



Badanie stałej sieci krystalicznej NaCl metodą dyfraktometrii proszkowej promieni X

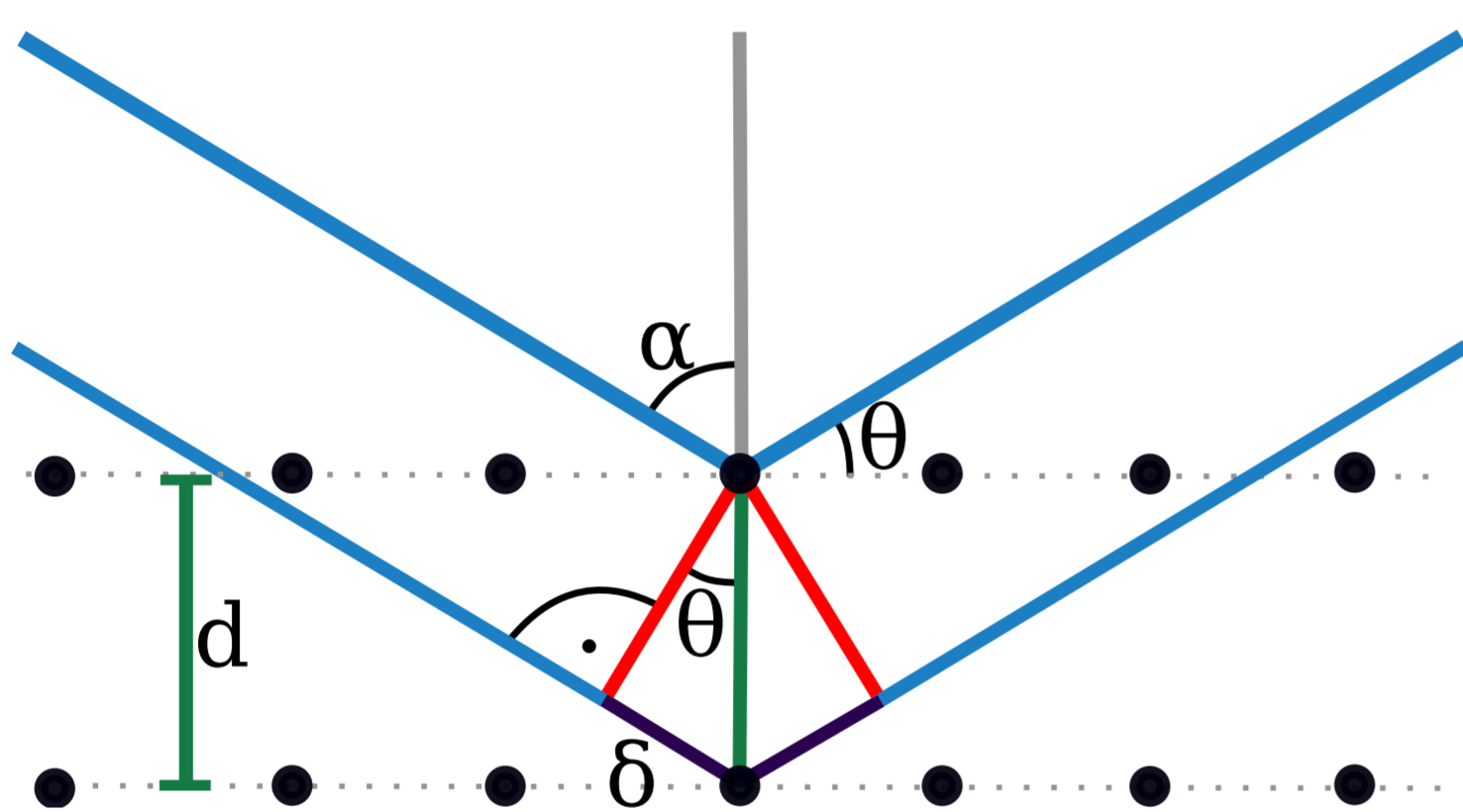
Dominik Ciurla pod opieką prof. dr hab. Rafała Abdank-Kozubskiego

Wydział Fizyki, Astronomii i Informatyki Stosowanej; Uniwersytet Jagielloński; Kraków

Wprowadzenie

Dyfraktometria rentgenowska opiera się na zjawisku dyfrakcji na kryształach. Do jej opisu stosujemy prawo Bragga, które wiąże odległość między płaszczyznami krystalograficznymi (d), długość fali padającej na kryształ (λ) oraz tzw. kąt Bragga (θ , ilustracja 1) za pomocą zależności $2d \sin \theta = n\lambda$ (n jest liczbą naturalną). Badany w doświadczeniu chlorek sodu (NaCl) ma strukturę fcc, dla której odległość między płaszczyznami o wskaźnikach Millera h, k, l (patrz [1]) wyraża się wzorem $d = \frac{a}{\sqrt{h^2+k^2+l^2}}$, gdzie a to stała sieci.

Wykorzystując te zależności można wyznaczyć stałą sieci kryształu, znajdując maksima natężenia odbitych promieni w zależności od kąta θ . W użytej w eksperymencie metodzie proszkowej zamiast pojedynczych kryształów używa się próbek w postaci drobnego proszku.

