

НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ
ВЫСШАЯ ШКОЛА ЭКОНОМИКИ

Факультет физики

Лабораторная работа

«Метод качания. Определение периодов идентичности по
рентгенограмме монокристалла. Индицирование
рефлексов»

Работу выполнил студент 3 курса
Захаров Сергей Дмитриевич



НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
УНИВЕРСИТЕТ

Москва
2020

Содержание

1. Анализ рентгенограммы	2
2. Определение направления качания	3
3. Индицирование рефлексов на нулевой слоевой линии	4
4. Чертеж узловой плоскости ОР, соответствующей нулевой слоевой линии. Поиск узлов, пересекающих сферу отражения при качании кристалла	5
5. Вывод	6

1. Анализ рентгенограммы

Для выполнения работы была взята рентгенограмма, представленная на рисунке [1](#).

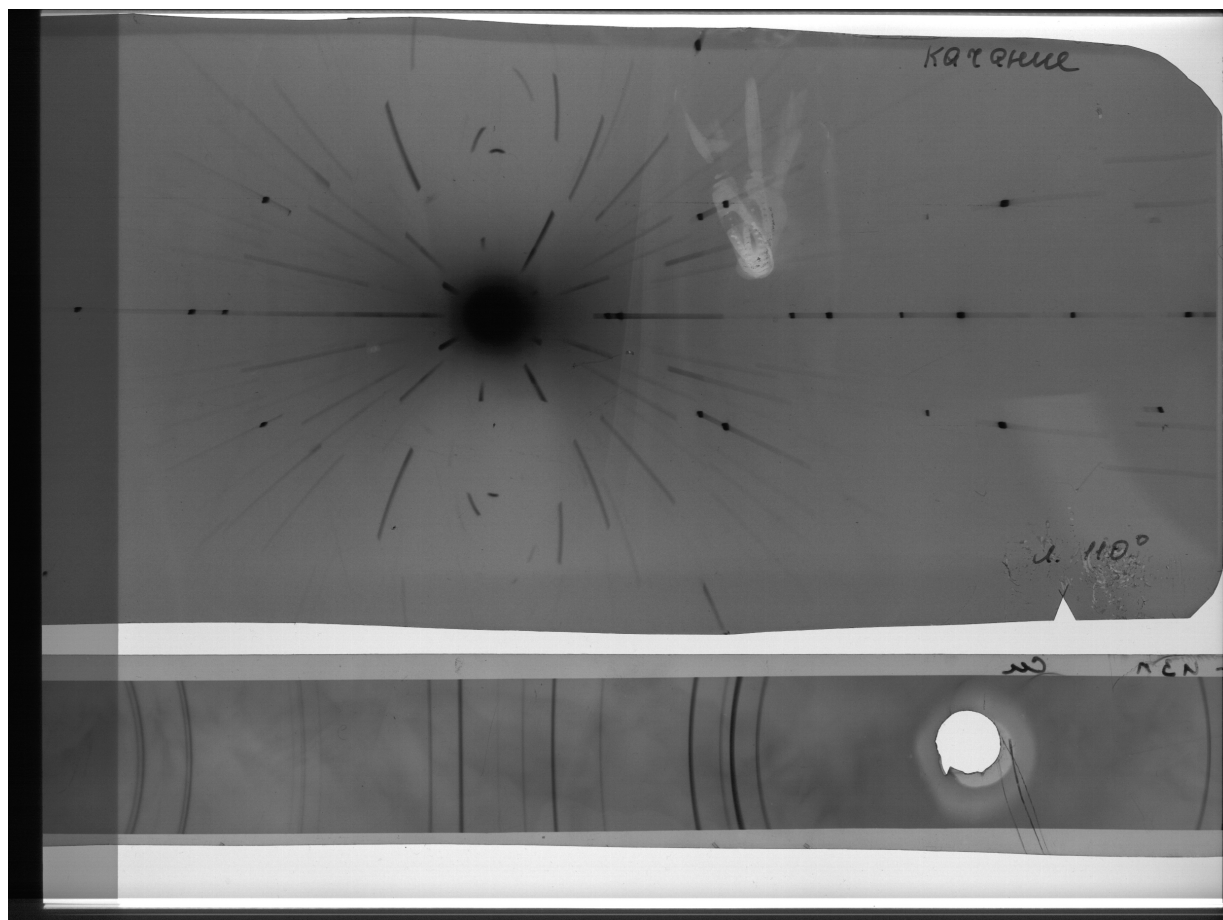


Рис. 1. Рентгенограмма для анализа (сверху)

На основании представленной рентгенограммы можем заявить, что присутствуют α - и β -рефлексы, видно две первых слоевых линии, симметричных относительно нулевой слоевой линии.

