

SÁNDOR MÁTÉ CSABA, HARANGOZÓ
SZILVESZTER MIKLÓS, OLÁH LÁSZLÓ

ELTE-TTK, FIZIKA MSc

FIZIKA LABORATÓRIUM

JEGYZŐKÖNYV

Egykristály röntgendiffrakció

2010. október 14.

1. Bevezetés

A röntgen diffrakció mérés során megismerkedhettünk a kristályos anyagok orientációjának eme vizsgálati módszerével. Az egykristály minták esetében az atomok hosszútávú kristályos rendje a minta teljes terjedelmében érvényesül. Ha egy egykristály meg akarunk munkálni, például egy adott kristálysíkkal párhuzamosan el akarjuk vágni, szükségünk lehet a minta orientálására. Az egykristályok orientációjának legismertebb és legegyszerűbb meghatározási módja a Laue-módszer.

2. A Laue-módszer elmélete

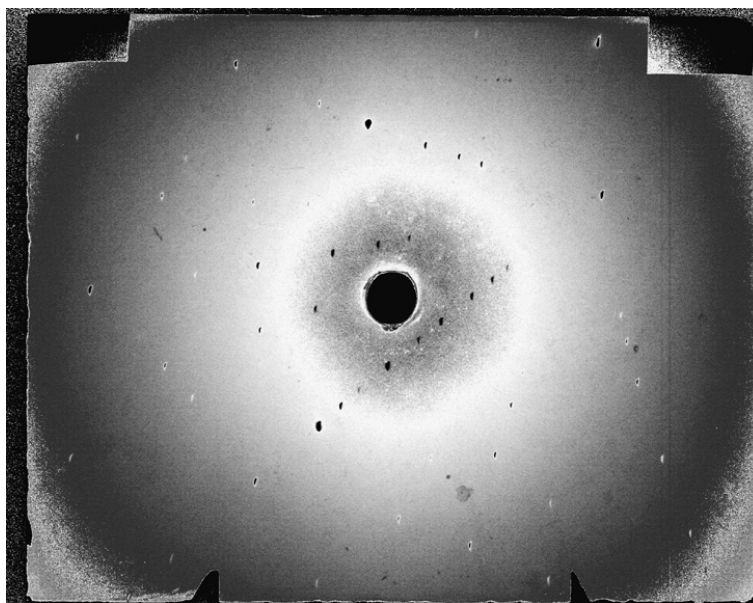
Egy Laue-felvétel készítése során a mintát keskeny ($\propto 0.1\text{cm}$ vastag), folytonos spektrumú röntgennyalábbal világítjuk meg, az elhajlási képet pedig egy image plate segítségével detektáltunk. A detektáló felületmivel a detektorunk a besugárzás szemszögéből a minta mögött helyezkedett el, hátsó reflexiót mérhettünk. A folytonos spektrumból minden nem túl kicsi periódusú síksereg d_{hkl} távolságban, rögzített θ_{hkl} talált olyan hullámhosszú összetevőt (λ), amelyre a Bragg-feltétel teljesült(1).

$$2d_{hkl}\sin\theta_{hkl} = \lambda \quad (1)$$

Azok a hálózati síkok, amelyek párhuzamosak egy közös iránnyal egy zónát alkotnak, a közös irány pedig a zónatengely. A közös zónatengelyhez tartozó síkokról reflektált sugárzás irányát megadó vektorok egy kúpfelületre illeszkednek. Az ezekről a síkokról kapott intenzitás maximumok a film síkja és az említett kúpfelület metszeteiként előálló kúpszeleten helyezkednek el. Ez a kúpszelet jelen elrendezésben hiperbola. A kapott Laue-foltokat megfelelően indexelve megkaphatjuk a kristály orientációját. Ebben a segítségünkre az Orient Expressz nevezetű program volt.

3. *Cu* egykristály elhajlási kép felvétele image plate-en, a detektált adatok kiolvasása és kiértékelése.

A labormérés kezdeteként a laborban található *Cu* egykristályról készítettünk felvételt. A mintát egy állítható sínen rögzített goniométerre helyeztük. Miután a lemértük a képtartón található referenciapontok távolságát (5.45 cm) elhelyeztük az image plate-et a kollimátor feje mögött (6.03 cm távolságban). A minta mögé felállítottuk a sugár csapdát, majd szakszerűen beidőztettük a röntgenforrást. 30 perc várakozás után leállítottuk a röntgensugarat, majd beolvastuk a detektorlap tartalmát, és a használt lapot a törlőgépbe helyeztük. A lap beszkenyelése után a feldolgozást a programunk segítségével folytattuk, melyhez bemenetként a kapott scannelt kép szolgált (1. ábra).

