

УДК 548.571; 548.4

**Турсынулы Е., Слюсарев А.П., Бекенова Г.К., Ерёмин Ю.П.**  
*Институт геологических наук им. К.И. Сатпаева, E-mail: [bekenova@mail.ru](mailto:bekenova@mail.ru)*

**Определение размеров блоков когерентного рассеяния и микроискажений из анализа уширения линий дифрактограммы продуктов обогащения Au-руд комаровского месторождения**

**Аннотация.** Размер кристаллитов – блоков когерентного рассеяния (БКР) и дефекты структуры минералов тонковкрапленных руд и продуктов их обогащения определяются при рентгенодифрактометрическом исследовании по размытию (уширению) распределения интенсивностей рефлексов, сдвигу дифракционных максимумов, изменению интегральных интенсивностей.

Интегральная ширина измеряемого дифракционного профиля складывается из геометрического и физического уширения линий. Геометрическое, инструментальное уширение ( $b$ ) вызвано расходимостью падающего пучка, поглощением в образце, дублетным характером излучения  $K_{\alpha}$ , размером приёмной щели детектора. Для нахождения инструментального уширения необходимо провести съёмку эталона – стандартного образца, для которого величина микродеформаций  $\varepsilon \leq 10^{-4}$  или плотность дислокаций  $\rho \leq 10^8 \text{ см}^{-2}$  и размер блоков когерентного рассеяния  $D \geq 0,2 \text{ мкм}$ .

Величина физического уширения ( $\beta$ ) зависит от микроискажений кристаллической решётки и дисперсности (размера) частиц. Для решения вопроса о главной причине уширения дифракционных пиков (размер кристаллитов  $D$  или микродеформации) необходимо сравнивать уширения двух линий, отличающихся лишь порядком отражения от одной совокупности плоскостей.

Выбор стандартных образцов и методов первичной обработки дифракционных спектров позволяет определять инструментальную ширину ( $b$ ) дифракционных линий и получить экспериментальные данные при измерении минералов продуктов обогащения.

Предложены методики первичной обработки дифрактограмм: Фурье-сглаживание, вычитание  $K_{\alpha 2}$ , аппроксимация профиля дифракционного рефлекса функциями Коши, Гаусса и Пирсона применительно определения размеров кристаллитов и микроискажений кристаллической решётки минералов в продуктах обогащения тонкодисперсных Au-руд Комаровского месторождения.

Рентгенодифрактометрическое изучение образцов показало, что для метода уширений пригодны следующие рефлексы с индексами: 200 – пирит (2,70 Å); 101 – кварц (3,34 Å); 004 – хлорит (3,51 Å); 104 – доломит (2,89 Å).

Поскольку методики первичной обработки дифрактограмм изменяют значение полной ширины рефлекса на уровне половины максимума ( $FWHM$ ), при проведении расчетов по измеренным дифрактограммам исследуемых образцов учитывалась применённая схема обработки стандартов.

Наилучшая сходимость результатов наблюдается при использовании аппроксимации по Гауссу и расчёту по программе WinFit. Значения величин размеров кристаллитов (БКР) и микроискажений находятся в пределах области применимости описанных методик.

*Ключевые слова:* дифрактограмма, блоки когерентного рассеяния, микроискажения кристаллической решетки, инструментальная ширина дифрактометра, физическое уширение дифракционной линии, продукты обогащения, месторождение комаровское

**Введение**

В настоящее время в промышленную переработку поступает все больше тонко- и эмульсионновкрапленных руд, требующих весьма глубокого измельчения, обеспечивающего полное вскрытие извлекаемых минералов. Это создаёт ряд технологических проблем, решение которых потребовало углубленного анализа параметров тонкой кристаллической структуры руд и продуктов обогащения, для чего привлекаются нетрадиционные для этой области рентгенодифрактометрические исследования с обработкой первичных дифрактограмм. Размер кристаллитов – блоков когерентного рассеяния (БКР) и дефекты структуры минералов тонковкрапленных руд и продуктов их обогащения определяются при рентгенодифрактометрическом исследовании по размытию (уширению) распределения интенсивностей рефлексов, сдвигу дифракционных максимумов, изменению интегральных интенсивностей. Анализ рентгенодифрактометрических данных показывает, что в кристаллической решётке присутствуют следующие дефекты: точечные, проявляющиеся на дифрактограммах ослаблением интенсивностей дифракционных линий, и линейные дислокации, вызывающие уширение распределения интенсивностей дифракционных максимумов и их сдвиг [1-5].

### Теоретические основы измерения параметров тонкой кристаллической структуры

Интегральная ширина измеряемого дифракционного профиля складывается из геометрического и физического уширения линий. Геометрическое, инструментальное уширение ( $b$ ) вызвано расходимостью падающего пучка, поглощением в образце, дублетным характером излучения  $K_{\alpha}$ , размером приёмной щели детектора. Для нахождения инструментального уширения необходимо провести съёмку эталона, для которого величина микродеформаций  $\varepsilon \leq 10^{-4}$  или плотность дислокаций  $\rho \leq 10^8 \text{ см}^{-2}$  и размер блоков когерентного рассеяния  $D \geq 0,2 \text{ мкм}$  [1,6].

Величина физического уширения ( $\beta$ ) зависит от микроискажений кристаллической решётки и дисперсности (размера) частиц. Для решения вопроса о главной причине уширения дифракционных пиков (размер кристаллитов  $D$  или микродеформации (МКД)) необходимо сравнивать уширения двух линий, отличающихся лишь порядком отражения от одной совокупности плоскостей. Но практически, из-за слабой интенсивности линий более высоких порядков, приходится использовать отражения от других плоскостей в близком угловом интервале, пренебрегая кристаллографической анизотропией размера  $D_{\text{эфф}}$ .

