

Alkalmazott Fizikai Módszerek Laboratórium

Egykristály röntgen diffrakció

CSÖRNYEI GÉZA

Eötvös Loránd Tudományegyetem
Fizikus MSc I



'E' mérőcsoport

Mérés dátuma: 2019.10.04.

Mérés vezetője: Kovács Zsolt

1. Mérés célja

Mérésünk célja különböző egykristály szerkezetek orientációjának meghatározása volt Laue-módszer segítségével. A mérésünk során egy szilícium, egy sókristály, valamint egy alumínium mintával dolgoztunk.

2. Rövid elméleti összefoglaló

Egykristály szerkezetek orientációjának meghatározására kifejlesztett legegyszerűbb és legáltalánosabb módszer a Laue-módszer. A módszer lényege, hogy a minták egy keskeny, folytonos spektrumú röntgensugárával világítjuk meg, majd a keletkező diffrakciós csúcsokat egy imaging plate segítségével detektáljuk. A detektáló felület helyzetétől függően beszélhetünk első, illetve hátsó reflexiós geometriáról. Mérésünk során az imaging plate a minta és a röntgenforrás között helyezkedett el, vagyis hátsó reflexiós geometriát alkalmaztunk. A folytonos spektrum előnye, hogy ekkor minden nem túl kicsi rácsperiódussal rendelkező síksereg talál magának olyan hullámhosszú összetevőt, mellyel teljesül a Bragg-feltétel:

$$2d_{hkl} \sin \Theta_{hkl} = \lambda, \tag{1}$$

ahol hkl a Miller indexek, d_{hkl} az ezekhez tartozó rácssíktávolság, Θ_{hkl} a Bragg-szög, λ pedig a röntgensugár hullámhossza. A diffrakciót szenvedett, reflektált nyalábok irányából meghatározható a reflektáló síksereg normálisának iránya is, ezt írja le a Laue-feltétel, mely a Bragg-törvénnyel ekvivalens:

$$\mathbf{k} - \mathbf{k}_0 = \mathbf{g}, \tag{2}$$

ahol \mathbf{g} a diffrakciós vektor, \mathbf{k} és \mathbf{k}_0 a primer és szórt nyalábok hullámszámvektorai. Ez alapján a különböző diffrakciós foltok helyzeteiből meghatározható a hozzájuk tartozó síkok normálisai által bezárt szögek, amelyekből a kristályrendszerhez és a szimmetriához tartozó lehetséges szögértékekkel kiszámítható a minta orientációja.

3. Mérés menete

A mérések során hátsó reflexiós geometriával dolgoztunk és egy keskeny, folytonos spektrumú röntgennyalábot használtunk a minta megvilágítására. A mintát egy goniométerre helyeztük, melynek imaging plate-től vett távolsága és orientációja is változtatható volt. A minta távolságát a mérések során 40 mm-re állítottuk. A röntgensugárzást 40 kV gyorsítófeszültséggel és 30 mA árammal hoztuk létre egy kobalt röntgensugárzó segítségével. Az egyes minták esetében fél órás expozíciós időt alkalmaztunk. A mérések után a imaging plate-ket kiolvastuk, majd a kapott ábrákat egy külön erre a célra írt programmal, az Orient Expressel dolgoztuk fel. Az egyes ábrákon a diffrakciós pontok jobb láthatósága érdekében küszöbérték transzformációkat hajtottam végre GIMP program segítségével.

