin\theta/\lambda$. Результаты уточнения значений изотропных тепловых факторов атомов кристалла NaCl, полученные в настоящей работе [н. р.] и их сравнение с данными работы [5] приведены в табл. 2.

Несколько более сложное сравнение было выполнено для монокристаллов кремния и пьезоэлектрика α -SiO₂. Качество монокристаллов кремния, которые рассматриваются в настоящей работе, зависело от метода подготовки кристалла к эксперименту. Изначально образцы были взяты из партии крупных кристаллов, выращенных бездислокационными, а затем из больших слитков вырезали кубики с размерами ребра 10 и 2 мм для нейтронографических и рентгеновских экспериментов, потом их обкатывали на воздушной каталке для приготовления сферических образцов с диаметрами 6 мм и 0.3 мм. После обкатки кристаллы полировали для удаления нарушенного верхнего слоя. Ряд кристаллов подвергали деформации обработкой механическим давлением под прессом. В нейтронографических и рентгеновских экспериментах на нейтронном дифрактометре «Синтекс PIN» и рентгеновском комплексе на его основе показано, что значение параметра тепловых колебаний атома Si зависит от способа обработки монокристалла перед экспериментом. Соответствующие данные приведены в табл. 3. Это позволяет сделать вывод, что абсолютные значения тепловых поправок в дифракционных экспериментах находятся в зависимости от способа выращивания кристалла, его качества и видов его обработки перед экспериментом. Поэтому сравнивать результаты расчетов параметров тепловых колебаний, полученных разными авторами на образцах с разной историей, достаточно сложно.

В работе [4] сравнивали координаты атомов кварца, полученные в разных лабораториях, на разных, но однотипных гониометрах в рентгеновском и нейтронографическом экспериментах. Параметры тепловых колебаний атомов в работе [4]

Таблица 2. Сравнения параметров индивидуальных изотропных тепловых колебаний B_j для кристаллов NaCl, полученных при $T = 296$ К в настоящей работе [н. р.] и работе [5]

Table 2. Comparison of the parameters of individual isotropic thermal vibrations B_j for NaCl crystals obtained at $T = 296$ K in this study and [5]

Источник Reference	Ион Ion	x/a	y/b	z/c	$B_j, \text{Å}^2$	R_w	N_u
[н. р.] This study	Na ⁺	0	0	0	1.77(1)	0.0088	50
[н. р.] This study	Cl ⁻	1/2	0	0	1.48(1)	0.0088	50
[5]	Na ⁺	0	0	0	1.689(24)	0.022	55
[5]	Cl ⁻	1/2	0	0	1.357(17)	0.022	55

Примечание: R_w – взвешенный фактор достоверности уточняемой структуры; N_u – число усредненных по интенсивностям независимых рефлексов.

Note: R_w is a weighted confidence factor of the specified structure; N_u is the number of independent reflexes averaged over the intensities.

Таблица 3. Значения теплового параметра B_j атома Si в зависимости от вида обработки монокристалла
 Table 3. Values of the thermal parameter B_j of the Si atom depending on the type of processing of the single crystal

Монокристалл Si, вид обработки Si single crystal, type of processing	Метод дифракции Diffraction method	$B_j, \text{Å}^2$	Вид экстинкции Type of extinction	R_w -фактор R_w -factor
Обкатка Running-in	Нейтроннографический Neutronographic	0.17	Becker–Coppens (primary)	0.0165
Полирование после обкатки Polishing after running-in	Нейтроннографический Neutronographic	0.10	Becker–Coppens (primary)	0.0185
Деформация Deformation	X-ray	0.52	Becker–Coppens (secondary)	0.0153
Деформация Deformation	Нейтроннографический Neutronographic	0.61	Becker–Coppens (secondary)	0.0079

не рассматривались. В настоящей работе делается попытка оценить эти параметры, приведенные разными авторами, с точки зрения достоверности эксперимента на рассматриваемом рентгеновском приборном комплексе.

Кристаллы α -SiO₂ принадлежат к пространственной группе $P3_121$ (правый кварц). Образцы для дифракционных рентгеновских экспериментов на кристаллах α -SiO₂ были приготовлены следующим образом. Сначала из больших пластин кварца нарезались мелкие кубики с ребром 1.5–2 мм. Затем такие кубики обтачивались на воздушной каталке в сферы с радиусом ~0.15 мм для приготовления образцов к рентгеновскому эксперименту. Уточненные после эксперимента координаты атомов в структуре кристалла α -SiO₂ сравнивались с данными работы [6], где приводятся средние значения координат после анализа результатов 18 прецизионных работ по структуре кристаллов α -SiO₂.

