

MÉRÉSI JEGYZŐKÖNYV

4. MÉRÉS – EGYKRISTÁLY RÖNTGEN DIFFRAKCIÓ

LABORVEZETŐ: KOVÁCS ZSOLT

SZILVÁSI ÁDÁM, FIZIKUS MSC
MÉRŐTÁRSAK: MÁRTON ISTVÁN,
ANGLER GÁBOR

MÉRÉS DÁTUMA: 2010. NOVEMBER
25.

LEADÁS DÁTUMA: 2010. DECEMBER
27.

1) A MÉRÉS CÉLJA

A mérés célja az egykristályok orientációjának meghatározására használt Laue-módszerrel való megismerkedés. A mérés során egy réz, egy szilícium és egy korundum egykristály orientációját keressük.

2) A MÉRÉSI MÓDSZER

A Laue-felvételhez vékony, folytonos spektrumú nyalábot használunk, amelyet egy image plate lemezzel detektálunk. A mintát egy goniométerre helyeztük, amely egy sínen feküdt, így az orientációját és a távolságát is változtatni tudtuk. A minta távolsága $5,35\text{ cm}$ volt. A méréseket mind hátsó reflexiós helyzetben készítettük, amelyek során a diffrakciós pontok egy-egy hiperbolán helyezkednek el. A röntgensugárzást 34 kV gyorsítófeszültséggel és 28 mA árammal hoztuk létre egy molibdén röntgensővel, és $0,3 - 2,5\text{ Å}$ közötti hullámhosszú volt. A mérések körülbelül fél órák voltak. Az IPket kiolvastuk, majd a kapott képeket digitálisan feldolgozzuk, hogy könnyen láthatóak legyenek a diffrakciós pontok.

Az így kapott képeket az OrientExpress nevű programmal dolgoztuk fel, amely kimondottan egykristályok orientációjának meghatározására hoztak létre. A kapott képeken a valódi távolságokat kalibráltuk az IPket befogó keret árnyékának segítségével, megadtuk a minta és a detektor távolságát, a detektálás irányát, a röntgen hullámhossztartományát, és a vizsgált minta kristályrácsának paramétereit. Ezután kiválasztunk néhány vélhetőleg alacsony indexű diffrakciós foltot a kép különböző síknegyedeiben, amely alapján számolni szeretnénk az orientációt, és megadjuk a programnak, hogy milyen intervallumok közt keresse az indexeket. Ezekből a program kiszámolja a kristály lehetséges orientációit, és az egyezés mértékének megfelelően sorba rakja őket. Ezek közül kézzel kell kiválasztanunk a képnek megfelelő orientációt, amelyen a nem illesztett pontok is jó helyen szerepelnek.

Ha kiválasztottuk a megfelelő orientációt, a programmal elkészíthetjük a diffrakciós vektorok sztereografikus vetületét a mérési elrendezéshez tartozó orientációban, amelyben az ábra közepén található a nyaláb iránya. Az ábrát a megfelelő szögek megadásával elforgathattuk, így megkaptuk az általuk kiválasztott orientációhoz szükséges elforgatások szögeit.

