

Mag- és Szilárdtestfizikai Laboratórium

4. Röntgendiffrakció

Barta Dániel

(Pótmérés)

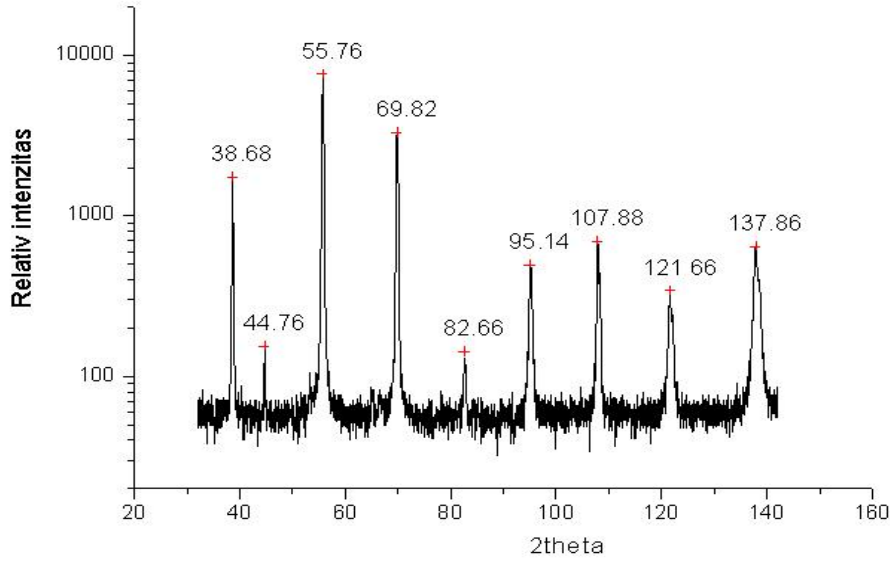
A mérés dátuma: 2009.05.14. csütörtök	Laborvezető neve: Balogh Levente	Értékelés:
A beadás dátuma: 2009.05.25. hétfő	A mérést végezte: Barta Dániel	

1. Kőbös, polikristályos Ta diffrakciós képe

Első mérési feladatként a Ta minta pordiffrakciós méréséből a tantál rács típusát kellett meghatározni a reflexiók indexelése alapján. A pordiffrakciós mérőberendezés monokromátora a réz spektrumából csak az egymáshoz igen közel lévő $K\alpha_1$ és $K\alpha_2$ vonalakat engedi át, ezért a jegyzet alapján a két vonal hullámhosszának súlyozott átlagát vesszük:

$$\lambda = \frac{2\lambda_{K\alpha_1} + \lambda_{K\alpha_2}}{3}, \quad (1)$$

ahol $K\alpha_1 = 154,05$ nm, $K\alpha_2 = 1,5444$ nm a tantál csúcsai és $\lambda = 154,18$ nm hullámhossz ezek súlyozott átlaga. Ebből kiszámolhatjuk a rácstávolságokat és az egyes csúcsok indexeit, amelyek az 1. táblázatban vannak összefoglalva.



1. ábra. A Ta intenzitáseloszlása féllogaritmikus skálán.

2θ (°)	d_{hkl} (nm)	d_{hkl}^{-2} (nm ⁻²)	$N_{\text{mért}}$	N	hkl	a_{hkl} (nm)
38,68	0,23	18,48	2	2	110	0,3289
55,76	0,16	36,85	3,99	4	200	0,3295
69,82	0,13	55,2	5,97	6	211	0,3297
82,66	0,12	73,5	7,95	8	220	0,3299
95,14	0,1	91,82	9,93	10	310	0,3300
107,88	0,1	110,14	11,92	12	222	0,3301
121,66	0,09	128,5	13,9	14	321	0,3301
137,86	0,08	146,76	15,88	16	400	0,3302

1. táblázat. A Ta mérési adatai.

Megjegyzem, hogy a $2\theta = 44,6^\circ$ -nál található csúcsot kiszedtem mind az adatsorból, mind a grafikonból, mivel az az alumínium szennyezésből származik. A csúcsok helyét vizsgálva azt találjuk, hogy a Ta tércentrált kőbös kristályrácsot alkot, mivel ezekre a

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

összefüggés teljesül, ahol a Bragg egyvelnelt alapján: $\frac{1}{d_{hkl}^2} = \left(\frac{2 \sin \theta}{\lambda}\right)^2$.