На практике физическое уширение дифракционных линий может быть измерено в диапазоне  $\beta$  от  $10^{-4}$  рад до  $10^{-2}$  рад, поэтому область применения метода уширения: при определении плотности дислокаций  $10^{13} \text{ см}^{-2} \geq \rho \geq 5 \cdot 10^8 \text{ см}^{-2}$  и при определении размеров кристаллитов  $20 \text{ \AA} \leq D \leq 20000 \text{ \AA}$ .

Измеренная интегральная ширина рефлекса вычисляется, как [1,7]:

$$B = \frac{\int h(2\theta)d2\theta}{h_{\max}}$$

и определяется распределением интенсивности в профиле дифракционной линии.

Физическое уширение:

$$\beta = \frac{\int f(2\theta)d2\theta}{f_{\max}}$$

определяется физическими факторами: плотностью дислокаций и их скоплений, дислокационными петлями, примесными атомами, когерентными выделениями фаз, химической неоднородностью состава, дисперсностью частиц, дефектами упаковки. При экспрессном определении физического уширения пользуются аппроксимирующими функциями Гаусса, Коши, Лорентца для описания профиля дифракционной линии [1,8].

Геометрическое инструментальное уширение:

$$b = \frac{\int g(2\theta)d2\theta}{g_{\max}}$$

определяется геометрией съёмки дифрактограмм. Выделение физического уширения проводится методом аппроксимации или методом гармонического анализа профиля рентгеновской линии [1,7]. При использовании метода аппроксимации реальный профиль линии описывается экспоненциальной или степенной функцией. В случае аппроксимации профиля линии функцией:

$$y = \exp(-ax^2)$$

физическое уширение вычисляется, как:

$$\beta = \sqrt{B^2 - b^2}$$

При аппроксимации функцией Коши:

$$y = (1 + ax^2)^{-1},$$

наиболее точно соответствующей профилю дифракционной линии, физическое уширение вычисляется, как:

$$\beta = B - b.$$

Микродеформация  $\varepsilon$ :

$$\varepsilon = \Delta d/d$$

вызывает уширение линий:

$$\beta = 4\varepsilon g \theta_0,$$

где  $\varepsilon$  - среднее по объему и величине относительное изменение  $d_0(hkl)$  и  $\theta_0$  брэгговский угол [1].

Если дислокации образуют границы блоков со средним размером  $D$  по нормали к отражающей плоскости, то физическое уширение линий:

$$\beta = \lambda D^{-1} \sec \theta_0.$$

Таким образом, уширение от микроискажений пропорционально  $tg \theta_0$ , а уширение от дисперсности блоков пропорционально  $\sec \theta_0$ . Сравнивая уширение двух линий, можно определить вклады этих факторов:

$$\beta_2 = \beta_1 \cdot tg \theta_2 / tg \theta_1$$

- часть уширения, пропорциональная влиянию МКД и

$$\beta_2 = \beta_1 \cdot \sec \theta_2 / \sec \theta_1$$

- часть уширения, пропорциональная влиянию дисперсности  $D$ .

По части уширения  $\beta$ , пропорциональной  $tg \theta$ , находят  $\varepsilon$  или  $\rho$ , а по части, пропорциональной  $\sec \theta$ , вычисляется  $D_{эфф}$ . Метод применим, если отношение  $\beta_2/\beta_1$  находится в промежутке отношений тангенсов и секансов соответствующих углов.

Для вычисления размеров БКР и микроискажений кристаллической решетки методом Фурье-анализа и по интегральной ширине линий нами применена программа WinFit [8]. Программа WinFit моделирует форму дифракционного пика, используя математические функции Пирсон VII, Коши, Гаусса. При расчете размеров блоков когерентного рассеяния и микронапряжений кристаллической решетки вдоль определенного кристаллографического направления учитывается асимметрия отражения и вычитается  $K_{a2}$  компонента дифракционного дублета [1,7,8]

Размер кристаллитов (БКР) [1] определяется в направлении, перпендикулярном отражающей плоскости с индексами  $hkl$ :

$$d_{hkl} = n\lambda / \beta \cos \theta_{hkl} (\text{Å}).$$

Величина искажений решётки (микронапряжение) в направлении, нормальном отражающей плоскости с индексами  $hkl$  равна:

$$\varepsilon = \Delta d / d \geq \beta / 4 \operatorname{tg} \theta_{hkl} .$$

Приведенное выражение для определения размеров кристаллитов (БКР) справедливо в случае независимости истинного размера от кристаллографического направления [6, 9,10].

Вычисленные значения  $\beta$ ,  $D$  и  $\varepsilon$  позволяют практически определять изменение размеров кристаллитов и микродеформации минералов тонковкрапленных руд и продуктов их обогащения рентгенодифрактометрическим методом [11-12].

Рентгенодифрактометрическое изучение проб продуктов обогащения показало, что для метода уширений пригодны стандартные образцы корунда, кремния, слюды; методы первичной обработки измеренных дифрактограмм и выбранные дифракционные рефлексы минералов. В качестве примера приведены результаты определения инструментального уширения дифрактометра и размеров кристаллитов (БКР) минералов двух образцов №523 и №526 - продуктов обогащения золоторудного Комаровского месторождения. Рентгенодифрактометрическое изучение образцов показало, что для метода уширений пригодны следующие рефлексы с индексами: 200 – пирит (2,70 Å); 101 – кварц (3,34 Å); 004 – хлорит (3,51 Å); 104 – доломит (2,89 Å).