3) A MÉRÉS KIÉRTÉKELÉSE

A) RÉZ MINTA

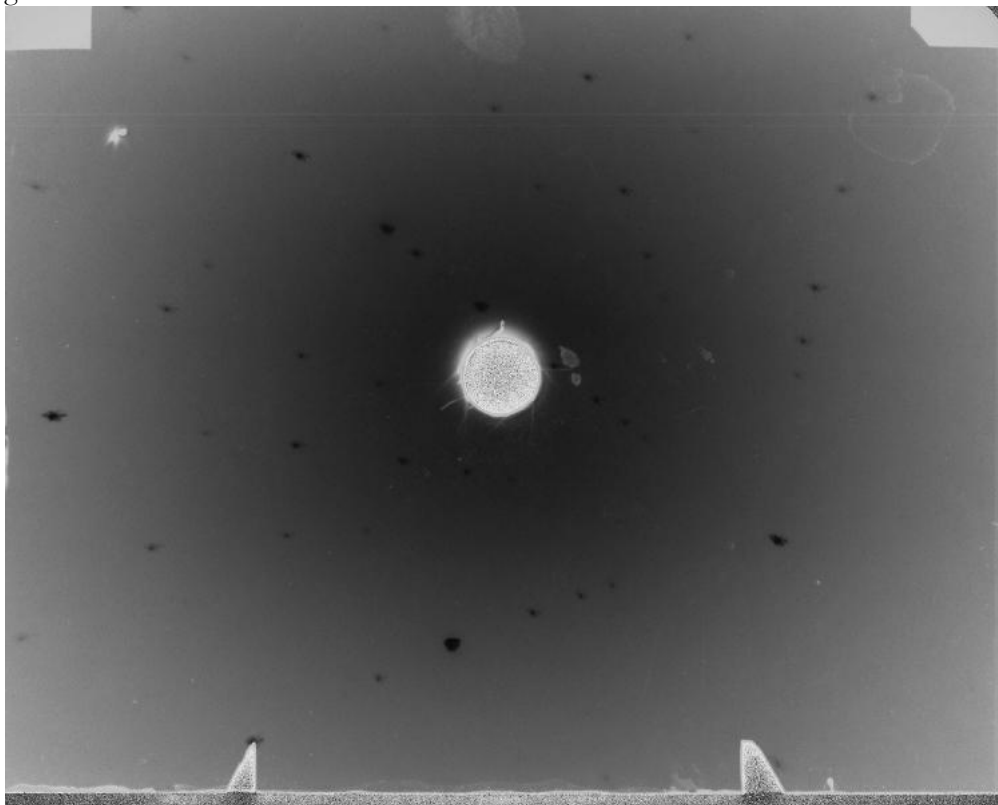
A réz minta kiértékeléséhez felhasználtuk a hozzá tartozó adatfájlt, amiben minden szükséges paraméter szerepelt, például hogy a kristály egyszerű köbös és a rácsállandója $a = 3,615\text{ Å}$. A felvétel az 1. ábrán található, az kapott sztereografikus vetület a 2. ábrán. Ahhoz, hogy a kristályt a $(\bar{1} \ \bar{1} \ \bar{1})$ irányba forgassuk, a következő forgatásokat kell végrehajtanunk: $X = -11^\circ$; $Y = -7^\circ$; $Z = 17^\circ$. Ezt az eredményt a 3. ábrán láthatjuk.

B) SZILÍCIUM MINTA

A szilícium mintát hasonló módon értékeltük ki, mint a rezet, de kicsit nehezebb volt jó pontokat találni, illetve a felvételen több pont jelent meg, mint amit végül magyarázni tudtunk az indexeléssel. A szilícium kristály szintén köbös, a rácsállandója pedig $a = 5,431\text{ Å}$. A 4. ábrán láthatjuk a Laue-felvételt, a hozzá tartozó sztereografikus vetületet pedig az 5. ábrán. Ez ugyan közel van a $(\bar{1} \ \bar{1} \ \bar{1})$ irányhoz, de ahhoz, hogy pontosan beforgassuk a megfelelő szögek $X = 2^\circ$; $Y = 0,3^\circ$; $Z = 5,5^\circ$, amely a 6. ábrán látható.