Данные по сравнению координат приведены в табл. 4. Пластинки природных и синтетических монокристаллов α -SiO₂ для их дальнейшей обработки и подготовки к эксперименту были предоставлены д.ф.-м.н. Б.Н. Кодессом.

Для анализа значений и сравнения параметров тепловых колебаний атомов (табл. 5) использованы данные работ [7, 8], в которых приводятся наиболее достоверные значения параметров тепловых колебаний атомов в структуре кристалла α -SiO₂. Значок (*) означает, что изотропные параметры B_j рассчитаны автором настоящей работы по приведенным в публикации [9] значениям параметров среднеквадратичных смещений атомов U_j . Значок (**) означает, что значения изотропных среднеквадратичных смещений атомов U_j , приведенные в публикации [8], пересчитаны автором настоящей работы в параметры изотропных тепловых колебаний B_j (табл. 6).

Расхождения в параметрах тепловых колебаний атомов (табл. 5), полученных разными авторами, превышают 3σ . Тем не менее, значения анизотропных тепловых параметров колебаний ионов близки для кремния, как более тяжелого иона, но и значения для ионов кислорода правильно отражают соотношения тепловых параметров для обоих ионов. Кристаллическая структура α -SiO₂ представлена на рис. 3. На самом деле сравнивать параметры тепловых колебаний для структур, полученных разными авторами, дело не тривиальное,

Таблица 4. Сравнение уточненных координат атомов в структуре кристалла α -SiO₂ в настоящей работе [н. р.] и рекомендуемых в работе [6]. Пр. гр. № 152, $P3_121$, правый кварц
 Table 4. Comparing the refined coordinates of atoms in the α -SiO₂ crystal structure in this study and those recommended in [6]. Sp. gr. No. 152, $P3_121$, right quartz

Источник Reference	$a, \text{Å}$	$c, \text{Å}$	Ион Ion	x/a	y/b	z/c
[6]	4.9130(1)	5.4047(1)	Si ⁴⁺	0.5301(2)	0	1/3
[6]	4.9130(1)	5.4047(1)	O ²⁻	0.4139(5)	0.1466(4)	0.1188(3)
[н. р.] ⁿ / This study ⁿ	4.913(1)	5.404(1)	Si ⁴⁺	0.5302(2)	0	1/3
[н. р.] ⁿ / This study ⁿ	4.913(1)	5.404(1)	O ²⁻	0.4131(4)	0.1458(4)	0.1192(3)
[н. р.] ^s / This study ^s	4.913(1)	5.404(1)	Si ⁴⁺	0.5304(1)	0	1/3
[н. р.] ^s / This study ^s	4.913(1)	5.404(1)	O ²⁻	0.4131(3)	0.1463(3)	0.1189(2)

Примечание: Верхний индекс «с» означает результаты, полученные на синтетических кристаллах, а верхний индекс «n» – на природных кристаллах.

Note: The upper index “s” means the results obtained from synthetic crystals, and the upper index “n”—on natural crystals.

Таблица 5. Сравнение параметров изотропных тепловых колебаний атомов в структуре кристалла α -SiO₂
Table 5. Comparing the parameters of isotropic thermal vibrations of atoms in α -SiO₂ crystal structure

Источник Reference	Si ⁴⁺ , B_p , Å ²	O ²⁻ , B_p , Å ²	R_w	N_a/N_u
[7] ^c	0.50*	1.03*	0.020	383/369
[8] ^c	0.36**	0.80**	0.023	1324/279
[н. р.] ⁿ / This study ⁿ	0.45(1)	0.85(4)	0.0205	1411/318
[н. р.] ^c / This study ^s	0.47(1)	0.88(2)	0.0180	1903/439

Примечание: см. Примечание к табл. 4.
 Note: see Note to Table 4.

Таблица 6. Сравнение параметров анизотропных тепловых колебаний атомов в структуре кристалла α -SiO₂
Table 6. Comparing the parameters of anisotropic thermal vibrations of atoms in the structure of α -SiO₂ crystal

Источник Reference	Ион Ion	B11	B22	B33	B12	B13	B23
[7] ^c	Si	0.549	0.428	0.485	1/2B22	0.006	2B13
[7] ^c	O	1.219	0.873	0.892	0.693	0.238	0.362
[н. р.] ⁿ / This study ⁿ	Si ⁴⁺	0.536(9)	0.40(1)	0.439(9)	1/2B22	0.009(6)	2B13
[н. р.] ^c / This study ^s	O ²⁻	1.15(3)	0.66(3)	0.88(2)	0.49(2)	0.24(2)	0.12(2)

Примечание: см. Примечание к табл. 4.
 Note: see Note to Table 4.