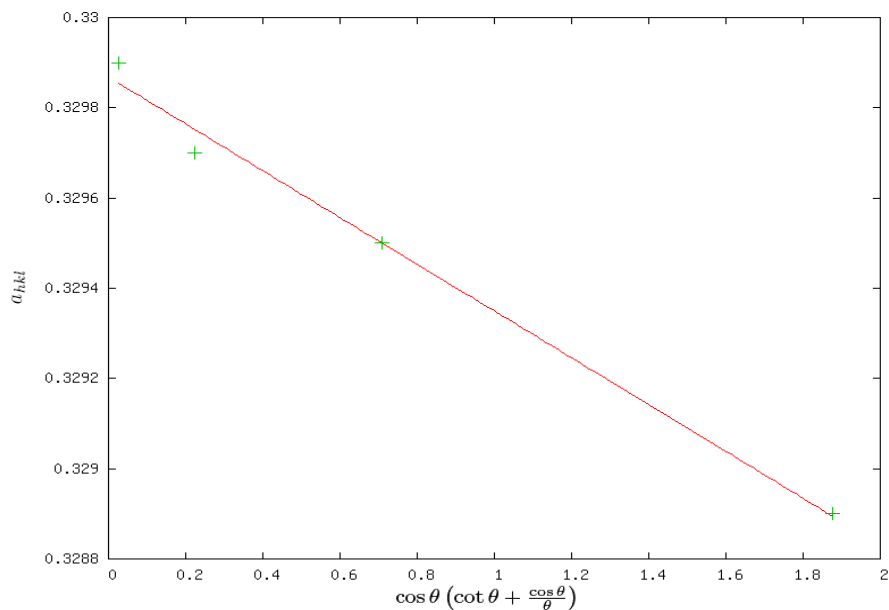
A hkl Miller-indexekhez tartozó a_{hkl} vektorok az

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

összefüggésből határozhatóak meg, ahol a_0 a rácsparaméter, D pedig egy állandó. Az a_0 rácsparaméter az adatokból egyenes illesztéssel meghatározható, ha a_{hkl} -t ábrázoljuk a $\cos \theta \left(\cot \theta + \frac{\cos \theta}{\theta} \right)$ függvényében. Az egyenes tengelymetszete, azaz a rácsparaméter:

$$a_0 = 0,329868 \pm 3,427 \cdot 10^{-5}. \quad (4)$$

Az illesztés során az $a_{hkl} \geq 0,3300$ értékeket kihagytam. Az illesztett egyenest az alábbi ábrán láthatjuk:



2. ábra. A Ta rácsparaméterének meghatározásához illesztett egyenes.

2. Ismeretlen anyag azonosítása a PDF adatbázis segítségével

Egy ismeretlen anyagú minta összetételének meghatározása volt ebben a részben a feladatom. A minta egy besugárzott film volt, amelyen a sugárzás következtében kialakult vonalak távolságát kellett lemérni. Egy speciális vonalzóval – skálájáról a rácstávolságokat lehetett leolvasni Amströngben – meghatároztam az első 3 legintenzívebb vonalhoz tartozó síktávolságot, az adatokat lásd az alábbi táblázatban:

	d_{hkl} (nm)
1. vonal	159 ± 1
2. vonal	207 ± 1
3. vonal	254 ± 1
Ellenőrzővonal	348 ± 1

2. táblázat. A minta jellegzetes vonalai.

Az értékeket összevetve a Powder Diffraction Files (PDF) digitális adatbázisában található anyagokéval, kiderült, hogy a minta Al_2O_3 (alumínium-oxid) összetételű. A PDF adatbázis idevonatkozó oldalának másolatát alább mellékeltem:

83-2080				Wavelength= 1.54056									
Al2O3				d(A)	Int	h	k	l	d(A)	Int	h	k	l
Aluminum Oxide				3.4812	683	0	1	2	1.1245	27	1	2	8
				2.5517	999*	1	0	4	1.0993	62	0	2	10
				2.3803	460	1	1	0					
Corundum, syn				2.1658	5	0	0	6					
Rad.: CuKα λ: 1.54060 Filter: d-sp: Calculated				2.0861	961	1	1	3					
Cut off: 17.7 Int.: Calculated I/ICor.: 1.00				1.9649	14	2	0	2					
Ref: Calculated from ICSD using POWD-12++, (1997)				1.7406	467	0	2	4					
Ref: Finger, L.W., Hazen, R.M., Year Book Carnegie Inst. Washington, 76, 525 (1977)				1.6019	906	1	1	6					
				1.5472	23	2	1	1					
				1.5153	33	1	2	2					
Sys.: Rhombohedral S.G.: R3c (167)				1.5113	83	0	1	8					
a: 4.7607(9) b: c: 12.995(2) A: C: 2.7296				1.4050	343	2	1	4					
α: β: γ: Z: 6 mp:				1.3743	521	3	0	0					
Ref: Ibid.				1.3364	11	1	2	5					
				1.2758	13	2	0	8					
				1.2393	145	1	0	10					
				1.2345	85	1	1	9					
				1.1935	8	2	1	7					
Dx: 3.983 Dm: ICSD #: 200140				1.1901	57	2	2	0					
				1.1604	6	0	3	6					
				1.1476	45	2	2	3					
Peak height intensity. R-factor: 0.030. Al2 O3 type. PSC:				1.1390	3	1	3	1					
hR10. See PDF 43-1484. Mwt: 101.96. Volume[CD]: 255.06.				1.1261	33	3	1	2					

ICDD © 1999 JCPDS-International Centre for Diffraction Data. All rights reserved
PCPDFWIN v. 2.02

3. ábra. Az alumínium-oxidra vonatkozó adatok melléklete a PDF adatbázisból.

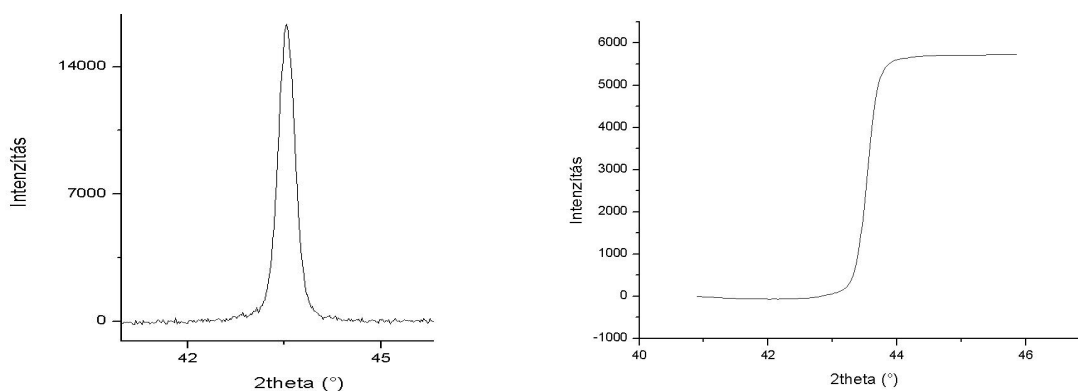
3. Krisztallit méretének meghatározása

Egy előzetesen lemért adatsort értékelünk ki, amely során meghatározzuk egy rézmintában található krisztallitok szemcseméretét. Az elhajlási kép alapján a réz lapcentrált köbös kristályt alkot (ezt a tantálhoz hasonló módszerrel állapítottuk meg). Az intenzitás spektrum első csúcsát kinagyítottuk, majd az *Origin* programmal levontuk a háttérrel, és meghatároztuk a csúcs helyét, magasságát és a görbe alatti területet:

csúcs	d_{hkl} (nm)
helye	$43,54^\circ$
maximuma	16358 egység
területe	5727 egység·rad
β	$0,3^\circ$
β_f	0,0049 rad

3. táblázat. A krisztallit adatai.

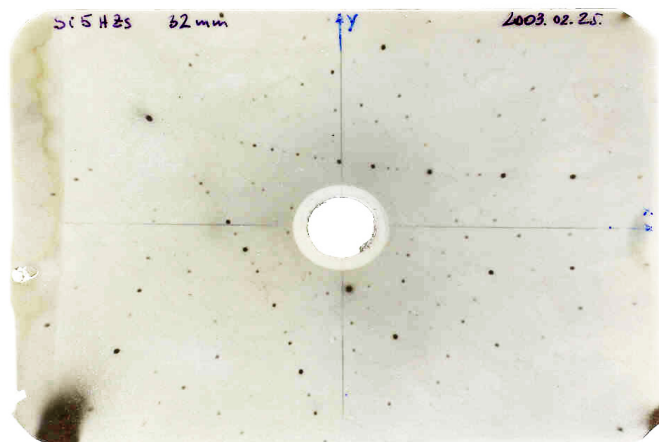
Ezek felhasználásával és a $\langle x \rangle = \frac{0,9 \cdot \lambda}{2\theta \cos \theta \cdot \Delta}$ összefüggés segítségével a szemcsék átlagos méretére $\sim 40 - 45$ nm. adódik. A görbe alatti területet a csúcs alatti terület összeintegrálásából kaptuk. Az intenzitás csúcsát (bal) és az területet (jobb) az alábbi ábrákon láthatjuk:



4. ábra. A Cu intenzitása (bal) és a csúcs alatti terület (jobb) szögfüggése.