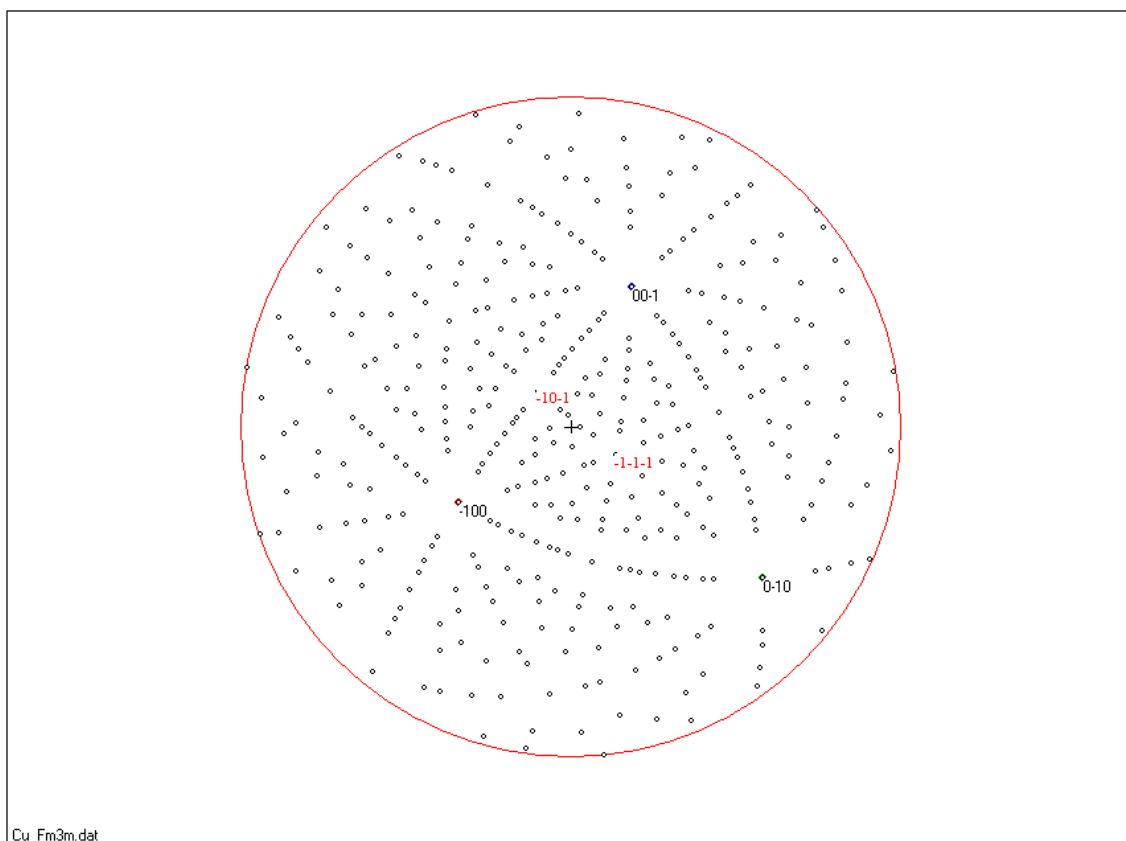
C) KORUND MINTA

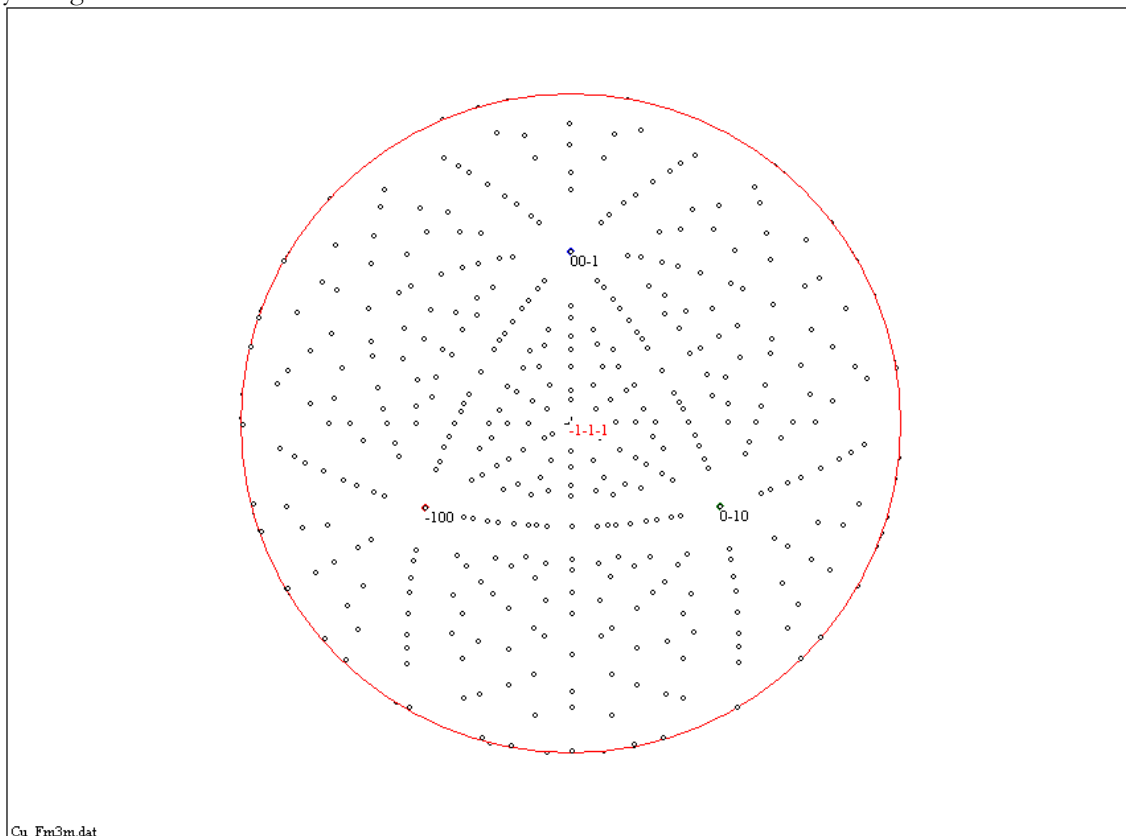
A korund trigonális kristályráccsal rendelkezik, a rácsállandója $a = 5,128\text{ Å}$, a cella mindhárom szöge $55,28^\circ$ -os. A róla készült felvétel a 7. ábrán látható, orientációja pedig a 8. ábrán. A $(\bar{1} \ \bar{1} \ \bar{1})$ irányba való beforgatáshoz $X = 85^\circ$; $Y = -4,5^\circ$; $Z = 0,3^\circ$ szögek szükségesek, az így kapott orientáció a 9. ábrán látható.