Появление слоевых линий объясняется с помощью построения Эвальда, демонстрирующего принцип их появления при вращении (см. рисунок [2](#)).

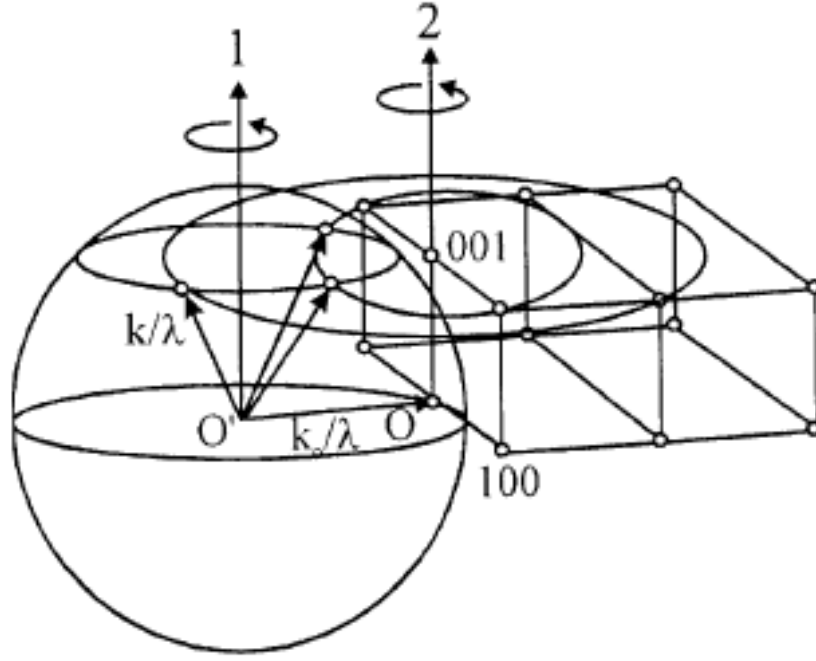


Рис. 2. Построение Эвальда, объясняющее происхождение слоевых линий на рентгенограмме вращения (Рис. 4.2а [1]). Здесь 1 — ось вращения кристалла и ось кассеты с пленкой, 2 — ось вращения обратной решетки.

2. Определение направления качания

Согласно методике, изложенной в [1], для определения периода идентичности возможно использовать формулу

$$J_{mnp} = n\lambda \sqrt{1 + \left(\frac{R}{l_n}\right)^2} \quad (1)$$

Здесь R — радиус камеры, l_n — расстояние от нулевой до n -ной слоевой линии, λ — длина волны излучения. Известно, что в работе использовалась камера РКВ с цилиндрической кассетой, значит $R = 43$ мм.

После анализа рентгенограммы было установлено, что $l_1 = 19.09$ мм. Кроме того, для используемого излучения $\lambda_\alpha = 1.54178$ Å. Поэтому из (1) получаем:

$$\boxed{J = 3.83 \text{ Å}} \quad (2)$$

Нам известно, что в работе использовался кристалл кремния, для которого $a \approx 5.4307$ Å. С учетом полученных нами данных, можем заключить, что имеется связь:

$$\frac{a}{\sqrt{2}} \approx J \quad (3)$$

Из этого, в свою очередь, заключаем, что направление на узловую прямую соответствует [110].

3. Индицирование рефлексов на нулевой слоевой линии

Для определения межплоскостного расстояния (и дальнейшего индицирование рефлексов) возможно использование условию Брэгга–Вульфа:

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (4)$$

Здесь d — межплоскостное расстояние, θ — брэгговский угол, n — порядок дифракционного максимума (рефлекса), λ — длина волны.

Как уже было сказано, в лабораторной использовалась камера РКВ с цилиндрической касетой. Это означает, что угол θ можно измерять, по расстоянию l от центра рентгенограммы до соответствующего рефлекса (на нулевой слоевой линии) при условии, что l измеряется в миллиметрах:

$$\theta = \frac{l}{1.5} \quad (5)$$

Мы также предполагаем, что видим первый порядок дифракции, а значит $n = 1$.