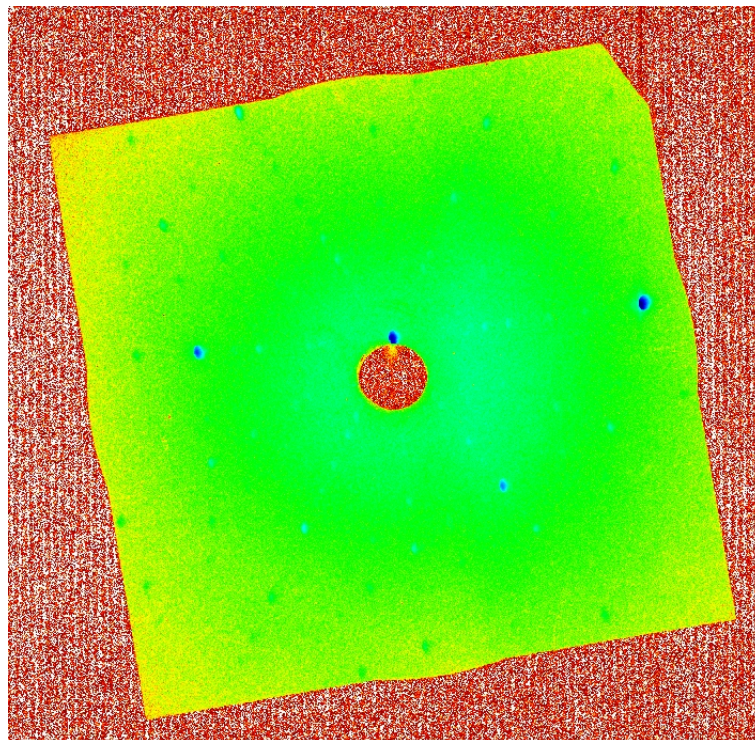
Az Orient Express programon belül először kalibráltuk az ábrát az imaging plate tartó árnyékának segítségével (melynek valós hossza 93.81 mm volt; ennek segítségével meghatároztuk a programban a pixelenkénti fizikai hosszt), majd megadtuk az elrendezés paramétereit, majd a vizsgált minta paramétereit. Ezek után a programon belül kiválasztottunk az ábrán néhány kicsi Miller indexekkel rendelkező diffrakciós foltot, amely alapján számítani tudtuk az orientációt. A program több lehetséges orientációt is felajánlott, ezek közül a diffrakciós pontok egyezése alapján választottuk ki a legjobbat.

Az orientáció meghatározása után a programmal kiszámítottuk a minta sztereografikus vetületét a mérési elrendezéshez tartozó orientációban, majd az ábrát a megfelelő szögek megadásával elforgattuk, így megkaptuk az általunk választott irányhoz tartozó elforgatási szögeket.

4. Kiértékelés

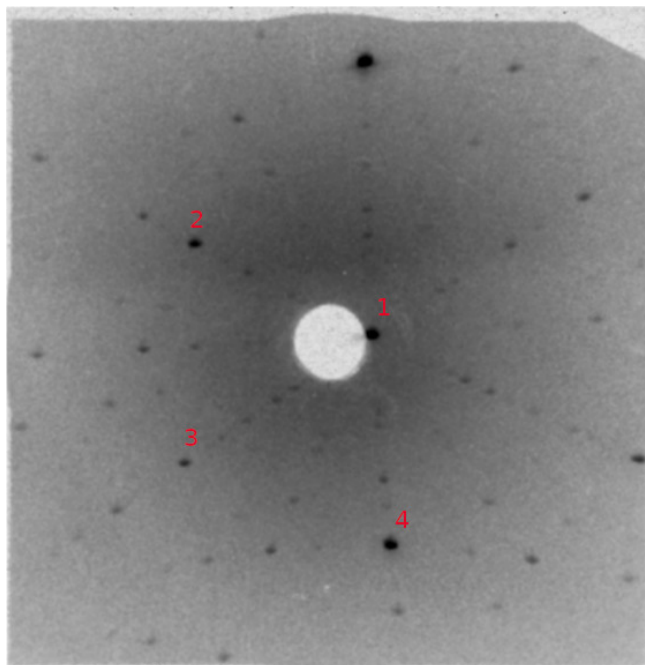
4.1. *Si* lapka

Méréseinket először a *Si* lapka diffrakciós képének felvételével kezdtük. A mérés beállítása a fentebb felsoroltaknak felelt meg, az expozíciós idő 30 perc volt. A imaging plate kiolvasását követően kapott ábra a 1. ábrán látható.



1. ábra. A *Si* lapka imaging plate kiolvasása

A jobb láthatóság érdekében a kapott képet GIMP 2 programban előkészítettem a kiértékeléshez, mely előkészítés során kiemeltem azt a színekompontent, amelyben a diffrakciós foltok a legjobban látszódtak, majd különböző küszöbérték, görbétési, valamint geometriai változtatásokat (forgatás, tükrözés) alkalmaztam, ezzel kapva a 2. ábrán látható képet.