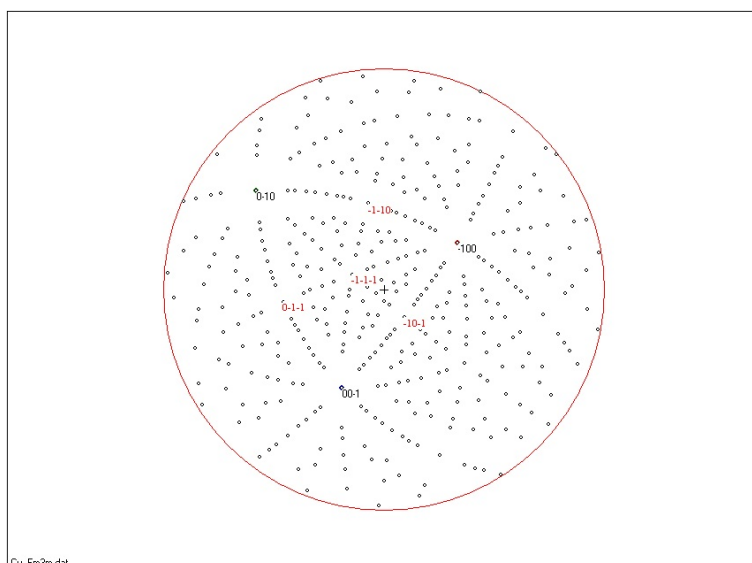


1. ábra. Az image plate scannelt képe

A kép előkészítése után (megfelelő terület kivágása, kontrasztosítása) a programnak megadtuk a *Cu* kristály tulajdonságait tartalmazó forrásfájlt (amely tartalmazta a szükséges kristályfizikai jellemzőket), manuálisan megadtuk a képen látható referenciapontokat és távolságokat (kollimátor lyuk pozíciója, kép-tárgy távolság, referenciapontok távolsága). Ezek után a Laue-foltok kiválasztása következett: ügyelni kellett arra, hogy lehetőleg a kép minden síknegyedéből kiválasztásra kerüljön legalább egy pont, amelyek

láthatóan több parabola metszéspontjában vannak, de összesen maximum 5-6 db ilyen pontot adjunk meg. Eredményképpen a program kiszámolja a lehetséges orientációkat, melyekből a többi pont illeszkedésének ellenőrzésével dönthettük el, melyik a valós.

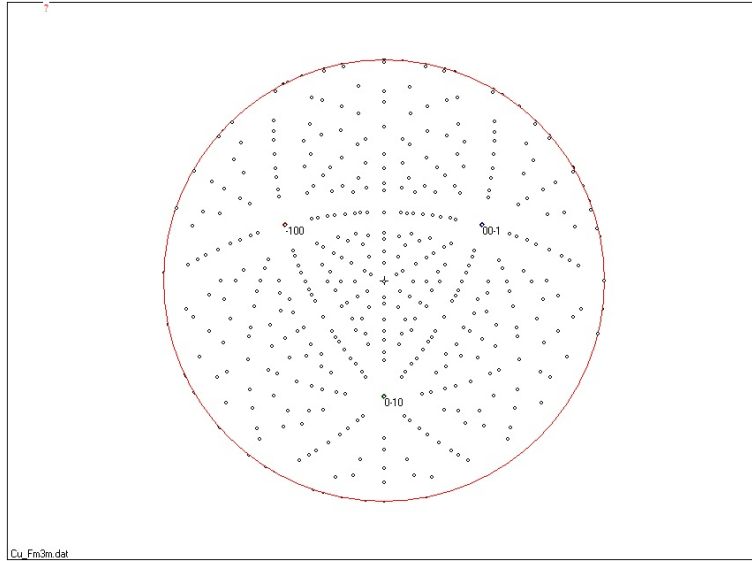
A kapott orientáció megjelenítésére az úgynevezett sztereografikus vetület elkészítését használtuk. Ez a vetítési módszer abból áll, hogy minden adott pont által kijelölt egységkör átellenes sarokpontja fele vetítjük azt, a választott síkra. Így az első mérésünk során a következő ábrát kaptuk (2):



2. ábra. A *Cu* első elrendezésbeli orientációjának sztereografikus vetülete

A program segítségével meghatároztuk, hogy az egyes tengelyek körül milyen elforgatást kell végeznünk a goniométeren, hogy a kristályt a kiválasztott $\{-1, -1, -1\}$ orientációba állítsuk (3. ábra). A kapott elforgatási szögek a következők: $\phi_X = 11^\circ$; $\phi_Y = 5.5^\circ$; $\phi_Z = 18^\circ$

A szögek meghatározása után a laborban (beosztások híján szemre) átállítottuk a goniométer megfelelő csavarjait, majd újabb felvételt készítettünk. Ennek kiértékelése során a következő szükséges korrekciókat kaptuk: $\phi_X = 10^\circ$; $\phi_Y = 13^\circ$; $\phi_Z = 12^\circ$. Látható (4. ábra) hogy nem sikerül elérnünk a kíván orientációt, azonban amennyiben lehetőségünk lenne több mérésre, szukszcesszív approximációval több lépésben beállítható lenne elég nagy pontossággal a kívánt irány.



