

Röntgendiffrakció

Jegyzőkönyv

Angler Gábor

Mérésvezető:
Csiszár Gábor

Eötvös Loránd Tudományegyetem, Anyagfizikai Tanszék

2010. május 22.

1. Bevezetés

A laboratóriumi gyakorlat során három feladatot végeztünk el. Először egy köbös kristályú anyagnak meghatároztuk a pontos rácstípusát és megmértük a rácsállandóját $\vartheta - 2\vartheta$ diffraktométerrel. Továbbá korábban mért adatok alapján azonosítottunk ismeretlen anyagot PDF (*Powder Diffraction Files*) adatbázis segítségével. Meghatároztuk tantál mintában lévő kristallitok méretét vonalszélesedés alapján.

2. Mérési feladatok

2.1. Köbös kristály analízise

Kimértük köbös, polikristályos tantál (Ta) minta diffrakciós képét diffraktométerrel. Összefoglalva a csúcsok helyéből (2θ) kiszámítottuk a hálózati síktávolságokat, indexeltük a csúcsokat, majd meghatároztuk az a rácsállandót.

A mérés ezen része során tehát indexeltük a diffrakciós vonalakat (lásd a 2. ábrát), majd kikerestük a 1. táblázatból, hogy létezik-e a megállapított indexelés, továbbá, ha igen, akkor meghatározhattuk a pontos térszerkezetét a mintánknak. A felismert indexelés alapján, az (1–3) formulák alapján meghatároztuk az a_{hkl} rácsparamétereket (4. ábra). Ezután egyenesillesztéssel (5. ábra) (a Nelson-Riley formula alapján) kiszámítottuk az a_0 rácsparamétert. Az alkalmazott sugárzás hullámhosszának értékére vonatkozó megfontolásokat lásd lentebb.

A felhasznált képletek:

$$d_{hkl} = \frac{\lambda}{2 \sin \theta} = \frac{a_{hkl}}{(h^2 + k^2 + l^2)^{1/2}} = \frac{a_{hkl}}{N^{1/2}} \quad (1)$$

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{N}{a_{hkl}^2} \quad (2)$$

$$a_{hkl} = a_0 - D \cos \theta \left(\cot \theta + \frac{\cos \theta}{\theta} \right), \quad (3)$$

ahol d_{hkl} a rácssíkok távolsága, a_{hkl} a számolt rácsparaméter, a_0 a valódi rácsparaméter, θ a Bragg-szög, N indexek négyzetösszege és λ az alkalmazott sugárzás hullámhossza.

A rácsállandóra az

$$a_0 = (0.3304 \pm 0.0001) \text{ nm}$$

értéket határoztuk meg, térszerkezetnek tércentrált köbös adódott.

N	hkl	egyszerű köbös	tércentrált köbös	lapcentrált köbös	gyémánt
1	100	x			
2	110	x	x		
3	111	x		x	x
4	200	x	x	x	
5	210	x			
6	211	x	x		
(7)					
8	220	x	x	x	x
9	300, 221	x			
10	310	x	x		
11	311	x		x	x
12	222	x	x	x	
13	320	x			
14	321	x	x		
(15)					
16	400	x	x	x	x
17	410, 322	x			
18	411, 330	x	x		
19	331	x		x	x
20	420	x	x	x	
21	421	x			
22	332	x	x		
(23)					
24	422	x	x	x	x

1. ábra. A szisztematikus kioltások

2.2. Ismeretlen minta azonosítása

Az általunk kiértékelt mérést filmen rögzítették, így egy d vonalzóval határoztuk meg a három legerősebb vonalat a spektrumban és ezekből a *Powder Diffraction Files* adatbázisból megkerestük az anyagot. Az általunk talált legerősebb vonalak sorrendben az 1.59 Å, 2.08 Å, 2.55 Å voltak. A fenti adatbázisban ehhez az alumínium-oxidot (Al_2O_3) találtuk. Egyébként az anyag irodalmi adatai: 1.60 Å, 2.09 Å, 2.55 Å.