2. ábra. A *Si* lapka diffrakciós képének javított változata. Az egyes indexek az orientáció meghatározásához használt pontokat jelölik

A kapott képet betöltöttem az *OrientExpress* programba, majd beimportáltam a *Si* egykristály szerkezetére vonatkozó adatokat, megadtam az imaging plate távolságát, valamint kalibráltam a képen látható, pixelben mért távolságokat az imaging plate szélességének valóságos hosszával, mely 93.81 mm volt. Ezen értékek megadása után kijelöltem az indexeléshez használni kívánt pontokat (2. ábra), majd a program megadta a lehetséges indexeléseket. A legmegfelelőbbnek választott indexelés, valamint az egyes pontok koordinátái (a kép középpontjától mért távolságok) láthatók a 1. táblázatban.

Index	X [cm]	Y [cm]	<i>hkl</i>
1	0.63	0.14	$\overline{111}$
2	0.89	-3.00	$\overline{211}$
3	-2.00	1.46	$\overline{112}$
4	-2.17	-1.78	$\overline{313}$

1. táblázat. A *Si* lapka indexeléséhez használt pontok koordinátái

A kapott indexelés esetére végrehajtottam a sztereografikus projekció lépést az *OrientExpress* segítségével, melyből a 3. ábrát kaptam. A képen a középpont a nyaláb irányának felel meg.



3. ábra. A Si lapka diffrakciós képének sztereografikus projekciója

A minta orientációjának meghatározásának meghatározásához be kellett forgatnunk ezt a projekciót egy tetszőleges irányba, mely irányt én $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$ -nek választottam. A már orientált sztereografikus projekció a 4. ábrán látható.

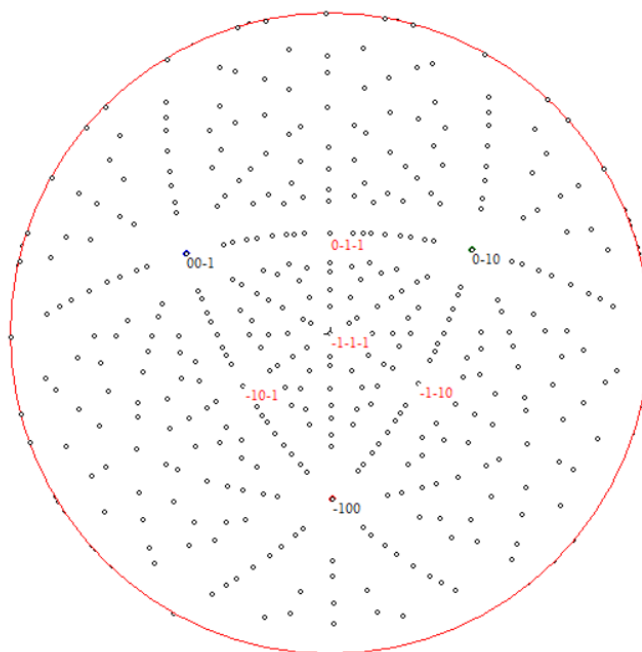
Az egyes forgatási szögek (a programbeli tengelyek körül, a nekik megfelelő jelöléssel):