1. ábra – A réz mintáról készült felvétel

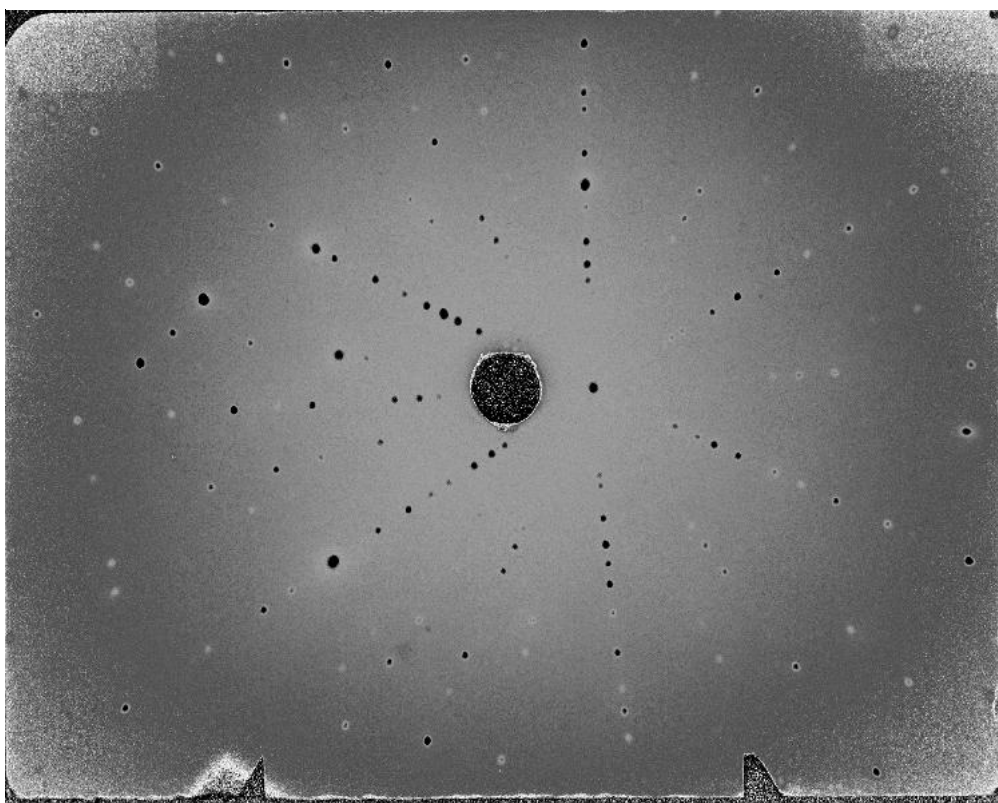
2. ábra – A réz minta orientációja

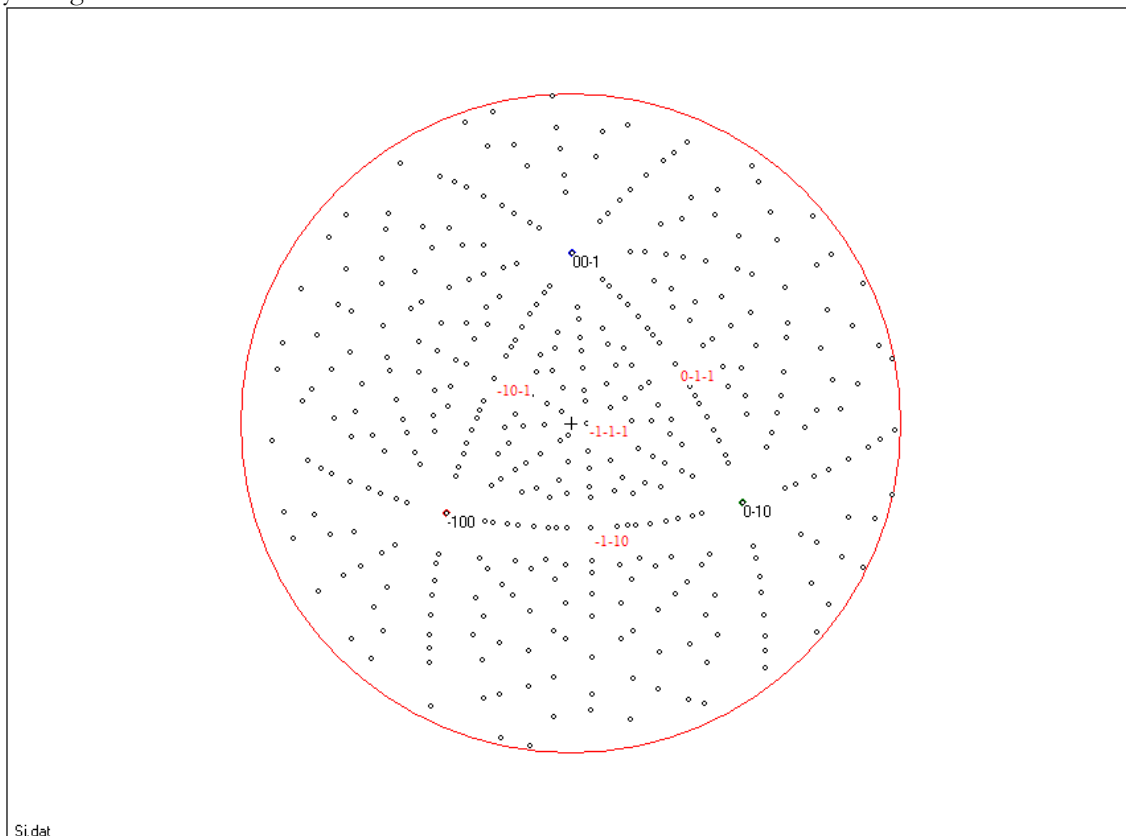