Дифрактограммы каждого образца обрабатывались по одинаковой схеме:

а) первичная цифровая обработка включала в себя построение модельной дифрактограммы с применением Фурье – преобразования; уровень аппроксимации подбирался таким образом, чтобы не происходило снижения интенсивности и увеличения ширины отражений компонентов дублета  $K_{\alpha 1} - K_{\alpha 2}$  рефлексов при заметном снижении флуктуаций фона;

б) вычитание  $K_{\alpha 2}$  – компоненты дублета;

в) определение положения дифракционных максимумов и их интенсивностей;

г) определение дифрактометрических характеристик образцов: полной ширины на половине максимума рефлекса ( $FWHM$ ); интегральной ширины рефлексов (Integral Breadth) ( $I B$ ); положение центра тяжести рефлекса (Gravity Centre) ( $G C$ ) и соответствующего межплоскостного расстояния  $d$  ( $G C$ ); площадь рефлекса (Net Area) ( $N A$ );

д) проведение рентгенофазового анализа;

е) вычисление параметров кристаллической ячейки основных фаз, размеров кристаллитов и микроискажений структуры по определенным кристаллографическим направлениям.

### **Выбор стандарта для определения инструментальной ширины дифракционной линии**

Основные характеристики структурного состояния синтетического образца (СО1) корунда ( $Al_2O_3$ ) представлены в таблице 1. Условия съёмки дифрактограммы: диапазон углов  $2\theta$  20-100°; ширина щели расходимости первичного пучка: 0,3 мм; сцинтилляционный детектор; сглаживание дифрактограммы методом Фурье и вычитание  $K_{\alpha 2}$  – компоненты дублета. Определено положение центра тяжести ( $G C$ ) рефлекса и межплоскостное расстояние; положение рефлекса, соответствующее измеренному максимуму рефлекса (Obs. Max); интегральная ширина рефлекса ( $I B$ ); полная ширина рефлекса на уровне половины максимума ( $FWHM$ ); площадь рефлекса над уровнем фона ( $N A$ ) (интенсивность в импульсах  $\times 2\theta^\circ$ ).

Таблица 1 – Основные характеристики структурного состояния образца корунда (CO1)

$GC$ $2\theta^\circ$	$d(GC), \text{Å}$	Obs. Max $2\theta^\circ$	$IB$ $2\theta^\circ$	$FWHM$ $2\theta^\circ$	$NA$ (имп x град)
25,559	3,4824	25,570	0,077	0,072	7,508
35,137	2,5519	35,141	0,077	0,068	22,57
37,765	2,3802	37,770	0,075	0,066	3,155
43,342	2,0860	43,347	0,075	0,065	11,98
52,541	1,7403	52,548	0,082	0,068	6,460
57,487	1,6018	57,495	0,086	0,073	20,65
66,520	1,4045	66,514	0,091	0,075	4,252
68,209	1,3738	68,207	0,089	0,074	4,601
76,860	1,2393	76,870	0,091	0,079	7,788

В таблице 2 приведена дифрактограмма того же образца корунда без сглаживания методом Фурье первичной дифрактограммы, снятой при тех же условиях.

Таблица 2 – Основные характеристики структурного состояния стандартного образца корунда (CO1) без сглаживания первичной дифрактограммы методом Фурье

$GC$ $2\theta^\circ$	$d(GC), \text{Å}$	Obs. Max $2\theta^\circ$	$IB$ $2\theta^\circ$	$FWHM$ $2\theta^\circ$	$NA$ (имп x град)
25,567	3,4813	5,573	0,064	0,053	7,751
35,139	2,5518	35,143	0,067	0,053	22,75
37,760	2,3805	37,772	0,066	0,053	3,332
43,345	2,0858	43,349	0,071	0,055	12,49
52,541	1,7403	52,549	0,073	0,060	6,295
57,487	1,6018	57,496	0,081	0,065	20,93
66,505	1,4048	66,515	0,080	0,066	4,094
68,208	1,3738	68,208	0,082	0,065	4,657
76,858	1,2393	76,870	0,093	0,075	8,419
77,224	1,2344	77,233	0,092	0,078	2,871

Поскольку операция Фурье-сглаживания изменяет значения ( $IB$ ) и  $FWHM$ , при проведении расчётов по измеренным дифрактограммам исследуемых образцов учитывалась применённая схема обработки стандартов.

Для определения инструментальной ширины дифрактометра [12] были использованы различные образцы синтетического корунда: CO1 (таблица 1), CO2, CR, а также образцы кремния и слюды. Полученные результаты приведены на рисунке 1.