- $X=3.0^\circ$
- $Y=1.5^\circ$
- $Z=-5.0^\circ$

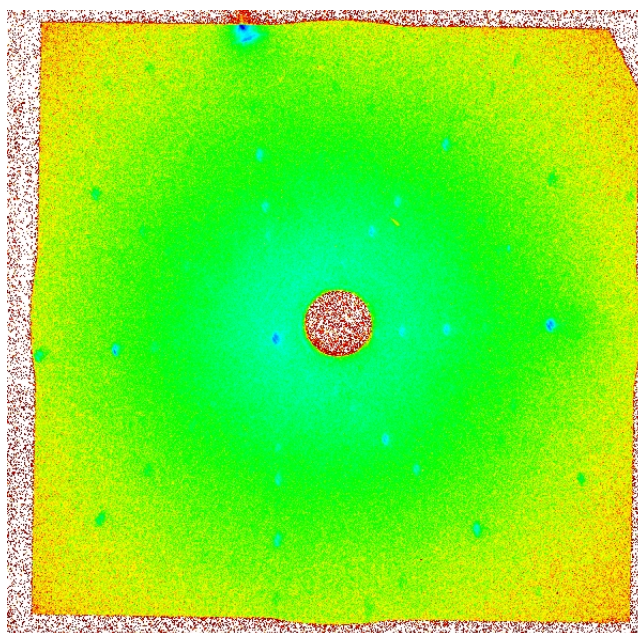
Mivel a mintát lapjával párhuzamosan rögzítettük a mintatartóra és ilyen kicsi szögekkel kellett csak elforgatnunk a projekciót, hogy beálljuk egy kristálytani irányba, ezért kijelenthető, hogy a minta jó közelítéssel egyik kristállysíkja mentén lett elvágva.

4.2. $NaCl$ kristály

A kiértékelés lépései és a mérési elrendezés az előzővel azonos volt. A minta diffrakciós felvétele:

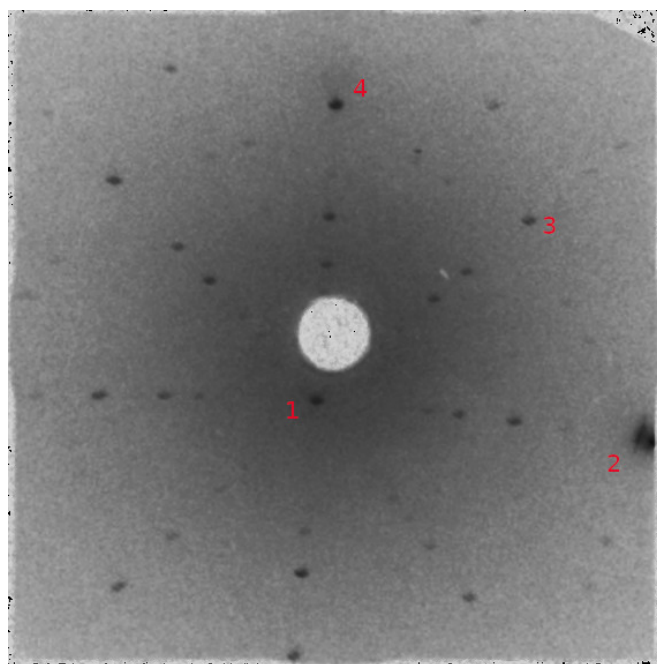


4. ábra. A Si lapka sztereografikus projekciójának orientált (beforgatott) változata



5. ábra. A $NaCl$ minta imaging plate kiolvasása

A kapott képet hasonlóan előkészítettem (6. ábra), majd elvégeztem a programmal az indexelés lépést (2. táblázat).



6. ábra. A $NaCl$ minta diffrakciós képének javított változata. Az egyes indexek az orientáció meghatározásához használt pontokat jelölik

Index	X [cm]	Y [cm]	hkl
1	-0.21	-0.97	$\bar{1}00$
2	4.65	-1.50	$\bar{2}10$
3	2.97	1.69	$3\bar{1}\bar{1}$
4	0.05	3.40	$\bar{2}0\bar{1}$

2. táblázat. A $NaCl$ minta indexeléséhez használt pontok koordinátái

A minta orientációjának meghatározásához itt is elvégeztem a sztereografikus projekciót a korábbihoz hasonló módon. Az eredmény a 7. ábrán látható.

