

Alkalmazott fizikai módszerek laboratórium

V.: Egykristály Röntgendiffrakció

Pál Balázs*
Somogyfoki Réka^{*,m}, Tuhári Richárd^{*,m}

2019. november 18.

Abstract

Az *Alkalmazott fizikai módszerek laboratórium* ötödik alkalmán különböző, kristályos szerkezetű anyagok rácsának orientációját vizsgáltuk meg Laue-féle röntgendiffrakció alkalmazásával. A méréseink során három különböző egykristály mintát vizsgáltunk, melyek között egy kisméretű bányászott sötömb, egy nagy tisztaságú szilíciumlapka, valamint egy keménységméréshez használt csiszolt gyémánt volt megtalálható.

I. BEVEZETÉS

A röntgendiffrakció különböző módszerei az anyag, annak molekuláris szerkezetének nagyságrendjében történő feltérképezését teszi lehetővé, melyet számos tudományterületben széles körben alkalmaznak.

A mérés során az ún. Laue-féle diffrakció módszerét alkalmaztuk, mely tipikusan a feladatunkhoz hasonlóan, egykristályok rácsszerkezetének orientációját feltérképezendő használatos.

II. TECHNIKAI RÉSZLETEK

A mérés során egy többfunkciós berendezést használtunk, mely mind pordiffrakciós, mind pedig Laue-diffrakciós mérésre alkalmas volt. Az általunk felhasznált lágy röntgensugárzást egy röntgen kisülési cső hozta létre, melyet 40 keV feszültség és 20 mA áramerősség alatt működtettünk. A kisülési cső oldalán a sugárzás egy vékony berillium „ablakon” keresztül távozott, mely túlhevülését elkerülendő, a rendszert folyamatosan hűtöttük. Túlmelegedés esetén a berilliumlapka könnyen széttörik, mely a kisülési cső részleges tönkremenetelét is jelentené egyben.

A mérőműszerből távozó sugárzás irányát egy fluoreszcenciás lapka segítségével kalibráltuk, mely alapján megállapítható volt, hogy a kijövő sugár viszonylag vékony, nagyságrendileg hozzávetőle-

gesen 2 mm átmérőjű.

A mérésben úgynevezett hátsó állású képeket készítettünk, ami azt takarja, hogy a mintáról visszafelé szóródó sugárzást észleltük, melyet egy $9,4\text{ cm} \times 9,4\text{ cm}$ méretű „image plate” lapka használatával fogtunk fel. Végül ezen lap kiolvasásával jutottunk hozzá a kiértékeléshez szükséges adatokhoz.

III. A KIÉRTÉKELÉS MENETE

III.1. IMAGE PLATE

Az image plate (ún. PSP plate – photosensitive phosphor plate), kialakításából fakadóan egy digitális tároló eszköz. Röntgenbesugárzás hatására a lapka érintett területein található fotoérzékeny anyag (sok esetben eurórium) atomjai gerjesztett állapotba kerülnek és ott ragadnak. Ezek a gerjesztéshez használnál alacsonyabb frekvenciájú, gerjesztésre már nem képes sugárzás hatására visszaállnak eredeti állapotukba. Ekkor karakterisztikus (eurórium esetén 400 nm hullámhosszú) sugárzást bocsátanak ki, mely fotonok intenzitását pontosan megmérhetjük, ezekből kapva egy végleges, digitális képet. Végezetül erős, megvilágított szobában található fénnel azonos intenzitású megvilágítás hatására a lapkán található információ teljesen „kitörlődik” és felhasználható további mérésekre.

*Eötvös Loránd Tudományegyetem

^mMérőtársak

III.2. ORIENTEXPRESS

A rendelkezésre álló képeket egy „OrientExpress” nevű szoftverrel dolgoztuk ezután fel, mely képes beazonosítani a mért anyag rácsszerkezetét, adott erősítési pontok, képeken történő megadásának segítségével. A program használata azonban sajnos nem triviális. A képeken található erősítési pontok adott hányada származhat akár a mintatartóról, akár valamilyen szennyeződésből is. Ilyen „hibás” értékeket is belevéve a program számára megadott pontok közé, megzavarhatja a rácsszerkezet beazonosításának folyamatát, így a kapott eredmények szinte teljesen biztosan nem lesznek megfelelőek. Sokszor megesik azonban, hogy még megfelelő pontok megadásával se kapjuk meg a számunkra szükséges végeredményt, így időt kell fordítani a kiértékelés ezen szakaszára.