2.3. Krisztallitméret meghatározása vonalszélesedés alapján

Ismert, hogy a krisztallitok (koherensen szóró tartományok) mérete fordítottan arányos a kimérhető csúcsok szélességével. A szélesedés egy részét a mérőműszer okozza (instru-

mentális szélesedés), ezt levontuk (lásd a 3. ábrát). Az általunk kimért β a csúcs alatti terület és a csúcs értékének a hányadosa. A fenti adatokból meghatározhatjuk a β_f értékét. Ezen kimért adatból, a csúcs helyéből, az alkalmazott sugárzás hullámhosszából pedig kiszámíthatjuk az $\langle x \rangle_{\text{vol}}$ ún. térfogattal súlyozott átlagos kristallitméretet.

Megjegyezzük, hogy az alkalmazott eljárás miatt a mintánkat kettő, igen közeli hullámhosszú röntgensugárzás is érte a mérés során. Ezek a Cu K_{α_1} és K_{α_2} átmeneteihez tartoznak. A hullámhossz meghatározásakor ezeket a fluxusuk szerint, 2:1 arányban súlyozva átlagoltuk.

A felhasznált adatok:

- $\beta_i = 0.1^\circ$ instrumentális szélesedés
- $2\theta = 38.68^\circ$ csúcshely
- $h = 1690.25$ csúcs magassága (beütésben)
- $A = 475.41^\circ$ a csúcs alatti terület
- $\lambda = 0.1518$ nm sugárzás hullámhossz

A felhasznált képletek:

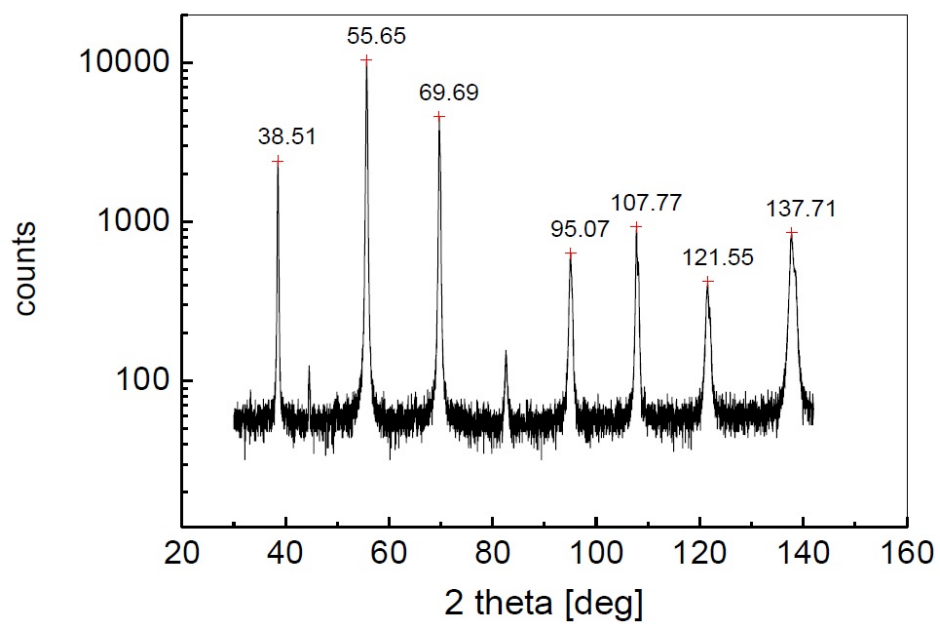
$$\beta_f = \sqrt{\beta^2 - \beta_i^2} \quad (4)$$

$$\langle x \rangle_{\text{vol}} = \frac{4\lambda}{3\beta_f \cos \theta} \quad (5)$$