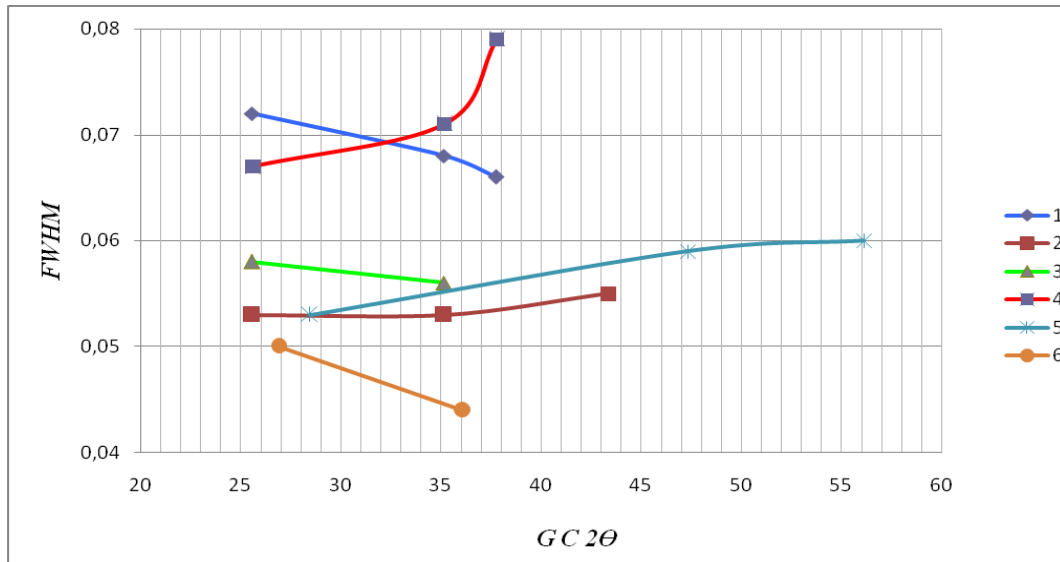


Рисунок 1 - Ширина дифракционного рефлекса в диапазоне углов  $2\theta^\circ$  от 8 до  $57^\circ$ .

Стандартные образцы: 1 – корунда (CO1) со сглаживанием методом Фурье; 2 – CO1 без сглаживания методом Фурье; 3 – CO2; 4 – CR; 5 – кремния; 6 – слюды.

На диаграмме показана ширина дифракционного рефлекса в диапазоне углов  $2\theta^\circ$  от 8 до  $57^\circ$  для использованных в качестве стандартов образцов и применённых методов обработки первичных данных. Полученные результаты позволяют определить инструментальную ширину дифракционных рефлексов, необходимую для определения размеров кристаллитов продуктов обогащения руды Комаровского месторождения.

### Экспериментальные данные измерения параметров тонкой кристаллической структуры минералов продуктов обогащения золоторудного Комаровского месторождения

Описанная методика была применена к минералам двух образцов: №523 (Au-концентрат) и №526 (хвосты обогащения) Комаровского месторождения (рисунки 2 и 3, таблицы 3-5).

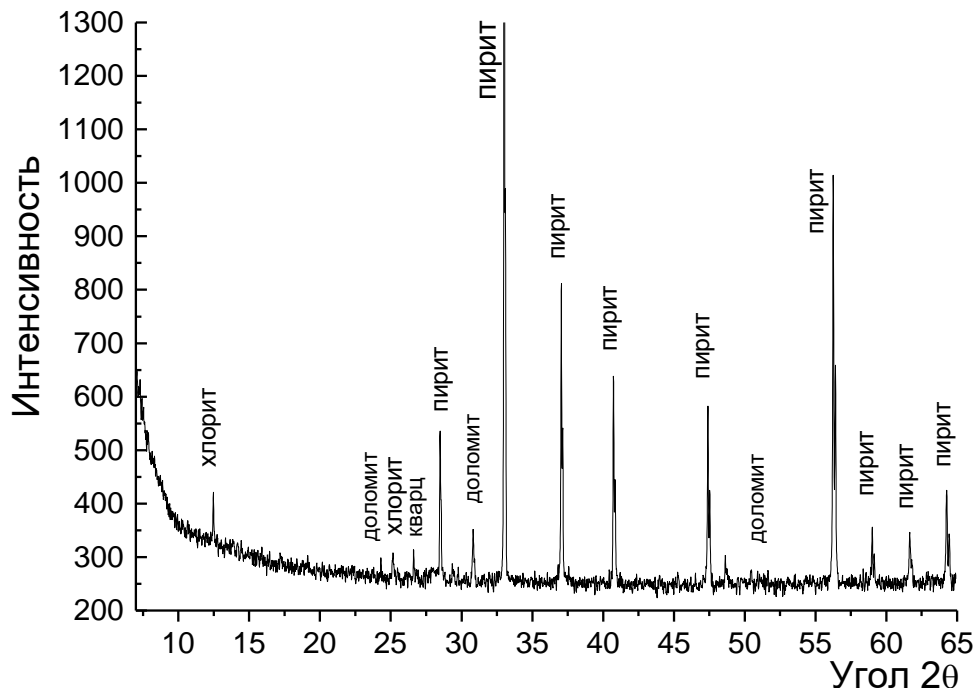


Рисунок 2 - Дифрактограмма обр. №523 (Au-концентрат) из месторождения Комаровское

