

ПОЛИМОРФНЫЕ ОБРАЗЦЫ

В качестве стандартного образца (метод стандартных добавок) применяют вещество, коэффициент поглощения которого должен быть близким к коэффициенту поглощения определяемой фазы; исследуемая фаза и стандартный образец должны быть достаточно измельчены и тщательно перемешаны. Вещество, выбираемое в качестве стандартного, должно удовлетворять следующему требованию: давать интенсивные и резкие линии на рентгенограмме, в том числе интенсивную линию вблизи самой интенсивной линии определяемого компонента. Расчет количества фазы (F_a) в случае смеси двух полиморфных фаз (a, b) проводят по уравнению:

$$F_a = \frac{1}{1+K(I_b/I_a)},$$

где K – отношение абсолютных интенсивностей двух чистых полиморфных фаз I_b/I_a , которое определяется измерением интенсивностей стандартных образцов.

Рентгенографический метод позволяет определить не только содержание кристаллической, но и аморфной фазы.

Содержание аморфной фазы определяют либо по разности единицы и всех кристаллических фаз (в долях), либо независимым способом. При втором способе учитывают, что интенсивность когерентного рассеяния рентгеновского излучения аморфной фазы пропорциональна ее содержанию. Кривая рассеяния на рентгенограмме образца имеет один или несколько пологих максимумов, обычно в области небольших углов рассеяния. При определении содержания аморфной фазы (C_a) с помощью эталонов используют соотношение:

$$C_a = I - \frac{I_a^0 - I_a}{I_a^0 - I_b},$$

где I_a^0, I_a – интенсивности рассеяния полностью аморфным (эталон) и исследуемым образцами под некоторым фиксированным углом 2θ ;