A szoftver segítségével a PSP lapkáról beolvasott képek kiértékelésének menete az adott anyagra jellemző szerkezeti adatok megadásával kezdődött. Ezeket a laborvezetőtől készen megkaptuk, melyet az OrientExpress számára meg is adhattunk bemeneti adatként. Következő lépésben az adott mintához tartozó képeket töltöttük be a programba, amiket több dolgot kellett megadunk:

1. A röntgen nyáláb, képen látható pozícióját
2. A kép nagyságrendjét cm-ben
3. Néhány tetszőlegesen választott erősítési pont pozícióját

Ezeket mind egérmutatóval történő kattintás útján vehettük fel bemeneti adatként. Ezt követően ezen adatok alapján a program megpróbálta meghatározni a rácsszerkezetet leíró Miller-indexeket. A legbiztosabb lépés ez volt, ugyanis az előzőleg kiválasztott pontok függvényében minden esetben más és más Miller-indexeket ajánlott fel a szoftver megoldásként. Végezetül egy sztereografikus megjelenítési módba váltva be tudtuk állítani a diffrakciós kép pozícióját olyan formában, hogy az x - y - z tengelyek közül tetszőleges kettő a kép síkjára párhuzamos, míg a harmadik arra merőleges legyen. Ismerve az ezen forgatáshoz szükséges szögek értékeit, ez pontosan megadta a rácsszerkezet orientációját a röntgennyálábhoz viszonyítva.

Számos próbálgatás után végül mind a három mintára megkaptuk az azok rácsszerkezetében található atomok helyzetét. A Laue-felvételek sorrendben a szilícium-, a gyémánt-, valamint a sómintához megtalálhatóak az (1)-es, (3)-as és (5)-

ös ábrákon, míg azonos sorrendben a sztereografikus felvételek a (2)-es, (4)-es és (6)-os ábrákon láthatóak.

IV. EREDMÉNYEK

A szilícium lapka orientációjának megállapításához az alábbi Miller-indexszel rendelkező erősítési pontokat választottam ki:

Miller-indexek				
h	-5	-5	-2	-3
k	-5	-3	-1	-3
l	-3	-5	-1	-5

1. táblázat. A szilíciumlap kristályrács orientációjának kiszámításához felhasznált Miller-indexű pontok.

A kapott szerkezetet sztereografikus projekcióban ábrázolva beforgattam a megfelelő pozícióba. A forgatási szögek az alábbiak voltak:

Forgatási szögek		
x	y	z
35°	-35°	45°

2. táblázat. A szilíciumlapka rácának sztereografikus módban történő forgatási szögeinek értéke. Az egyes oszlopok az adott tengely körül történő forgatást jelentik.

Hasonlóan az előzőhöz a gyémántdarab orientációjának vizsgálatához az alábbi pontokat választottam:

Miller-indexek				
h	-5	-3	-7	-3
k	-3	-3	-1	-6
l	-2	-1	-6	-5

3. táblázat. A gyémánt rác orientációjának kiszámításához felhasznált Miller-indexű pontok.

Sztereografikus pozícióban alábbi szögű forgatásokat végeztem el, hogy hasonló

Forgatási szögek		
x	y	z
54°	-35°	45°

4. táblázat. A gyémánt rác sztereografikus módban történő forgatási szögeinek értéke. Az egyes oszlopok az adott tengely körül történő forgatást jelentik.

Végül a sókristályra kapott értékek a fentiekhez hasonlóan a következők:

Miller-indexek				
h	-4	-4	-2	-1
k	-1	-2	-1	0
l	0	-1	0	0

5. táblázat. A sókristály orientációjának kiszámításához felhasznált Miller-indexű pontok.