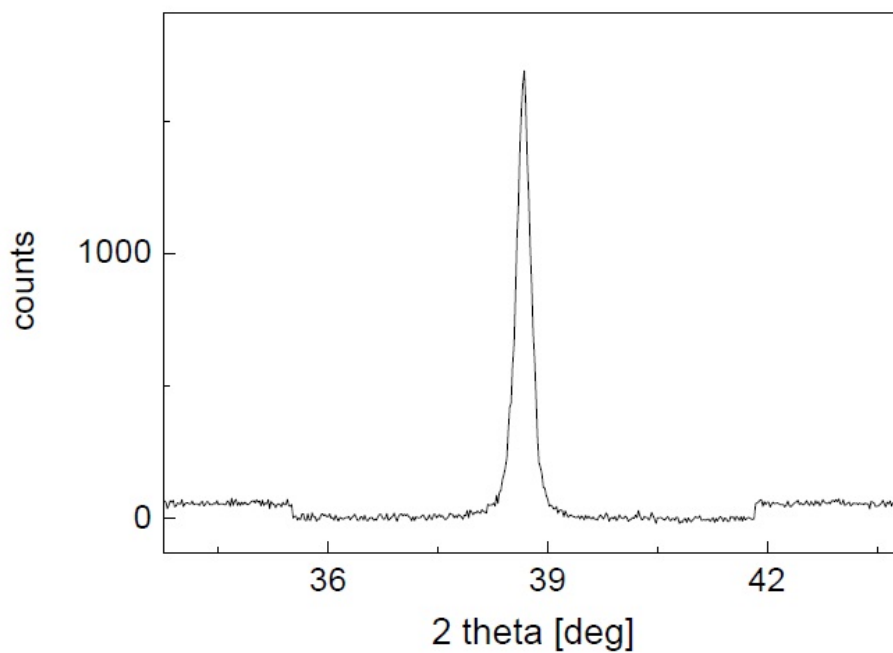
A fentiek alapján az átlagos szemcseméretre

$$\langle x \rangle_{\text{vol}} = (47.5 \pm 4.6) \text{ nm}$$

értéket határoztunk meg.



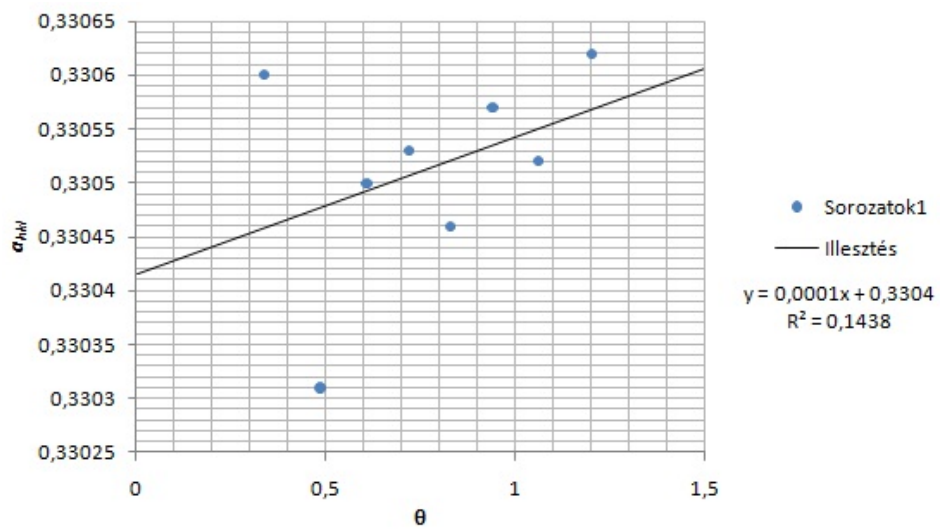
2. ábra. A Ta minta rögzített spektruma



3. ábra. A spektrum a kristallitméret meghatározásához

Sor-szám	2θ	d_{hkl}	$1/d^2$	$N_{\text{számolt}}$	a	index	valódi index
1.	38.51	0.23377	18.29929	2	0.33060	110	2
(2.)	44.56	0.20333	24.18731	2.64352			
3.	55.65	0.16516	36.66187	4.00692	0.33031	200	4
4.	69.69	0.13492	54.93144	6.00367	0.33050	211	6
5.	82.55	0.11686	73.22551	8.00310	0.33053	220	8
6.	95.07	0.10450	91.59695	10.0080	0.33046	310	10
7.	107.77	0.09543	109.8120	12.0018	0.33057	222	12
8.	121.55	0.08833	128.1572	14.0068	0.33052	321	14
9.	137.71	0.08266	146.3728	15.9977	0.33062	400	16

4. ábra. A részletszámításokat tartalmazó táblázat



5. ábra. Az egyenesillesztés a rácsállandó kiszámításához