

## P1-F3. Rentgenowska analiza strukturalna monokryształów\*

### Zagadnienia

*Budowa sieci krystalicznej, stała sieci. Długość fali promieniowania X. Metody wytwarzania promieniowania X. Budowa i charakterystyka lampy rentgenowskiej. Dyfrakcja Bragga na sieci krystalicznej.*

### 1 Układ pomiarowy

Pomiary wykonuje się przy pomocy dyfraktometru rentgenowskiego firmy LEYBOLD Didactic, przedstawionego schematycznie na rys. 1. Źródłem promieniowania X jest elektronowa lampa rentgenowa (rys. 2<sup>1</sup>), z rozgrzaną katodą emitującą elektrony, które bombardują molibdenową anodę wtopioną w miedziany blok. Geometria elektrod jest taka, że emitowane z katody kwanty promieniowania X padają na kolimator, skupiający wiązkę promieniowania na próbce. Próbkę umieszczona jest na stoliku goniometrycznym (rys. 3), obracającym przy pomocy sterowanego automatycznie silnika krokowego. Urządzenie umożliwia zmianę kąta  $\phi$  od  $0^\circ$  do  $87.5^\circ$ . Całość sterowana jest komputerowo, program wyświetla wyniki w postaci tabeli i wykresu.

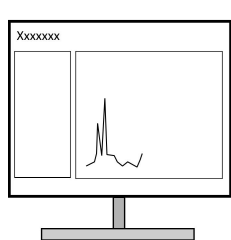


Fig. 1: Schemat dyfraktometru rentgenowskiego

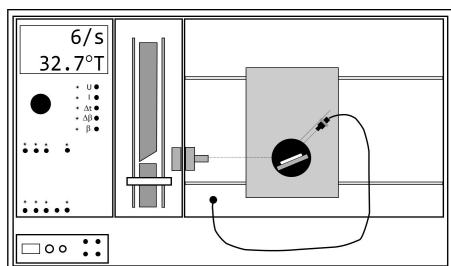


Fig. 2: Lampa



Fig. 3: Stolik goniometryczny

Pomiarowi podlega natężenie ugiętej na sieci krystalicznej wiązki promieni rentgenowskich, w funkcji kąta padania wiązki na badaną próbkę. Celem ćwiczenia jest wyznaczenie: (1) długości fali promieniowania X urządzenia w oparciu o znaną sieć krystaliczną NaCl; (2) stałej sieci krystalicznej badanych próbek krystalicznych.

### 2 Pomiary

#### Wyznaczenie długości fali promieniowania X w oparciu o znaną sieć krystaliczną

1. Pokrętlą sterującym ustalić parametry lampy i pomiaru:

napięcie lampy	$U$ , kV	35
natężenie prądu anodowego lampy	$I$ , mA	1
interwał czasowy próbkowania	$\Delta t$ , s	$1 \div 10$
krok zmian kąta padania promieni X na próbkę	$\Delta \phi$ , $^\circ$	0.1

Zatwierdzić parametry przyciskiem COUPLED.

2. Ustalić przedział zmienności kąta padania wiązki promieni X na próbkę:

$\phi_{min}$	----- $^\circ$ +COUPLED
$\phi_{max}$	----- $^\circ$ +COUPLED

\*Opracowanie: dr inż. Alina Domanowska

<sup>1</sup> Fotografie pochodzą ze strony www producenta (LD Didactic)

Na wyświetlaczu pojawiają się ustawienia zerowe.

3. **Nie dotykając badanej powierzchni**, umieścić próbkę NaCl w uchwycie.
4. Wcisnąć przycisk SCAN ON/OFF. Urządzenie wykonuje rejestrację widma dyfrakcyjnego.
5. Odczytać kąty Bragga dla ugięć 1, 2 i 3 rzędu (z tablicy danych pomiarowych lub z wykresu w programie sterującym) i umieścić je w tabeli.

$n$	linia	$\theta, ^\circ$	$\lambda$ , pm	$\lambda_{sr}$ , pm	$u_a(\lambda_{sr})$ , pm
1	$K_\alpha$				
2					
3					
1	$K_\beta$				
2					
3					

### Wyznaczenie stałej sieci dla wybranych próbek

6. Zarejestrować widma dyfrakcyjne wybranych próbek.
7. Określić kąty Bragga  $K_\alpha$  i  $K_\beta$  dla ugięć 1, 2 i 3 rzędu. Umieścić je w tabeli.

$n$	linia	$\theta, ^\circ$	$a$ , pm	$a_{sr}$ , pm	$u_a(a_{sr})$ , pm
1	$K_\alpha$				
2					
3					
1	$K_\beta$				
2					
3					

## 3 Opracowanie wyników pomiarów

### Wyznaczenie długości fali promieniowania X w oparciu o znaną sieć krystaliczną

1. Korzystając z zależności obliczyć długości fali promieniowania X dla linii  $\alpha$  i  $\beta$

$$\lambda_\alpha = \frac{2a \sin(\theta_\alpha)}{n}, \quad \lambda_\beta = \frac{2a \sin(\theta_\beta)}{n},$$

gdzie:  $a = 564.02$  pm – stała sieciowa dla monokryształu NaCl,  $n$  – rząd ugięcia,  $\theta$  - kąt Bragga, obliczyć długości fali promieniowania rentgenowskiego  $\lambda_\alpha$  i  $\lambda_\beta$  dla każdego pomiaru i umieścić je w tabeli.

2. Obliczyć średnie długości fali promieniowania rentgenowskiego dla każdej linii  $\lambda_\alpha$  i  $\lambda_\beta$ .
3. Obliczyć niepewności statystyczne  $u_a(\lambda_\alpha)$  i  $u_a(\lambda_\beta)$  jako odchylenia standardowe wartości średniej, pomnożone przez odpowiednie współczynniki Studenta Fishera. W odpowiednim formacie wpisać je do tabeli.

### Wyznaczenie stałej sieci dla wybranych próbek

4. Obliczyć stałe sieciowe badanej próbki dla linii  $\alpha$  i  $\beta$ , korzystając z zależności

$$a_{\alpha/\beta} = \frac{n\lambda_{\alpha/\beta}}{2 \sin(\theta_{\alpha/\beta})}.$$

i umieścić je w tabeli.

5. Obliczyć średnie wartości stałych sieciowych  $a_\alpha$  i  $a_\beta$  oraz ich niepewności statystyczne  $u_a(a_\alpha)$  i  $u_a(a_\beta)$ .
6. Wyznaczyć średnią ważoną stałej sieciowej  $a$  wraz z niepewnością i zapisać w poprawnym formacie.
7. Wykonać test zgodności  $a$  z wartością tablicową  $a_T$  dla badanego materiału. Skomentować.