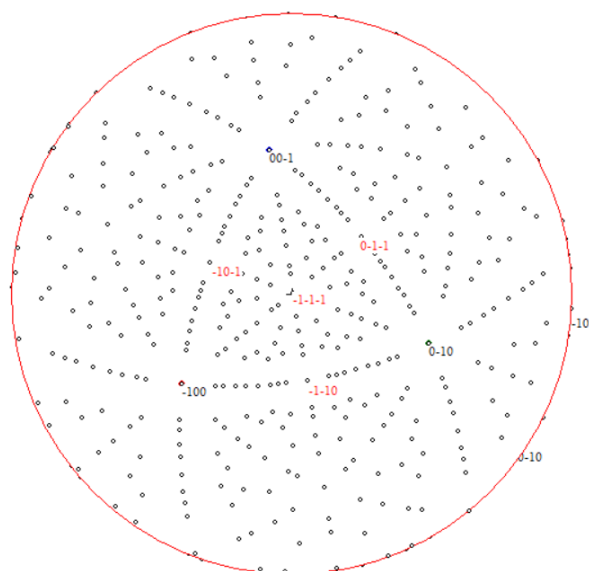
A korábbihoz hasonlóan ezen a képen is elvégeztem az orientálás lépést, azaz beforgattam a rendszert a $\bar{1}\bar{1}\bar{1}$ irányba (8. ábra).

A beforgatáshoz szükséges szögek a korábbi jelöléseknek megfelelően:

- $X=13.0^\circ$
- $Y=25.0^\circ$
- $Z=43.0^\circ$



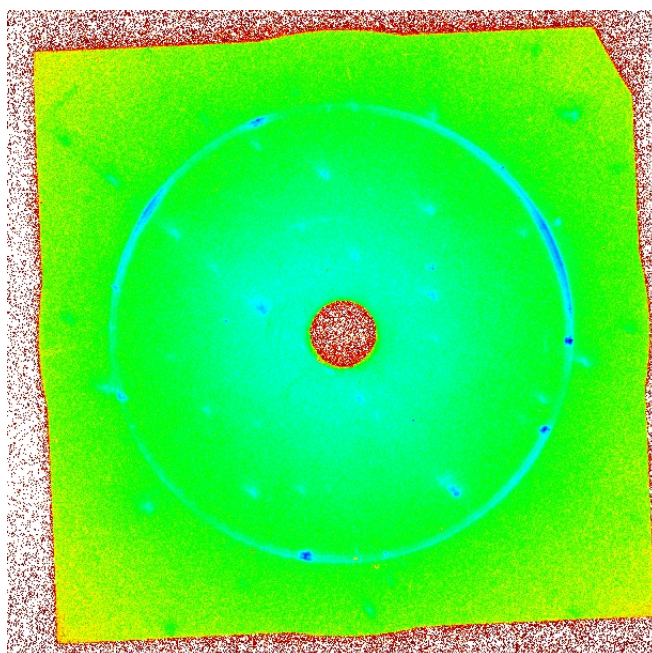
7. ábra. A *NaCl* kristály diffrakciós képének sztereografikus projekciója



8. ábra. A *NaCl* minta sztereografikus projekciójának orientált (beforgatott) változata

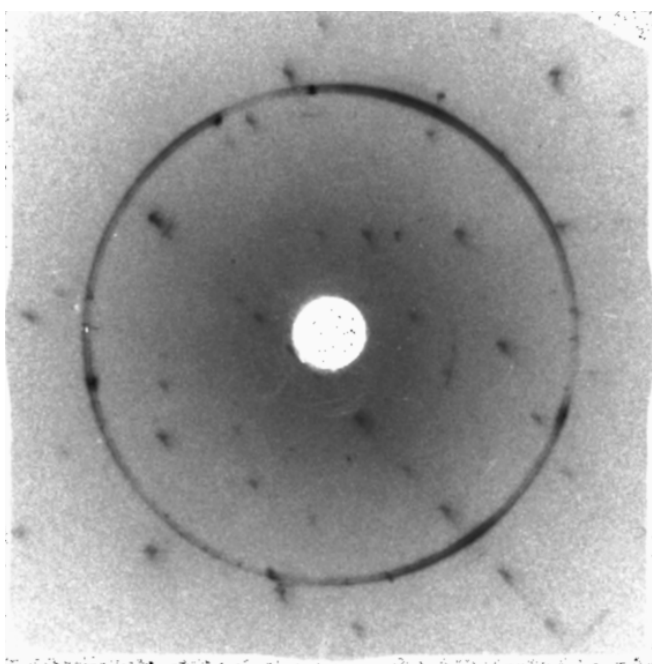
4.3. *Al* minta

A mérés során az alumínium mintát vizsgáltuk meg utoljára. A beállítások a korábbiaknak megfelelőek voltak, az expozíciós idő itt is 30 perc volt. Az imaging plate kiolvasása után kapott diffrakciós kép a 9. ábrán látható.