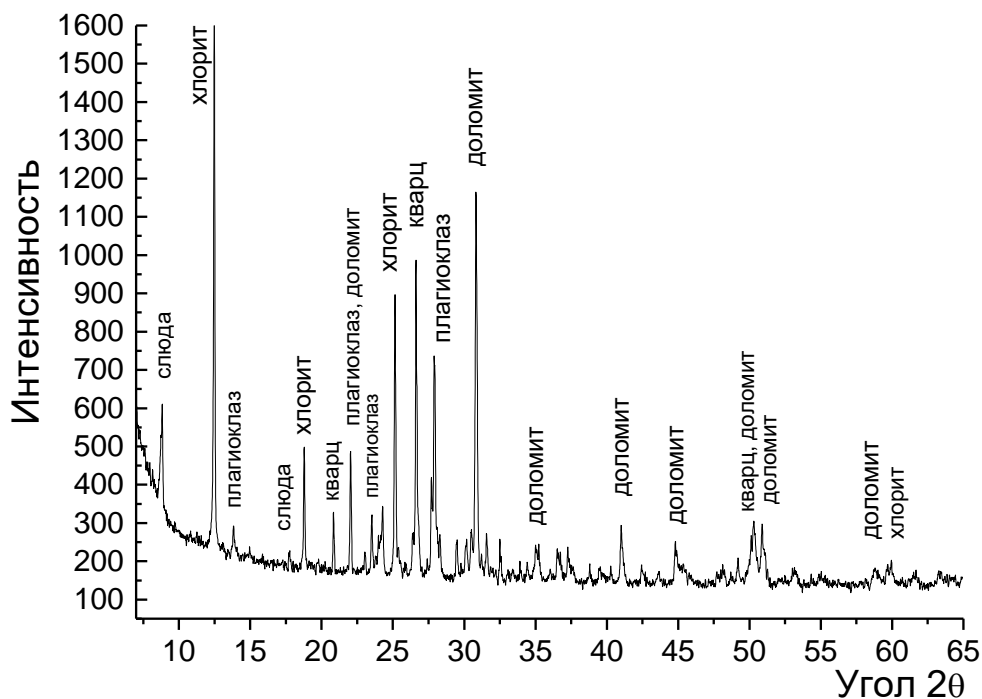


Рисунок 3 - Дифрактограмма обр. №526 (хвосты обогащения) из месторождения Комаровское

Таблица 3 - Результаты рентгенофазового анализа продуктов обогащения из месторождения Комаровское

№ п/п	№ обр.	Минеральный состав, мас.%								
		кварц	плаггиоклаз	слода	хлорит	кальцит	доломит	пирит	сфалерит	примесь
1	523 (Au-концентрат)	<<1	-	-	2	<<1	1,5	95,5	-	-
2	526 (хвосты обогащения)	25	11,5	8	28	2	25		-	-

Таблица 4 – Основные характеристики структурного состояния пирита образца №523 (Au-концентрат)

$G C$ $2\theta^\circ$	$d(G C), \text{Å}$	Obs. Max $2\theta^\circ$	$I B$ $2\theta^\circ$	$FWHM$ $2\theta^\circ$	$N A$ (имп x град)
32,960	2,7154	33,014	0,091	0,087	6,177

Таблица 5 – Основные характеристики структурного состояния хлорита образца №526 (хвосты обогащения)

$G C$ $2\theta^\circ$	$d(G C), \text{Å}$	Obs. Max $2\theta^\circ$	$I B$ $2\theta^\circ$	$FWHM$ $2\theta^\circ$	$N A$ (имп x град)
6,226	14,1844	6,245	0,129	0,097	4,051
12,486	7,0830	12,511	0,106	0,068	10,05
25,197	3,5315	25,169	0,101	0,076	5,579

### Расчёт размеров кристаллитов пирита обр. №523 при использовании синтетического образца корунда (CO1)

При расчёте размеров БКР пирита использовались значения инструментальной ширины ( $b$ ) дифракционных рефлексов корунда (CO1) ( $2\theta = 35,137^\circ$ ) с применением метода сглаживания Фурье:  $b = 0,077$ . Расчет БКР пирита проведён для рефлекса 200 ( $2\theta = 33,014^\circ$ ) (рисунок 4) после первичной обработки со сглаживанием Фурье и вычитанием компоненты  $K_{\alpha 2}$  (Fourier+StripKA2):  $B = 0,091$ .

При использовании аппроксимации физическое уширение имеет значение:

$$\beta = 2,443454 \cdot 10^{-4} \text{ (по Коши),}$$

$$\beta = 8,464393 \cdot 10^{-4} \text{ (по Гауссу).}$$

В результате размеры БКР равны:

$$D_{200} = 6575 \text{ \AA} \text{ (по Коши); } D_{200} = 1898 \text{ \AA} \text{ (по Гауссу)}$$

Таким образом, расчётная величина размера БКР пирита не выходит за пределы области применения используемого метода аппроксимации.

### Расчёт размеров кристаллитов пирита обр. №523 при использовании в качестве стандарта образца слюды

При использовании для определения инструментальной ширины ( $b$ ) дифракционных рефлексов в качестве стандартного образца слюды ( $2\theta = 36,081^\circ$ ) без применения метода сглаживания Фурье (StripKA2)  $b = 0,059$ . В этом случае были получены следующие значения размеров БКР пирита для рефлекса 200 ( $2\theta = 32,96^\circ$ ):

$$\text{Размер ОКР пирита: } D_{200} = 5170 \text{ \AA} \text{ ( по Коши); } D_{200} = 1880 \text{ \AA} \text{ ( по Гауссу)}$$

### Результаты обработки дифрактограммы обр. №523 по программе WinFit

Для вычисления размеров БКР и микроискажений кристаллической решётки методом Фурье-анализа и по интегральной ширине линий использована программа WinFit . В образце №523 (Au-концентрат) основной фазой является пирит. Расчёт проведён для рефлекса пирита с межплоскостным расстоянием  $d = 2,70 \text{ \AA}$ .

Сопоставление измеренного и расчётного профиля рефлекса с использованием функции аппроксимации - Pearson VII показано на рисунке 4.