4. Si egykristály orientációjának meghatározása

Ebben a részben szilícium egykristály hátsó reflexiók¹ Laue-felvételéből határoztuk meg a kristály orientációját az *Orient-Express* program segítségével. A Laue-módszer az egykristályok vizsgálatának legismertebb módja: Néhány tizedmilliméter keskeny, folytonos spektrumú röntgennyalábbal világítják meg a mintát a felvétel készítése során, majd az elhajlási képet rögzítik. Ezt általában sík detektáló felülettel – mi filmmel – tesszük meg.



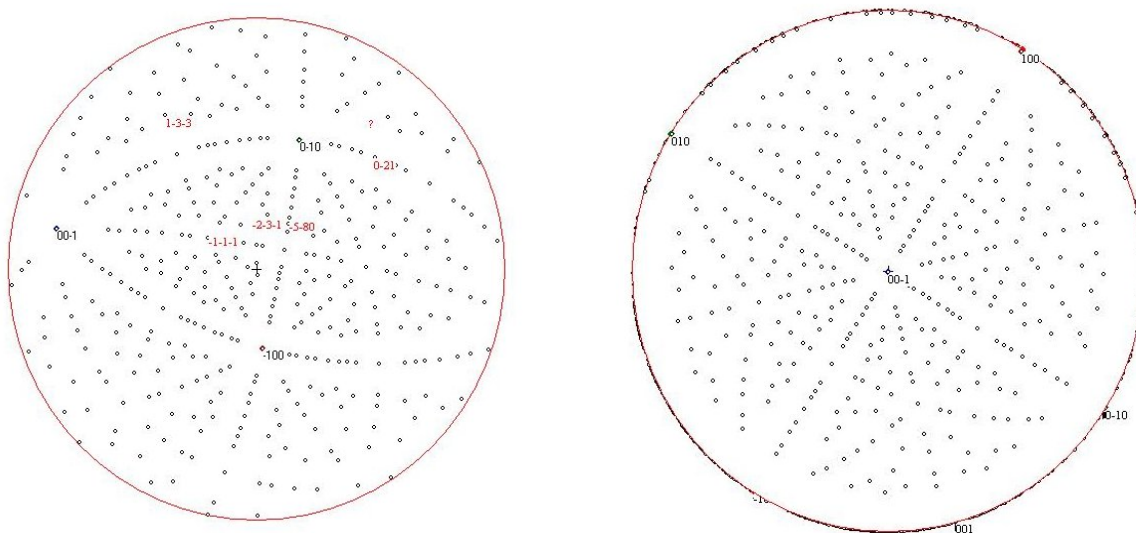
5. ábra. Szilíciumról készült hátsó reflexes Laue-felvétel.

¹Ha a beeső és a detektált szórt nyaláb hullámszámvektora hegyesszöget zár be, akkor első, ellenkező esetben hátsó reflexiós geometriáról beszélünk.

A filmet beszkeneltük, és a képet egy speciális krisztallográfiai programmal, az *OrientExpress*zel dolgoztuk fel. Kiválasztottunk a képen két referencia pontot, melyek távolságát megmértük, az origót a film közepén lévő kör alakú lyuk középpontjába helyeztük, majd a programmal kiszámítottuk a többi pont helyét. Néhány kúpszeletre eső pontot választottunk ki és a programmal kiszámítottuk az orientáláshoz szükséges forgatásokat szögét az alábbi három tengely körül:

$$\begin{aligned}x &= -5,69^\circ \\y &= 3,00^\circ \\z &= -78,40^\circ.\end{aligned}$$

Az orientálás befejeztével elkészítettük a szilícium-kristály sztereografikus vetületét a valós térbeli állásához viszonyítva:



6. ábra. A Si-kristály sztereografikus vetülete orientálás előtt (bal) és után (jobb).

Csatolmány

- 1 oldal helyben készített vázlat, feladatlap

Irodalomjegyzék

[1.] Gubicza Jenő, Zsoldos Lehel: Röntgendiffrakció - mérés leírás,
<http://szft.elte.hu/oktat/szlab/meresleirasok/rontgen.pdf>.

.....
 Barta Dániel