Все получаемые в ходе лабораторной данные будем вносить в одну сводную таблицу.

На основании рентгенограммы мы можем примерно определить, какие рефлексы принадлежат к β , а какие к α (по тому, есть ли соответствующий рефлекс чуть ниже первой слоевой линии, см. рисунок 4.4 в [1]). Для того, чтобы это подтвердить, или опровергнуть, посчитаем $\sin \theta_\beta$ аналогично тому, как это было сделано в Лабораторной 1. С учетом того, какое излучение используется, сразу выпишем:

$$\lambda_\alpha = 1.54178 \text{ \AA} \quad (6)$$

$$\lambda_\beta = 1.39217 \text{ \AA} \quad (7)$$

В расчетных формулах для β - и α -рефлексов будем использовать λ_β и λ_α соответственно. С учетом этого запишем в таблицу d .

Индексы hkl определим с учетом наличия квадратичной формы, которая связывает d и hkl , которая выражается следующим образом:

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} \Rightarrow h^2 + k^2 + l^2 = \frac{a^2}{d^2} \quad (8)$$

В качестве дополнительного условия на индексы поймем следующее: в силу того, что качество, согласно первому пункту лабораторной, проводилось вокруг оси $[110]$, получим:

$$mh + nk + pl = h + k = 0 \Rightarrow h = -k \quad (9)$$

Здесь m, n, k — числа в записи оси $[mnk] = [110]$.

Поэтому мы должны искать рефлексы вида $(h, -h, l)$

N	l , мм	θ	$\sin \theta$	$\sin \theta_\beta$	α/β	d	$\sum_i h_i^2$	hkl
1	19.56	13.04	0.23	0.20	β	3.09	3.1	1-11
2	21.84	14.56	0.25	0.23	α	3.07	3.13	1-11
3	51.22	34.15	0.56	0.51	β	1.24	19.18	3-31
4	57.57	38.38	0.62	0.56	α	1.24	19.13	3-31
5	69.93	46.62	0.73	0.66	β	0.96	32.15	4-40
6	80.09	53.39	0.80	0.72	α	0.96	31.98	4-40
7	99.31	66.21	0.92	0.83	$\alpha?$	0.84	41.55	541?
8	119.2	79.47	0.98	0.89	α	0.78	47.97	4-44

Сравнивая результат с имеющимися в общем доступе базам данных (например, с помощью Match), становится понятно, что сошлись все рефлексy, кроме одного (седьмого), который в таблице указан со знаком вопроса (поскольку как минимум не подчиняется установленному нами виду рефлексов). Предположительно он может быть бета-рефлексом от какой-то более сильной альфы, находящейся дальше, но проверить это в данной лабораторной возможным не представляется.

4. Чертеж узловой плоскости ОР, соответствующей нулевой слоевой линии. Поиск узлов, пересекающих сферу отражения при качании кристалла

Как известно, обратной решетке должны соответствовать целочисленные узлы координатной сетки. Для соответствующего построения сперва посчитаем радиус сферы Эвальда в нашем масштабе (учтя, что в нашем масштабе единичный отрезок есть $1/a$):

$$R = \frac{a}{\lambda} \approx 3.522 \quad (10)$$

Качание кристалла происходило вокруг оси $[110]$, что было установлено в 1-ом пункте лабораторной. По этой причине кажется логичным, что центр сферы должен лежать на прямой $y = x$. Кроме того, сфера должна касаться начала координат. Этих условий в купе с радиусом, посчитанным в (10), достаточно для однозначного ее рисования. Для того, чтобы не делать это совсем уж "на глазок", воспользуемся современными программами.

После того, как сфера была нарисована, в соответствии с представленными данными повернем ее вокруг начала координат на 15° в обе стороны, получив таким образом красную и синюю окружности на рис. 3.

После этого, наконец, расположим посчитанные нами рефлексy в тех же самых координатах. Как видно, все они лежат в пределах заметаемой области (рефлекс с индексами (541) было решено не приводить в силу его неоднозначной трактовки).