3. ábra – A réz minta új orientációja

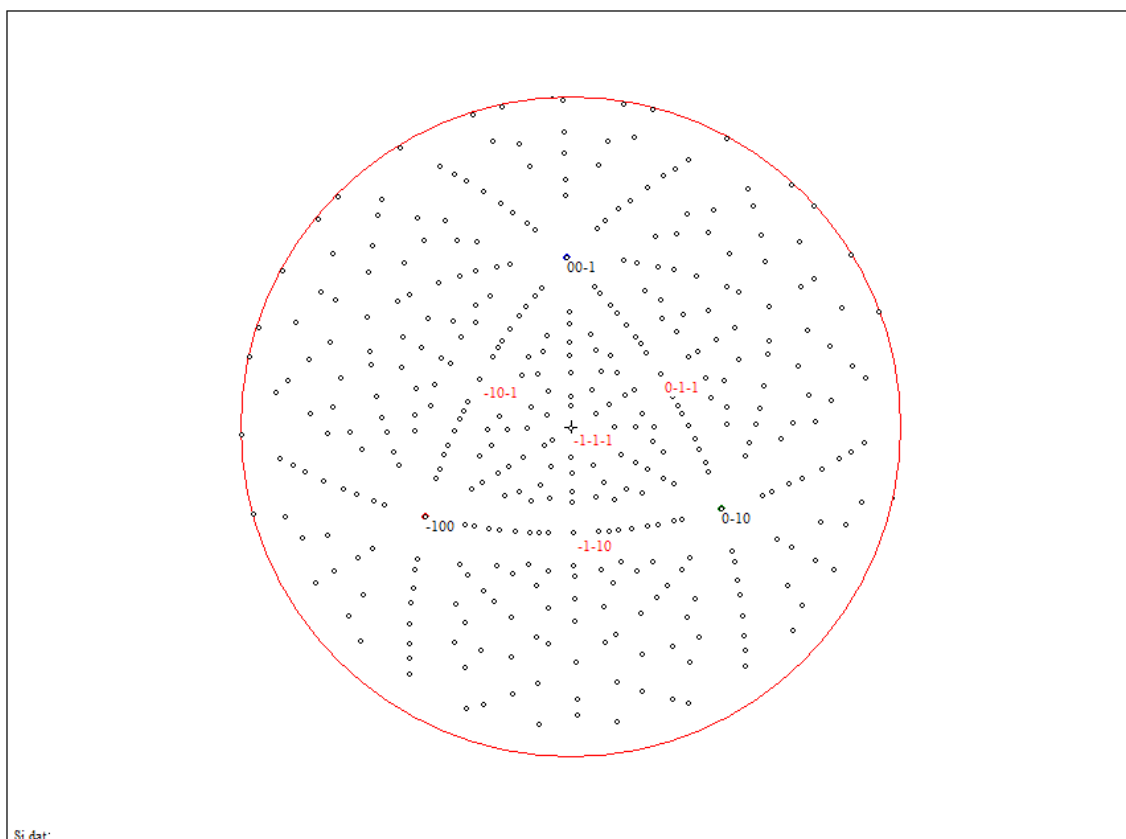
4. ábra – A szilícium minta Laue-felvétele