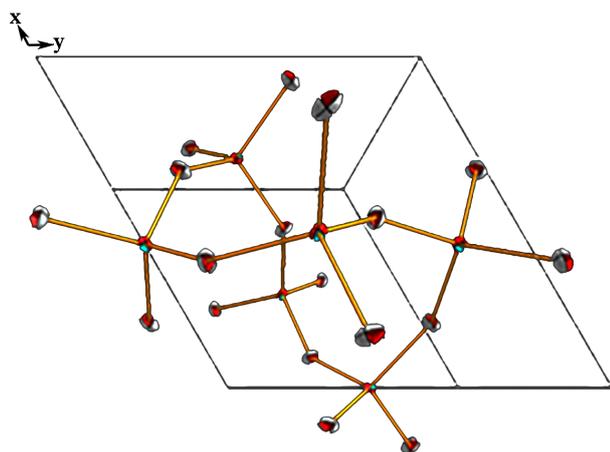


Рис. 3. Кристаллическая структура α -SiO₂. Вид вдоль оси «с». Изображение построено по данным [н. р.]^c (табл. 3–6) с помощью графической программы «Diamond».

Fig. 3. The crystal structure of α -SiO₂. Viewed along the “c” axis. The image is constructed according to the data of this study^s (Tables 3–6) using the Diamond graphic program.

так как качество исследуемых монокристаллов может быть различным, соответственно будут разными и результаты исследований столь чувствительных при уточнении структурных параметров. Для таких работ требуется высокая точность эксперимента и соответствующие программы обработки данных [9]. Однако, значения тепловых параметров, полученные в настоящей работе для природного и синтетического кварца, близки, что может быть следствием экспериментов, выполненных с достаточно высокой точностью, хорошего качества исходных и должным образом подготовленных к дифракционному исследованию монокристаллических образцов, равно как и одинаковой тактикой уточнения параметров в кристаллографических расчетах.

Близость значений уточняемых структурных параметров, полученных в контрольных экспериментах в настоящей работе, с общепринятыми данными, опубликованными в литературе, дали основание проводить в дальнейшем на этом приборном комплексе рентгеновские эксперименты в рамках реальных актуальных задач.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

На основе гониометра «Синтекс PIN» была выполнена модернизация нейтронного дифрактометра и разработан приборный комплекс для рентгеноструктурных исследований. Эксперименты на стандартных образцах показали высокий уровень точности измерений параметров решетки, координат атомов и параметров их тепловых колебаний как на рентгеновском, так и на нейтронном дифрактометрах.

Благодарности

Автор благодарит ведущих инженеров Н.Н. Быданова и Е.Э. Ридера и наладчика контрольно-измерительных приборов и автоматики В.П. Чубыкина за инженерное обеспечение всех механических и электронных работ в рамках настоящего проекта.

Acknowledgments

The author is grateful to the leading engineers N.N. Bydanov and E.E. Reader and the adjuster of the instrumentation and control system V.P. Chubykin for the engineering support of all mechanical and electronic work within the framework of this project.

Вклад автора

В.А. Сарин – проведение рентгено- и нейтронно-структурных экспериментов, обработка результатов, написание текста статьи.

Author's contribution

V.A. Sarin – conducting X-ray and neutron structural experiments, processing results, and writing the text of the article.

Автор заявляет об отсутствии конфликта интересов.