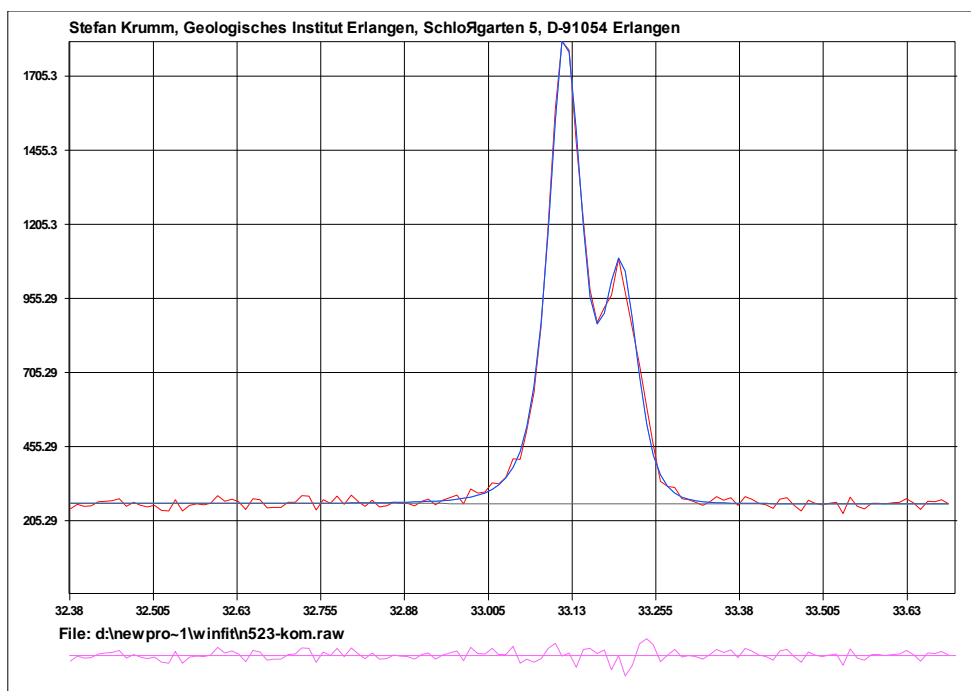




Рисунок 4 - Сопоставление измеренного (красный) и расчётного (синий) профиля дифракционного рефлекса 200 (2,70 Å) пирита (функция аппроксимации - Pearson VII).

Вычислены размеры блоков и микроискажения кристаллической решётки пирита:  $D = 2211 \text{ \AA}$ ;  $\varepsilon = 0,00028$ . Результаты приведены в сводной таблице 6.

При расчёте размера кристаллитов (БКР) хлорита обр. №526 использовалась аналогичная процедура.

Для рефлекса хлорита с индексом 002 ( $2\theta = 12,486^\circ$ ):  $B = 0,106$  и физическое уширение:  $\beta = 0,00127145823$  (по Гауссу). Размер БКР хлорита:  $D_{002} = 1218 \text{ \AA}$ .

Результаты, полученные для рефлекса хлорита с индексом 004 ( $2\theta = 25,180^\circ$ ), рефлекса кварца 101 ( $2\theta = 26,64^\circ$ ), рефлекса плагиоклаза 002 ( $2\theta = 27,926^\circ$ ), рефлекса доломита 104 ( $2\theta = 30,842^\circ$ ) показаны в сводной таблице 6.

#### Расчёт размеров кристаллитов минералов обр. №526 при использовании в качестве стандартного образца слюды

Для рефлекса хлорита с индексом 004: ( $2\theta = 25,197^\circ$ ).

Размер БКР хлорита:  $D_{004} = 1135 \text{ \AA}$  (по Гауссу).

Результаты обработки дифрактограммы обр. №526 по программе WinFit

Так как по результатам рентгенофазового анализа обр. №526 из месторождения Комаровское основными минералами хвостов обогащения являются хлорит и кварц (таблица 3), вычислены размеры блоков и микроискажения кристаллической решётки хлорита (рефлекс 004):  $D = 1567 \text{ \AA}$ ;  $\varepsilon = 0,00122$  и кварца (рефлекс 101):  $D = 1422 \text{ \AA}$ ;  $\varepsilon = 0,00094$ . Результаты, полученные при расчёте размеров блоков и микроискажений кристаллической решётки с использованием различных стандартов и процедур обработки дифрактограмм для рефлексов пирита, хлорита, кварца, плагиоклаза и доломита показаны в сводной таблице 6.

Таблица 6 - Размеры блоков и микроискажения кристаллической решётки образцов №523 и №526

№ п/п	№ обр.	Стандарт и схема обработки дифрактограмм	Минерал, рефлекс ( <i>hkl</i> )	Измеренные значения		
				Метод аппроксимации	Расчёт по программе WinFit	
				$D, \text{ \AA}$	$D, \text{ \AA}$	$\varepsilon$
1	523	Корунд (СО), метод Фурье-сглаживания, аппроксимация по Коши	Пирит, 200	6575		
2	523	по Гауссу	Пирит, 200	1898		
3	523	Слюда, без Фурье-сглаживания, по Коши	Пирит, 200	5170	2211	0,00028
4	523	по Гауссу	Пирит, 200	1880		
5	526	Корунд (СО), Фурье-сглаживание, по Гауссу	Хлорит, 002	1218		
6	526	То же	Хлорит, 004	1172		
7	526	То же	Кварц, 101	>1500		
8	526	То же	Плагиоклаз, 002	1274		
9	526	То же	Доломит, 104	994		

10	526	Слюда, без Фурье-сглаживания, по Гауссу	Хлорит, 004	1135	1567	0,00122
11	526	То же	Кварц, 101	>2000	1422	0,00094
12	526	То же	Плагиоклаз, 002	1221		
13	526	То же	Доломит, 104	927	1140	0,00137

### Заключение

Выбор стандартных образцов и методов первичной обработки дифракционных спектров позволяет определять инструментальную ширину ( $b$ ) дифракционных линий и получить экспериментальные данные при измерении минералов продуктов обогащения Au-содержащих руд Комаровского месторождения. Для вычисления размеров кристаллитов (БКР) и микроискажений кристаллической решётки были применены методы аппроксимация, Фурье-анализа и моделирования формы дифракционного пика, используя математические функции Пирсон VII, Коши, Гаусса. При расчете размеров БКР по интегральной ширине линий использовалась программа WinFit.