9. ábra. Az alumínium minta diffrakciós képe

A fenti ábrán végrehajtottam ugyanazon transzformációkat mint korábban, az eredmény az indexeléssel a ?? ábrán látható. Az egyes indexelt pontok koordinátái a 3. táblázatban találhatók.

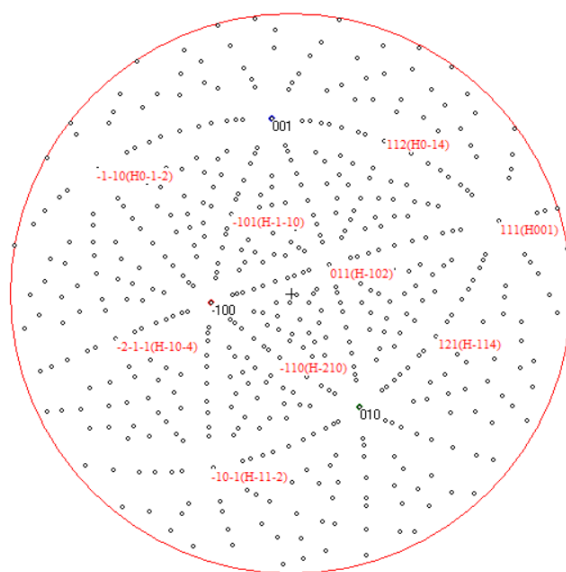


10. ábra. A Al minta diffrakciós képének javított változata. Az egyes indexek az orientáció meghatározásához használt pontokat jelölik

Index	X [cm]	Y [cm]	hkl
1	-2.56	1.77	$\bar{3}12$
2	3.49	1.62	$\bar{1}21$
3	0.58	-1.25	011
4	-0.64	-3.83	$\bar{1}10$

3. táblázat. Az Al minta indexeléséhez használt pontok koordinátái

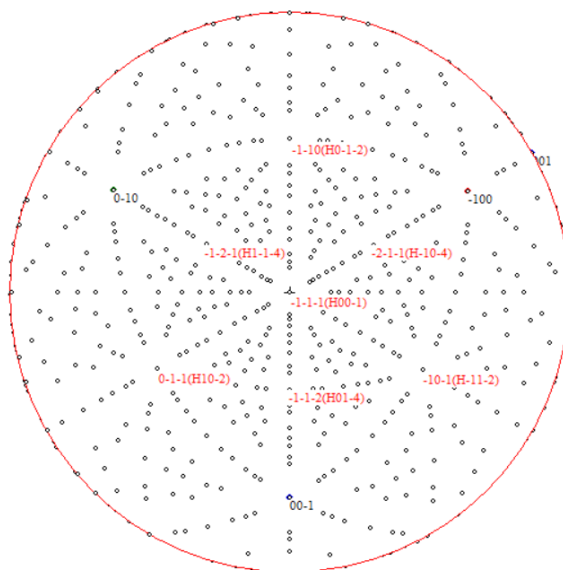
A kapott sztereografikus projekció a ?? . ábrán látható.



11. ábra. Az Al minta diffrakciós képének sztereografikus projekciója

A korábbiakhoz hasonlóan itt is elvégeztem a minta orientálását, ennek megfelelően az orientált sztereografikus projekció:

A beforgatáshoz szükséges szögek a korábbi jelöléseknek megfelelően:



12. ábra. Az *Al* minta sztereografikus projekciójának orientált (beforgatott) változata

- $X=25.0^\circ$
- $Y=-22.0^\circ$
- $Z=-105.0^\circ$

5. Diszkusszió

Mérésünk során megismerkedtünk a Laue-módszerrel, valamint az ahhoz használatos eszközökkel, valamint sikeresen meghatároztuk három különböző minta orientációját.