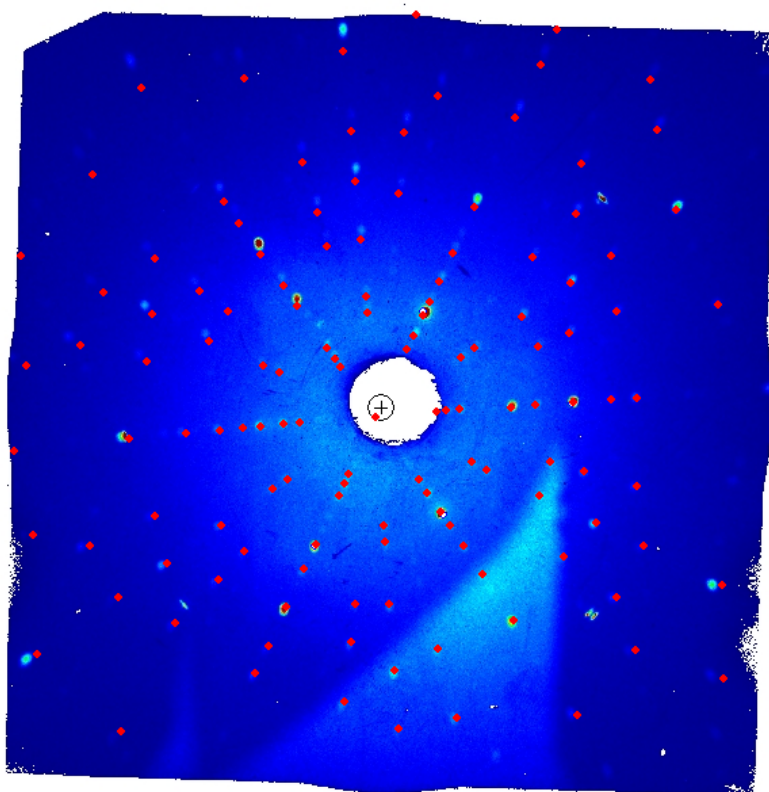
Forgatási szögek		
x	y	z
133°	0°	1°

6. táblázat. A sókristály sztereografikus módban történő forgatási szögeinek értéke. Az egyes oszlopok az adott tengely körül történő forgatást jelentik.

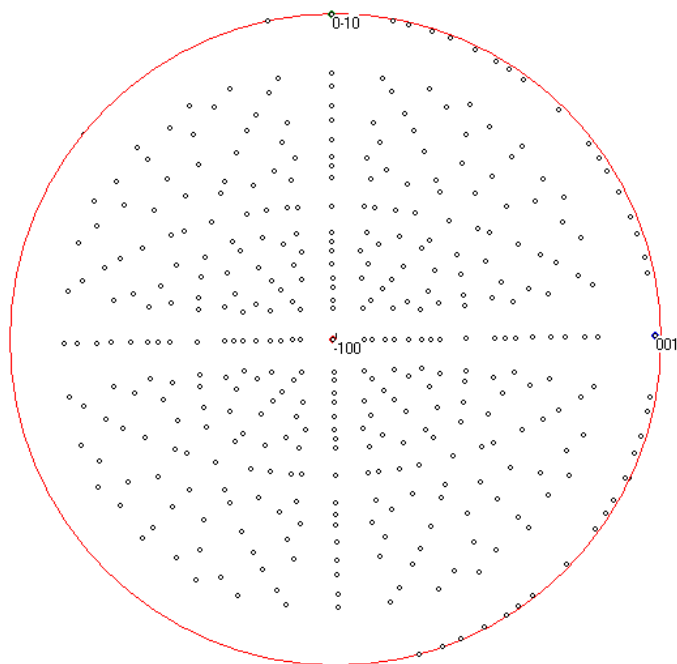
V. DISZKUSSZIÓ

Míg szemmel vizsgálva a gyémánt és a szilícium esetén elég pontosan sikerült megállapítani a rácsszerkezetben található atomok pozícióját, addig a a sóminta esetén csak egy közelítő becslést sikerült az OrientExpress szoftverrel megadni. A mérési eredmények pontossága tovább javítható lenne újabb, jobb minőségű felvételek készítésével, vagy még inkább korszerűbb elemző szoftverek alkalmazásával. Sajnos a labormérés keretében ezek nem álltak rendelkezésünkre, így itt az általam elért legjobb, azonban objektíve nem teljesen pontos eredményeket kellett közölnöm.