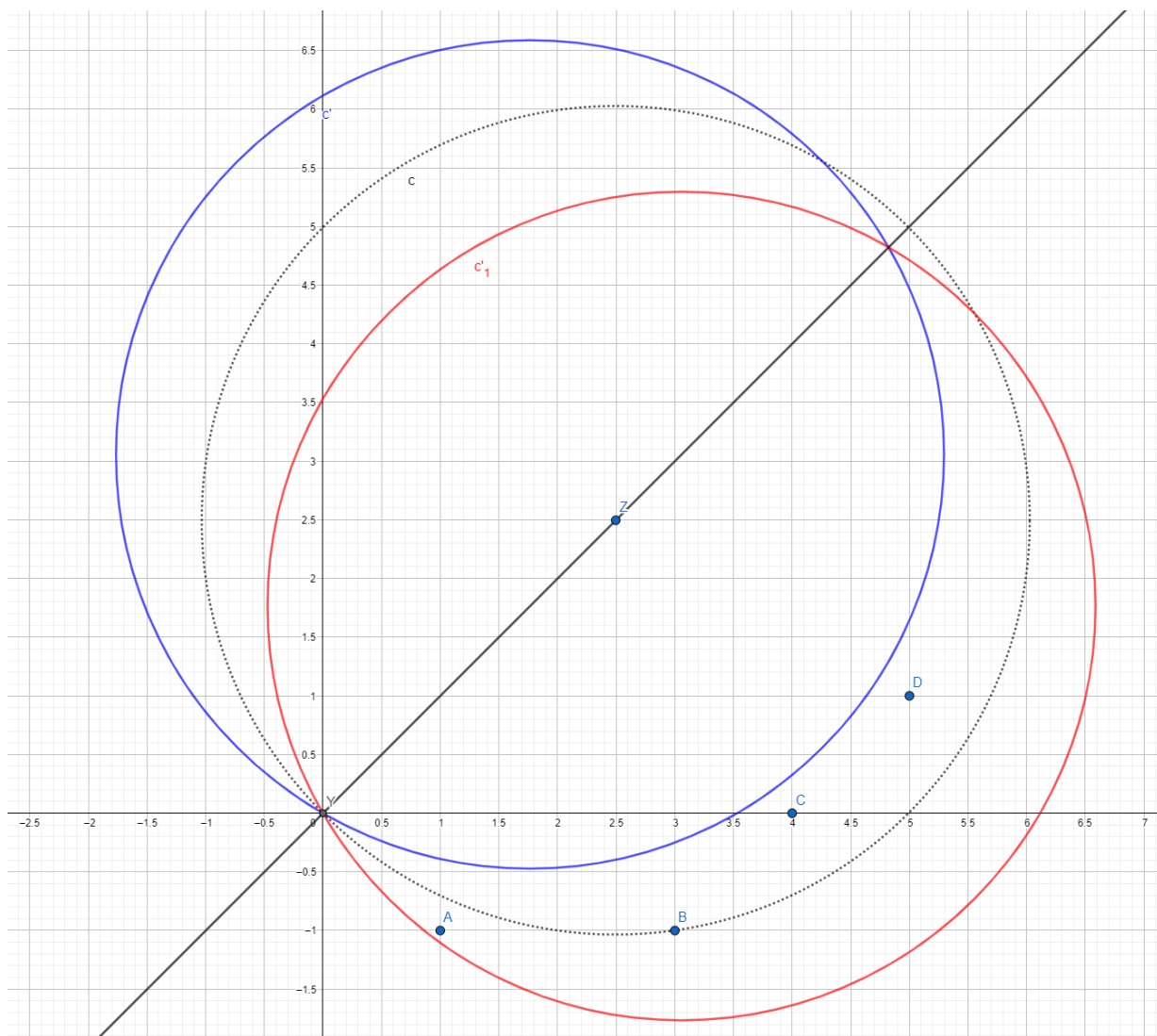


Рис. 3. К построению сферы Эвальда

5. Вывод

Вместо заключения приведем ряд фактов, установленных в ходе экспериментов, а также подытожим сделанное:

- 1) Период идентичности на оси кристалла составил $J = 3.83 \text{ \AA}$. Сравнив полученное значение с $a = 5.4307 \text{ \AA}$, было выдвинуто предположение, что направление качания есть $[110]$.
- 2) Были проиндцированы рефлексy на нулевой слоевой линии. Полученные индексы за одним исключением сошлись с имевшейся в наличии базе данных для кристалла кремния.
- 3) Было совершено построение Эвальда, подтвердившее возможность появления рефлексов с этими индексами при качании кристалла вокруг указанной оси на 15° .

Список литературы

- [1] Рентгendifракционные методы изучения структуры монокристаллов, поликристаллических и аморфных материалов