Проведённое рентгенодифрактометрическое изучение продуктов обогащения руд (Au-концентрат и хвосты) показало, что для метода уширения пригодны следующие рефлексы: 200 – пирит (2,70 Å); 101 – кварц (3,34 Å); 004 – хлорит (3,51 Å); 104 – доломит (2,89 Å).

Полученные значения размеров БКР и микроискажений кристаллической решётки позволяют практически определять изменение размеров блоков и микродеформации образцов минералов после технологических обработок рентгенодифрактометрическим методом. Результаты расчёта размеров БКР и микроискажений кристаллической решётки минералов близки, если процедура первичной обработки дифрактограмм аналогична для образца и используемого стандарта. Наилучшая сходимость результатов наблюдается при использовании аппроксимации по Гауссу и расчёту по программе WinFit. Значения величин размеров кристаллитов (БКР) и микроискажений находятся в пределах области применимости описанных методик.

### References

1. Gorelik S.S., Skakov U.I., Rastorguev L.N. Rentgenograficheskiy i elektronno-opticheskiy analiz. Uchebn. Posobie dliya VUZov. 4-e izd. M.: MISIS, 2002, 360 s.
2. Mirkin L. I. Sprovochnik po rentgenostrukturnomu analiz. M., 1957.
3. Shishakov N. A. Osnovnye ponyatiya strukturnogo analiza. M., 1961, 366 s.
4. Kovba L. M., Trunov V. K. Rentgenofazovyi analiz. M.: MGU, 1976, 232 s.
5. Umanskii Ya. S. Rentgenografiya metallov I poluprovodnikov. M.: Metallurgiya, 1969, 496 s.
6. Rusakov A. A. Rentgenografiya metallov. M.: Atomizdat, 1977, 480 s.
7. Panova T. V., Blinov V.I., Kovivchak V. S. Opredelenie vnutrennyh napryajenii v metallah.-Omsk. Omsk.gos.un-t, 2004.-20 s.
8. Krumm S. The program WinFit, 1997. ([krumm@geol.uni-erlangen.de](mailto:krumm@geol.uni-erlangen.de)).
9. Rukovodstvo po rentgenovskou issledovaniyu mineralov. Pod red. Frank-Kameneckogo V. A., L.: 1975, 399 s.
10. Ushatinskii I. N., Kilimnik B. K., Ovcinnikov S. I. Rentgenostrukturnyi analiz glinistykh mineralov . Metodika I rezul'taty izucheniya mineralogii glin produktivnykh otlojenii Zapadno-Sibirskih neizmennosti v svyazi s ih neftegazonosnost'uy. // Tr. ZapSibNIGNI. vyp. 35. Tyumen', 1970. S.27-64.

11. Seitimbetova A. M., Zaripov R. A., Sluysarev A. P., Batrakov A. Uy. Prakticheskoe ispol'zovanie avtomatizirovannoi sistemy sbora i obrabotki rentgenodifraktoметрических данных minerallov rud i tehnologicheskikh produktov. Geologiya v XXI veke // Materialy mejdunarodnoi nauchno-prakticheskoi konferencii «Satpaevskie chteniya», posvyashennoi 20-letiyu nezavisimosti Respubliki Kazakhstan. 14-15 apreliya 2011 g. Almaty. 2011. S.296-302.

12. Seitimbetova A. M., Sluysarev A. P., Batrakov A. Uy., Ukibaev Zh. K., Bekenova G. K. Izuchenie tehnologicheskikh produktov rud Maikainskogo mestorojdeniya na modernizirovannom rentgenovskom diffraktoграмме DRON-4.// Izvestiya NAN RK, ser. geol. i tehn. nauk. 2011. №5. S.61-66.

**Тұрсынұлы Е., Слюсарев А.П., Бекенова Г.К., Ерёмин Ю.П.**

**Комаров алтын кен орнының байыту өнімдер диффрактограммасының кеңею сызықтарын талдаудан микробұрмалануы мен когеренттік шашырау блоктарының өлшемдерін анықтау**

Кристаллиттер өлшемі – когеренттік шашырау блогы және жұқатеңбілді кен минералдарының құрылымдық ақаулары, рентгенодиффрактометриялық зерттеулер кезінде рефлекстерінің интенсивтік таралуының кеңеюі, дифракциялық максимумдерінің жылжуы, интегралдық интенсивтіліктерінің өзгеруі бойынша олардың байыту өнімдері анықталады.

Өлшенілетін дифракциялық профильдің интегралдық ені сызықтың геометриялық және физикалық кеңеюлерінен құралады. Геометриялық, инструментальдық кеңеюі ( $b$ ) түсетін сәуленің алшақтығынан, үлгіде жұтылуынан,  $K_\alpha$  сәулеленудің дублеттік сипатынан, детектордың қабылдау саңылауынан туындаған. Инструментальдық кеңеюді табу үшін, яғни микродеформация шамасы  $\varepsilon \leq 10^{-4}$  немесе дислокация тығыздығы  $\rho \leq 10^8$  см<sup>2</sup>, когеренттік шашырау блогының өлшемі  $D \geq 0,2$  мкм болатын стандарттық-үлгі эталонына түсірілім жасау қажет.