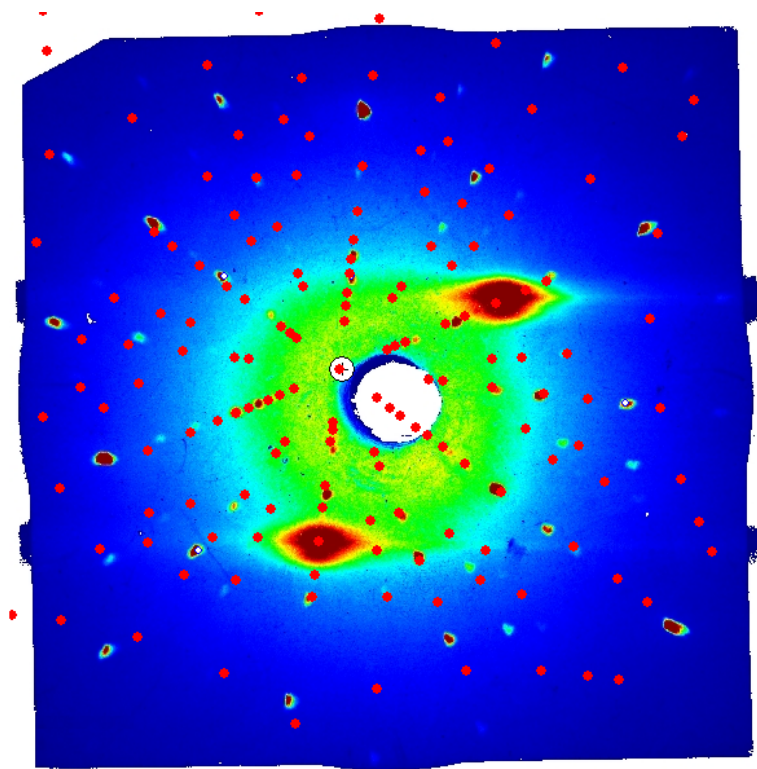
APPENDIX A. – FIGURES



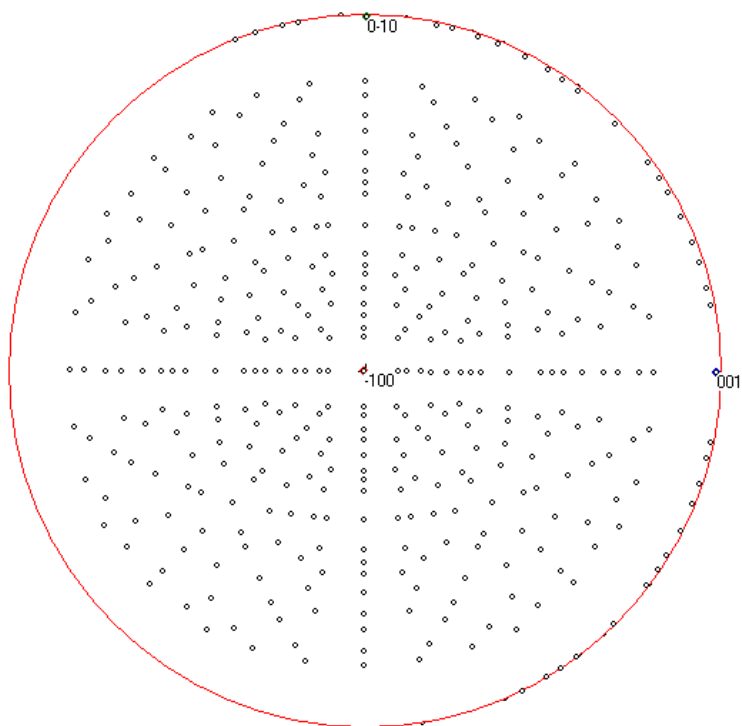
1. ábra. A szilíciumlap kristályrácsának pontjai a Laue-féle röntgendiffrakciós felvételen. Az OrientExpress által kiszámított rácspontok pozícióját piros pöttyök jelképezik.