The author declares no conflicts of interest.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Датт И.Д., Озеров Р.П., Раннев Н.В. Нейтронографическая установка высокого разрешения с переменной длиной волны. В сб.: *Аппаратура и методы рентгеновского анализа*. Л.: Машиностроение; 1973. Вып. 12. С. 16–19.
2. Prince E. (Ed.). *International Tables for Crystallography*. V. C: *Mathematical, physical and chemical tables*. Dordrecht: Springer; 2006. P. 498–504. <https://it.iucr.org/Cb/>, <https://doi.org/10.1107/97809553602060000103>
3. Горелик С.С., Расторгуев Л.Н., Скаков Ю.А. *Рентгенографический и электронно-оптический анализ. Приложения*. М: Металлургия; 1970. 107 с.
4. Кодесс Б.Н., Сарин В.А. Нейтронный дифрактометр для определения структурных характеристик монокристаллов. *Измерительная техника*. 2014;11:51–54.
5. Abrahams S.C., Bernstein J.L. Accuracy of an Automatic Diffractometer. Measurement of the Sodium Chloride Structure Factors. *Acta Cryst.* 1965;18(5):926–932. <https://doi.org/10.1107/S0365110X65002244>
6. Baur W.H. In search of the crystal structure of low quartz. *Z. Kristallogr.* 2009;224(12):580–592. <http://dx.doi.org/10.1524/zkri.2009.1219>
7. Le Page Y., Calvert L.D., Gabe E.J. Parameter variation in low-quartz between 94 and 298K. *J. Phys. Chem. Solids.* 1980;41(7):721–725. [https://doi.org/10.1016/0022-3697\(80\)90078-5](https://doi.org/10.1016/0022-3697(80)90078-5)
8. Glinnemann J., King H.E. Jr., Schulz H., Hahn Th., La Placa S.J., Dacol F. Crystal structures of the low-temperature quartz-type phases of SiO₂ and GeO₂ at elevated pressure. *Zeitschrift für Kristallographie*. 1992;198(3–4):177–212. <http://doi.org/10.1524/zkri.1992.198.3-4.177>
9. Цирельсон В.Г. Химическая связь и тепловое движение атомов в кристаллах. *Итоги науки и техники. Сер. Кристаллохимия*. 1993;27:3–269.

REFERENCES

1. Datt I.D. Ozerov R.P. Rannev N.V. High-resolution neutron diffraction device with variable wavelength. In: *Apparatura i metody rentgenovskogo analiza = Equipment and methods of X-ray analysis*. Leningrad: Mashinostroenie; 1973. V. 12. P. 16–19 (in Russ.).
2. Prince E. (Ed.). *International Tables for Crystallography*. V. C: *Mathematical, physical and chemical tables*. Dordrecht: Springer; 2006. P. 498–504. <https://it.iucr.org/Cb/>, <https://doi.org/10.1107/97809553602060000103>
3. Gorelik S.S., Rastorguev L.N., Skakov Yu.A. *Rentgenograficheskii i elektronnoopticheskii analiz. Prilozheniya (X-ray and electron-optical analysis. Applications)*. Moscow: Metallurgiya; 1970. 107 p. (in Russ.).
4. Kodess B.N., Sarin V.A. A Neutron Diffractometer for Determining the Structural Characteristics of Single Crystals. *Measurement Techniques*. 2015;57(11):1299–1303. <https://doi.org/10.1007/s11018-015-0624-3>
5. Abrahams S.C., Bernstein J.L. Accuracy of an Automatic Diffractometer. Measurement of the Sodium Chloride Structure Factors. *Acta Cryst.* 1965;18(5):926–932. <https://doi.org/10.1107/S0365110X65002244>
6. Baur W.H. In search of the crystal structure of low quartz. *Z. Kristallogr.* 2009;224(12):580–592. <http://dx.doi.org/10.1524/zkri.2009.1219>
7. Le Page Y., Calvert L.D., Gabe E.J. Parameter variation in low-quartz between 94 and 298K. *J. Phys. Chem. Solids.* 1980;41(7):721–725. [https://doi.org/10.1016/0022-3697\(80\)90078-5](https://doi.org/10.1016/0022-3697(80)90078-5)
8. Glinnemann J., King H.E. Jr., Schulz H., Hahn Th., La Placa S.J., Dacol F. Crystal structures of the low-temperature quartz-type phases of SiO₂ and GeO₂ at elevated pressure. *Zeitschrift für Kristallographie*. 1992;198(3–4):177–212. <http://doi.org/10.1524/zkri.1992.198.3-4.177>
9. Tsirelson V.G. Chemical bond and thermal motion of atoms in crystals. *Itogi nauki i tekhniki. Ser. Kristallokhimiya*. 1992;27:3–269 (in Russ.).

Об авторе:

Сарин Виктор Анатольевич, к.ф.-м.н., ведущий инженер НИИ материалов твердотельной электроники ФГБОУ ВО «МИРЭА – Российский технологический университет» (119454, Россия, Москва, пр-т Вернадского, д. 78). E-mail: vic.fet@yandex.ru. Scopus Author ID 7005455400.

About the author:

Viktor A. Sarin, Cand. Sci. (Phys.-Math.), Leading Engineer, Research Institute of Solid-State Electronics Materials, MIREA – Russian technological University (78, Vernadskogo pr., Moscow, 119454, Russia). E-mail: vic.fet@yandex.ru. Scopus Author ID 7005455400.

*Поступила: 11.02.2021; получена после доработки: 13.04.2021; принята к опубликованию: 27.07.2021.
The article was submitted: February 11, 2021; approved after reviewing: April 13, 2021; accepted for publication: July 27, 2021.*