Физикалық кеңею шамасы ( $\beta$ ) кристалдық тордың микробұрмалануы мен бөлшек өлшеміне (дисперсность) тәуелді. Дифракциялық шыңдардың кеңеюі туралы басты мәселені (кристаллиттер өлшемін  $D$  немесе микродеформацияларды) шешу үшін бір жиындағы жазықтықтардың шағылысу ретімен ғана ерекшеленетін екі сызықтың кеңеюін салыстыру керек.

Стандартты үлгілір мен дифракциялық спектрлерді бірінші ретті өңдеу әдістерін таңдау дифракциялық сызықтың инструментальдық енін ( $b$ ) анықтау мен байыту өнімдерінің минералдарын өлшеу кезінде эксперименттік мәліметтерді алуға мүмкіндік береді.

Жұқадисперсиялық Комаров алтын кен орнының өнімдерін байытуда минералдардың кристалдық торларының микробұрмалануы мен кристаллиттер өлшемдерінің анықталуына қарай бірінші ретті дирактограмманы өңдеуде ұсынылған әдістемелер: Фурье тегістеуі,  $K_{\alpha 2}$  шегеруі, Коши, Гаусс және Пирсон функцияларымен дифракциялық рефлекс пішінін жуықтау.

Үлгілерді рентгенодиффрактометриялық талдауда кеңею әдісі үшін келесі индекстегі рефлекстер жрамды: 200 – пирит (2,70 Å); 101 – кварц (3,34 Å); 004 – хлорит (3,51 Å); 104 – доломит (2,89 Å).

Сонымен қатар диффрактограмманы бірінші ретті өңдеу әдістемесі максимумның жарты ( $FWHM$ ) деңгейінде рефлексінің толық енінің мәнін өзгертеді. Зерттелінген үлгіге

есептеу жүргізгенде өлшенген дифрактограммалар бойынша стандарттарды өңдеуде қолданылған сызба есепке алынды.

Жуықтауды қолдануда Гаусс және WinFit программасы бойынша есептеулерде нәтижелердің ең жақсы ұқсастығы байқалады. Кристаллиттер өлшемі шамасының мәні мен микробұрмалану осы әдісте қолданылу аймағының шегінде жатыр.

*Түйін сөздер:* дифрактограмма, когеренттік шашырау блогы (кшб), кристаллдық торлардың микробұрмалануы, дифрактометрдің инструментальды ені, дифракциялық сызықтардың физикалық кеңеюі, байыту өнімдері, комаров кен орны.

**Tursynuly E., Slyusarev A.P., Bekenova G.K., Eremin Yu.P.**

### **The crystallite-size and distortion calculation from line integral breadth of powder pattern sample for concentration products from Komarovsky Au-ore deposit**

Crystallite size - blocks of coherent scattering and structural defects of minerals from disseminated ores and products of enrichment at X-ray diffraction study are determined. They are a broadening of the intensity distribution of reflexes, a shift of the diffraction peaks, changes in the integrated intensities in the X-ray diffraction patterns.

Integral width of the measured diffraction profile is the sum of the geometric and physical broadening of the lines. Geometric, instrumental broadening ( $b$ ) due to the divergence of the incident beam, the absorption in the sample, a doublet character  $K_\alpha$  radiation, receiving slit size of detector. To find the instrumental broadening is necessary to capture the standard - a standard sample for which the value microstrain  $\varepsilon \leq 10^{-4}$  or dislocation density  $\rho \leq 10^8 \text{ cm}^{-2}$  and the block size of the coherent scattering  $D \geq 0.2 \text{ nm}$ .

The value of the physical broadening ( $\beta$ ) depends on the microstrain of crystal lattice and dispersion (size) of particles. To determine whether the main cause of the broadening of the diffraction peaks (crystallite size  $D$  and microstrain) is necessary to compare the broadening of the two lines that differ only in the order of reflection from one set of planes.

The choice of reference materials and methods of primary processing of diffraction spectra allows to determine the instrumental width ( $b$ ) of the diffraction lines and the experimental data, that are obtained in the measurement of mineral of the dressing products.

The techniques of primary processing of diffraction patterns: Fourier smoothing, subtraction  $K_{\alpha 2}$ , approximation of the diffraction profile of the reflex by Cauchy, Gauss and Pearson functions for determination of the crystallite size and crystal lattice distortions of minerals from enrichment products of Au-ore Komarovsky deposit are proposed.

X-ray diffraction study of samples showed that the suitable method of broadening the following reflections with indexes: 200 - pyrite (2,70 Å); 101 - quartz (3,34 Å); 004 - chlorite (3,51 Å); 104 - dolomite (2,89 Å).

As the primary treatment method changes the value of diffraction reflex full width at half maximum, in the calculations from the measured diffractograms of the samples accounted scheme application processing standards.

The best convergence of results are observed when using the Gaussian approximation and the calculation program WinFit. The values of the crystallite size and microstrain belong to the area of applicability of the described methods .

*Keywords:* x-ray diffraction pattern, blocks of coherent scattering, microstrain crystal lattice, instrumental width of reflex, physical broadening of the diffraction line, dressing products, komarovsky deposit.