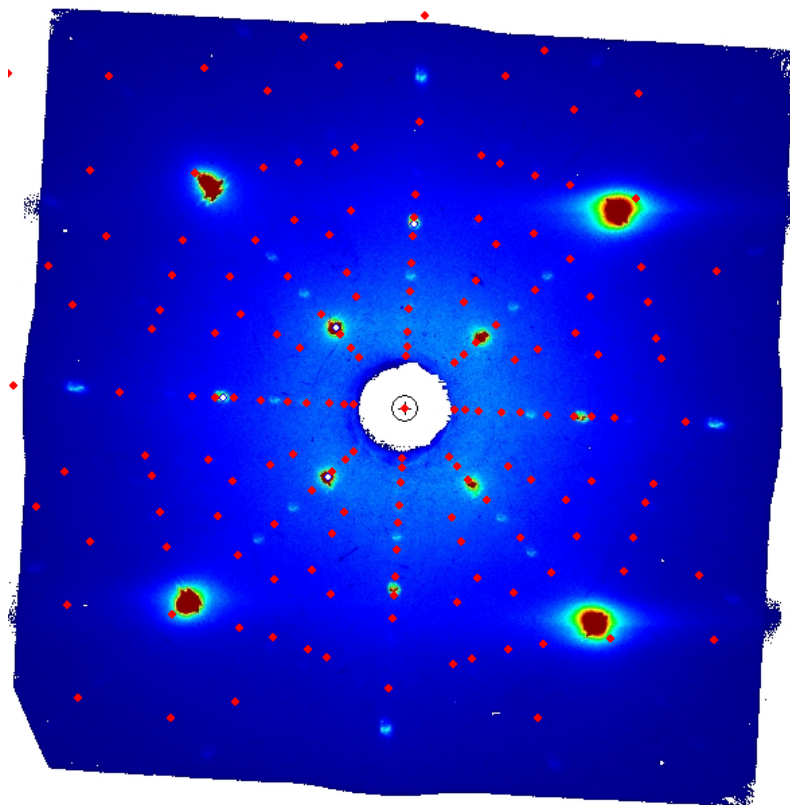
2. ábra. A szilíciumlap kristályrácsának pontjai sztereografikus projekcióban ábrázolva. A koordináta-rendszer két tengelye a kép síkjával párhuzamos, míg a harmadik azzal merőleges irányba van elforgatva.



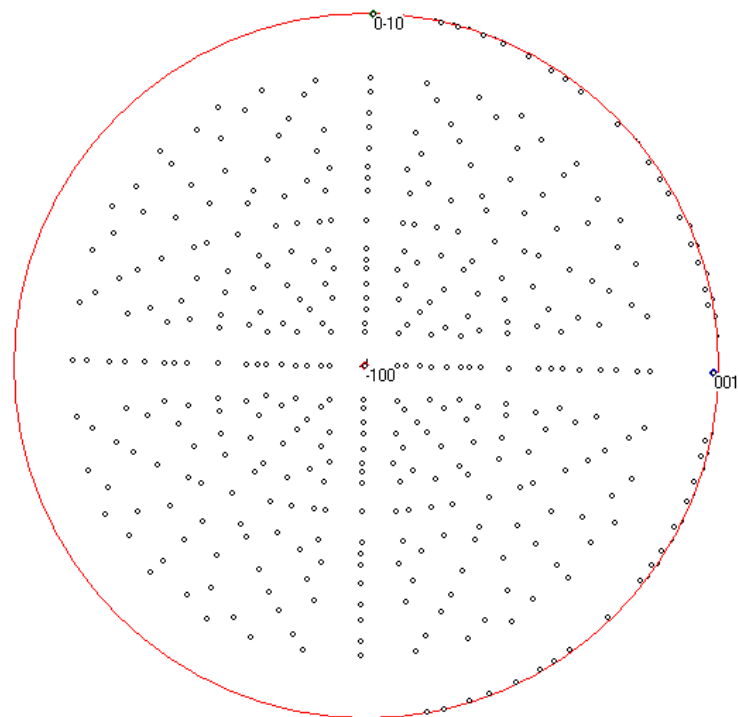
3. ábra. A gyémánt kristályrácsának pontjai a Laue-féle röntgendiffrakciós felvételen. Az OrientExpress által kiszámított rácsponatok pozícióját piros pöttyök jelképezik.



4. ábra. A gyémánt kristályrácsának pontjai sztereografikus projekcióban ábrázolva. A koordináta-rendszer két tengelye a kép síkjával párhuzamos, míg a harmadik azzal merőleges irányba van elforgatva.



5. ábra. A sókristály rácsának pontjai a Laue-féle röntgendiffrakciós felvételen. Az OrientExpress által kiszámított rácspontok pozícióját piros pöttyök jelképezik.



6. ábra. A sókristály rácsának pontjai sztereografikus projekcióban ábrázolva. A koordináta-rendszer két tengelye a kép síkjával párhuzamos, míg a harmadik azzal merőleges irányba van elforgatva.