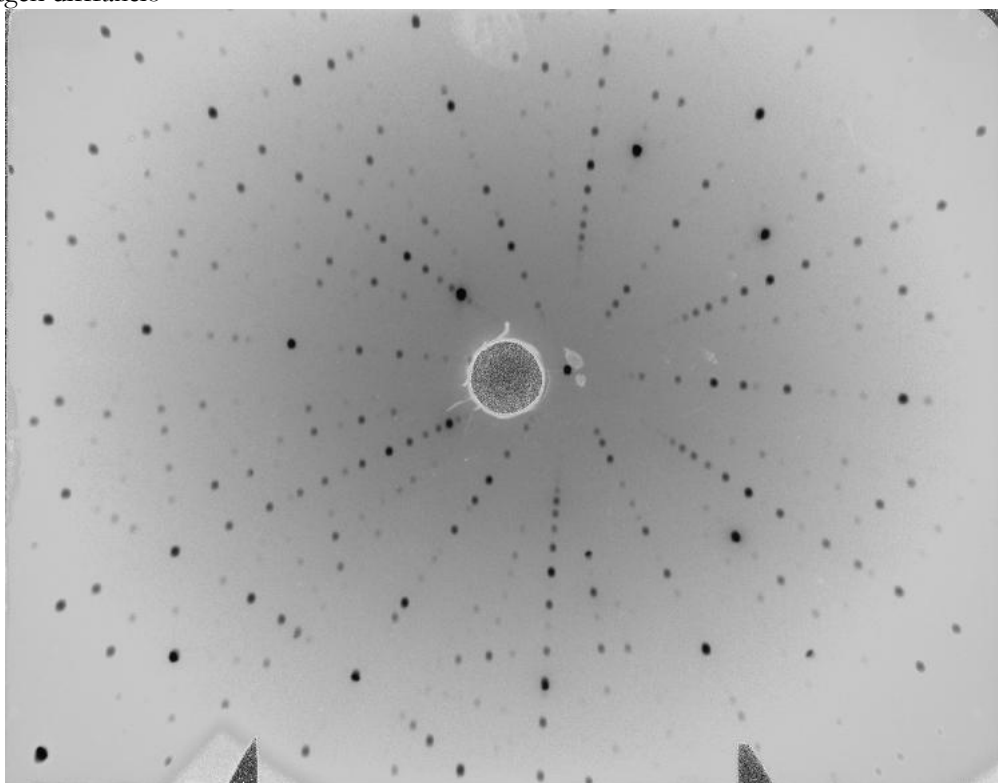




5. ábra – *A* szilícium minta eredeti orientációjának sztereografikus vetülete

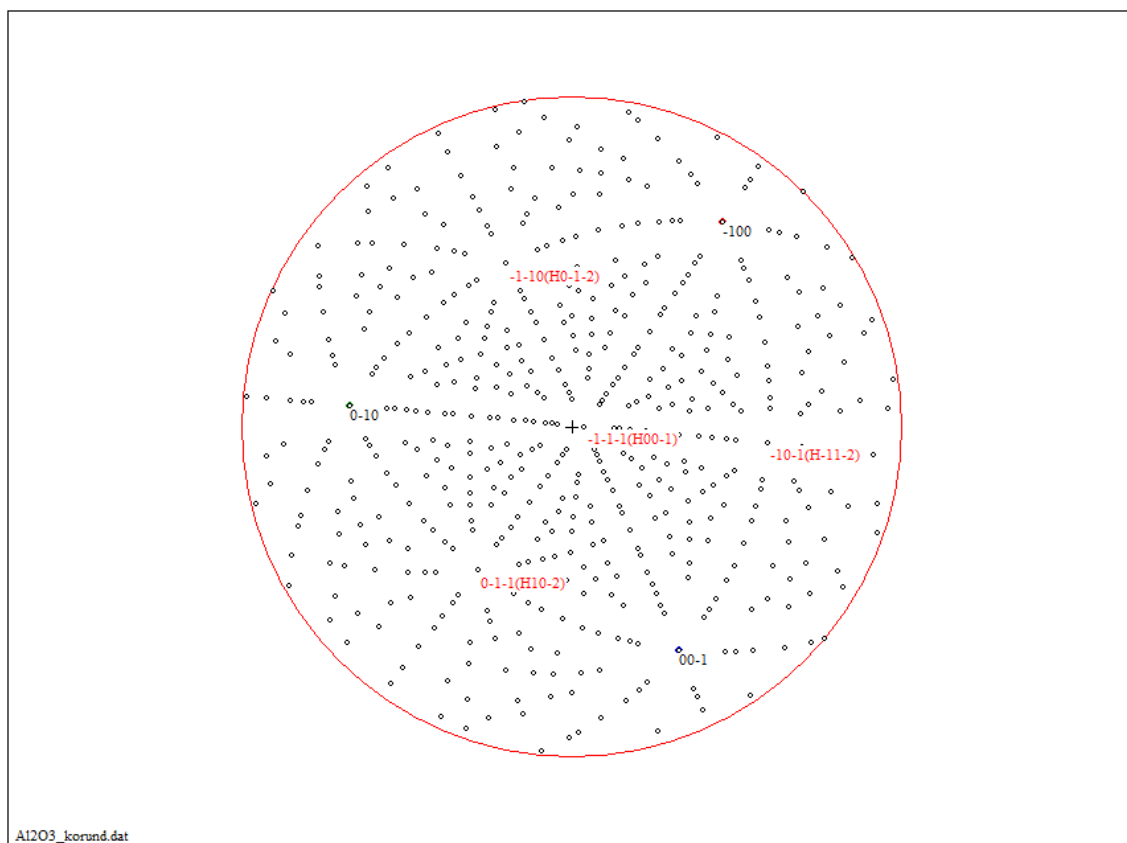
6. ábra – *A* -1-1-1 orientációjú szilícium