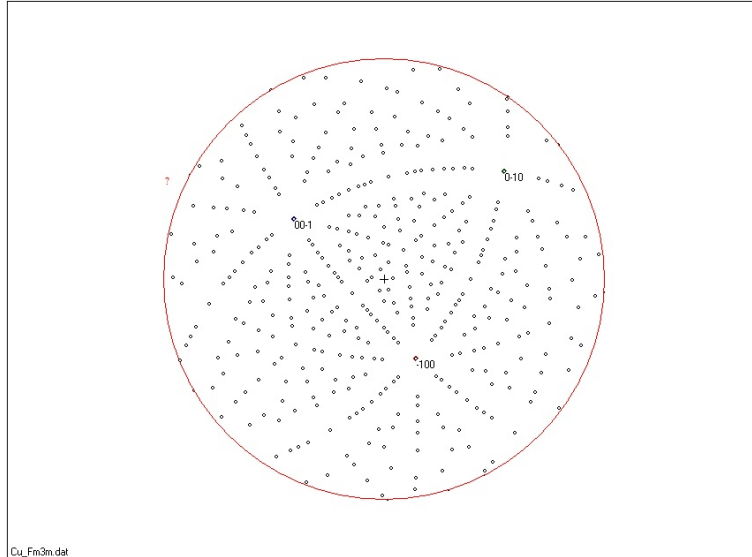
3. ábra. Az elérni kívánt *Cu* orientáció

4. *Si* egykristály lapka normálisának orientálása.

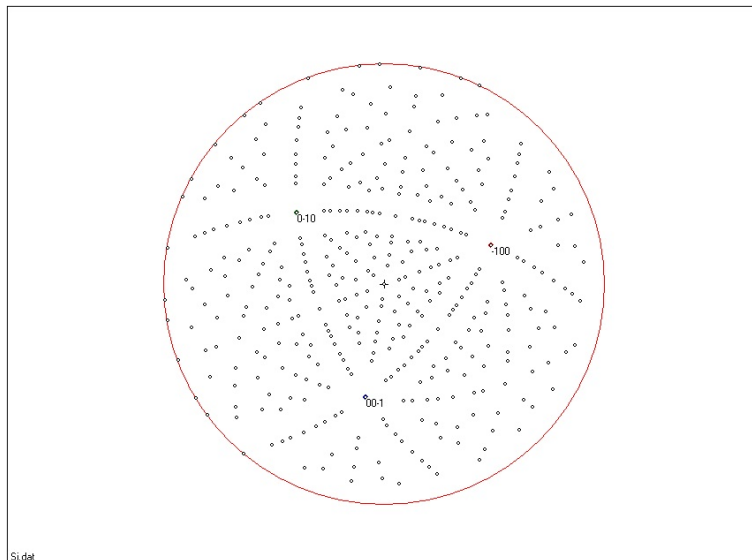
A kísérlet következő feladatákként egy megmunkált *Si* egykristály lapka normálisának beorientálását kaptuk. A lapka pont a kristálysíkra merőlegesen volt vágva, így a kollimátor irányára merőlegesen pozicionáltuk azt. A mérés elvégzése és kiértékelése a *Cu*-nál leírtakhoz hasonlóan zajlott. A kapott orientáció: $\phi_X = -10^\circ$; $\phi_Y = 0^\circ$; $\phi_Z = 0^\circ$, tehát a lapka nagy valószínűséggel ténylegesen a kristálysíkkal párhuzamosan lett elvágva.

5. Összefoglalás

A mérés során megismerkedhettünk a kristályok röntgendiffrakcióval történő vizsgálatának alapjaival. A foglalkozás során részletesen foglalkoztunk a Laue-módszerrel történő kristályorientációval, melyet egy *Cu* és egy *Si* egykristályon ki is próbáltunk. A mérés során megismerkedhettünk a módszer technikai, technológiai és informatikai hátterével is. Megpróbálkoztunk a *Cu* minta egy meghatározott orientációhoz történő igazításával is, kevés sikerrel.



4. ábra. A második elrendezésből kapott Cu orientáció



5. ábra. A Si lapka orientációja