

EXPERIMENTÁLNÍ METODY 2

Rentgenová difrakce

Zpracoval: Radek Hornák

Skupina: Středa 10:00

Datum: 23. února 2022

1 Úvod

Rentgenová difrakce, pro kterou používáme zkratku XRD (z angl. X-ray diffraction) je analytická metoda pro určení atomové a molekulární struktury krystalu. Krystalová mřížka způsobí difrakci dopadajícího rentgenového záření. Měřením úhlů a intenzit rozptýleného záření lze určit střední polohy atomů v krystalu, chemické vazby, rozměr elementární buňky aj.

První Braggovou difrakční podmínkou je dopad monochromatického záření na polykrystalický vzorek, jehož zrna jsou tak malá, že v ozářeném objemu jsou zastoupeny všechny orientace zrn. Tyto zrna difraktují dle rovnice

$$2a \sin \theta = \lambda \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \quad (1)$$

kde λ je vlnová délka záření, a je mřížkový parametr a h, k, l jsou Laueho indexy. Ty vzniknou vynásobením Millerových indexů h_0, k_0, l_0 roviny přirozeným číslem n , které je řádem difrakce.

Intenzita difrakce závisí na struktuře elementární buňky. Pro prostou kubickou mřížku jsou všechny difrakce povoleny. Prostorově centrovaná kubická mřížka má povolené difrakce, jejichž součet Laueho indexů je sudý. V plošně centrované kubické mřížce jsou povoleny difrakce, pokud Laueho indexy jsou buď všechny sudé, nebo všechny liché. Diamantová mřížka má povolené difrakce, pokud jsou Laueho indexy liché a nebo jsou sudé a zároveň je jejich součet dělitelný čtyřmi.

Pro výpočet velikosti krystalitů se využívá Scherrerovy rovnice:

$$\tau = \frac{K\lambda}{\beta \cos \Theta} \quad (2)$$

τ je velikost krystalitů, K je empirický faktor udávající tvar krystalitů (typicky 0,94), β je pološířka píku v polovině jeho maxima a θ je úhel udávající pozici píku.

2 Měření

Měření se provádí v Bragg-Brentanově konfiguraci – samofokusující konfiguraci. Před samotným měřením je potřeba přístroj najastovat, tedy nastavit vzdálenosti zdroj-střed goniometru a střed goniometru-detektor na stejnou hodnotu, a také aby úhel dopadu středního paprsku byl roven jeho úhlu výstupu ze vzorku do detektoru. Zdrojem záření je Cu rentgenka obsahující vlnové délky $K_{\alpha 1}$ a $K_{\alpha 2}$, tedy 1,540601 Å respektive 1,544430 Å. Sollerovy clony vymezují úhlovou aperturu ve směru kolmém na rozptylovou rovinu a motorizovaná šterbina ve směru podélném.

Měřenou látkou je kuchyňská sůl. Při měření je využito měřicího rozsahu 20 – –100 ° s krokem 0,01 °. Výstupem je závislost měřené intenzity na difrakčním úhlu 2θ .

3 Závěr