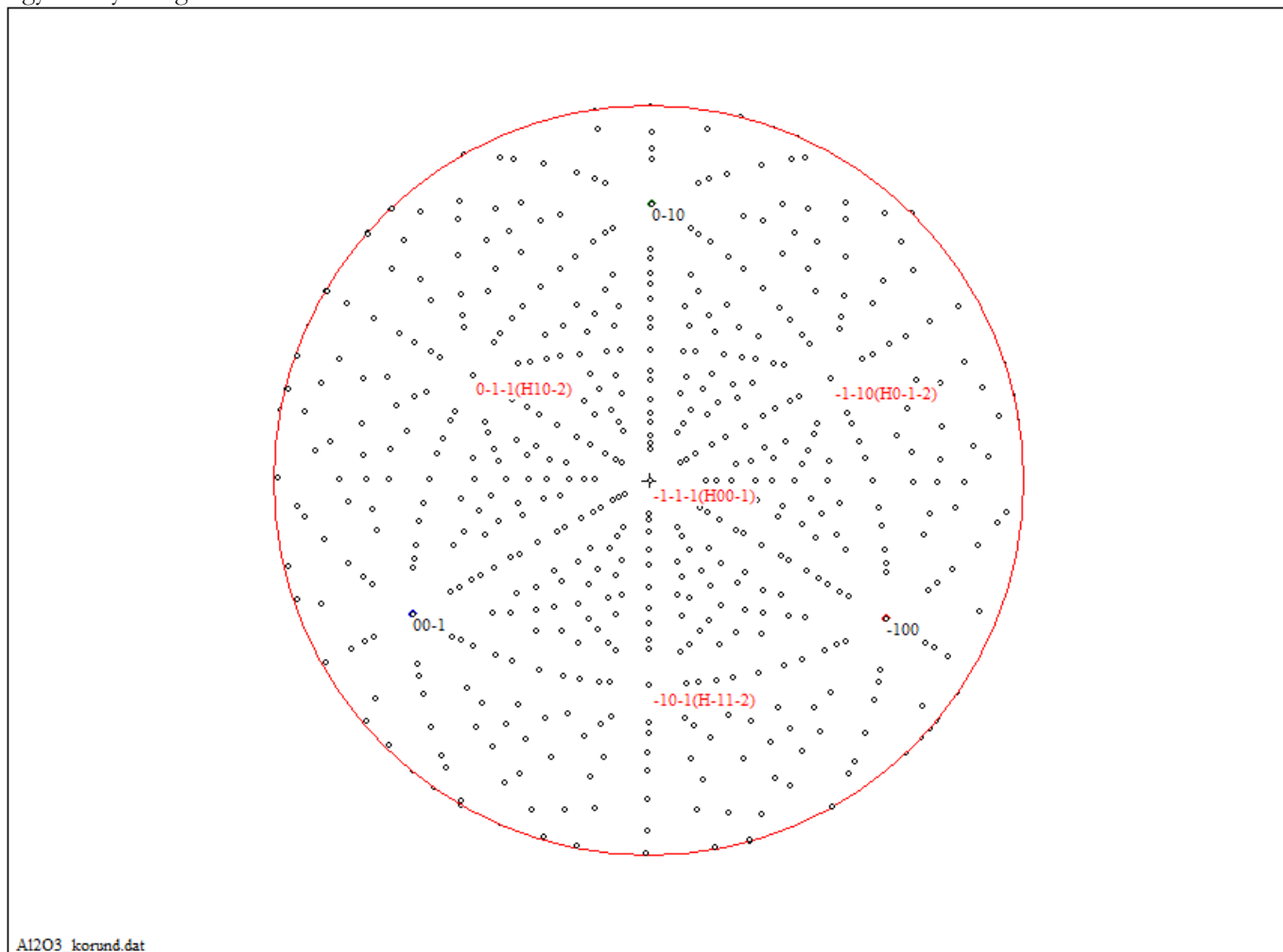




7. ábra – A korund mintáról készült felvétel

8. ábra – A korund minta orientációja





9. ábra – $A-1-1-1$ irányba forgatott korund sztereografikus vetülete