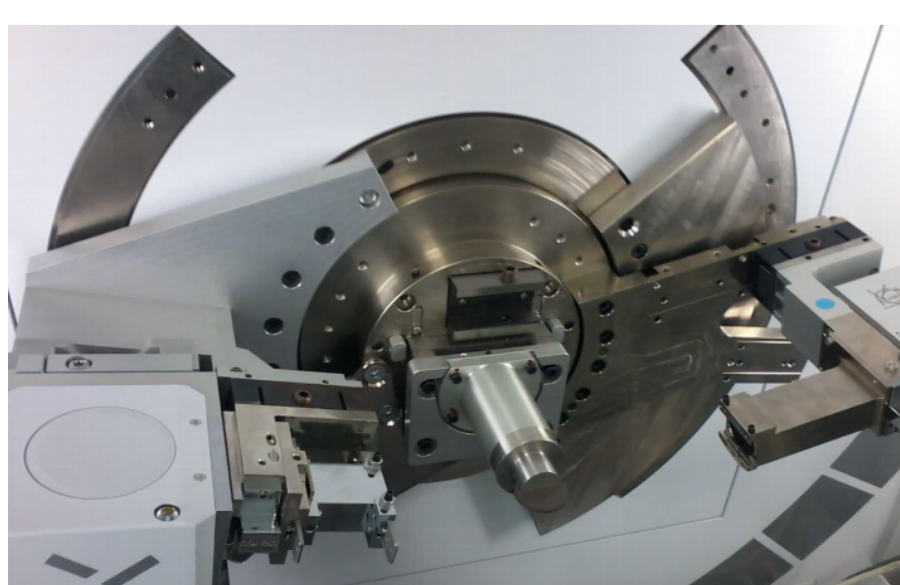


Ilustracja 1: Ilustracja prawa Bragga.[3]

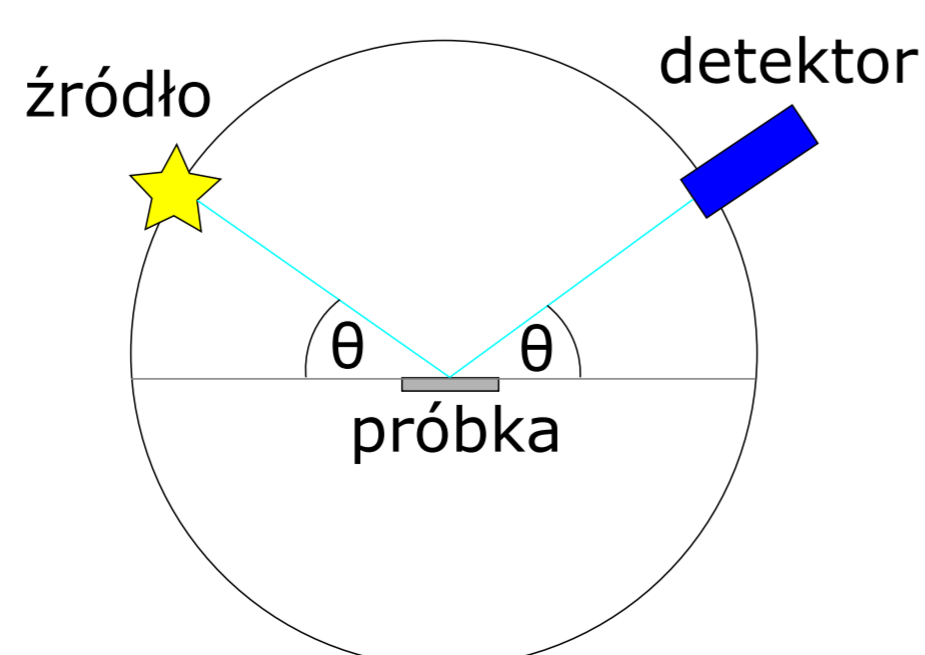
Przebieg eksperymentu

Eksperyment został wykonany przy użyciu dyfraktometru rentgenowskiego PANalytical Empyrean, pracującego w geometrii Bragga-Brentano (ilustracje 2 i 3). Źródło oraz detektor poruszają się po obwodzie okręgu, w centrum którego znajduje się próbka. Kąt między kierunkiem wiązki, a płaszczyzną próbki jest zawsze taki sam jak kąt między osią detektora, a tą płaszczyzną. Źródłem promieniowania była lampa rentgenowska z anodą miedzianą, emitującą promienie o długościach fal dla linii spektralnych: $K\alpha_1 - 1,54059290(50) \text{ \AA}$, $K\alpha_2 - 1,54442740(50) \text{ \AA}$, $K\beta - 1,3922340(60) \text{ \AA}$ [5].

W doświadczeniu użyto różowej soli himalajskiej jodowanej (dodatek jodanu potasu 3,9(1,3) mg na 100 g soli). Przed pomiarem próbkę rozdrobniono w moździerzu i umieszczono w kuwecie, formując na niej płaską, dobrze sprasowaną powierzchnię. Następnie kuwetę umieszczono w dyfraktometrze i wykonano pomiar liczby zliczeń w zależności od kąta $\theta = 2,5^\circ - 75^\circ$. Czas trwania pomiaru wyniósł 30 minut.



Ilustracja 2: Fragment dyfraktometru użytego w eksperymencie.[2]

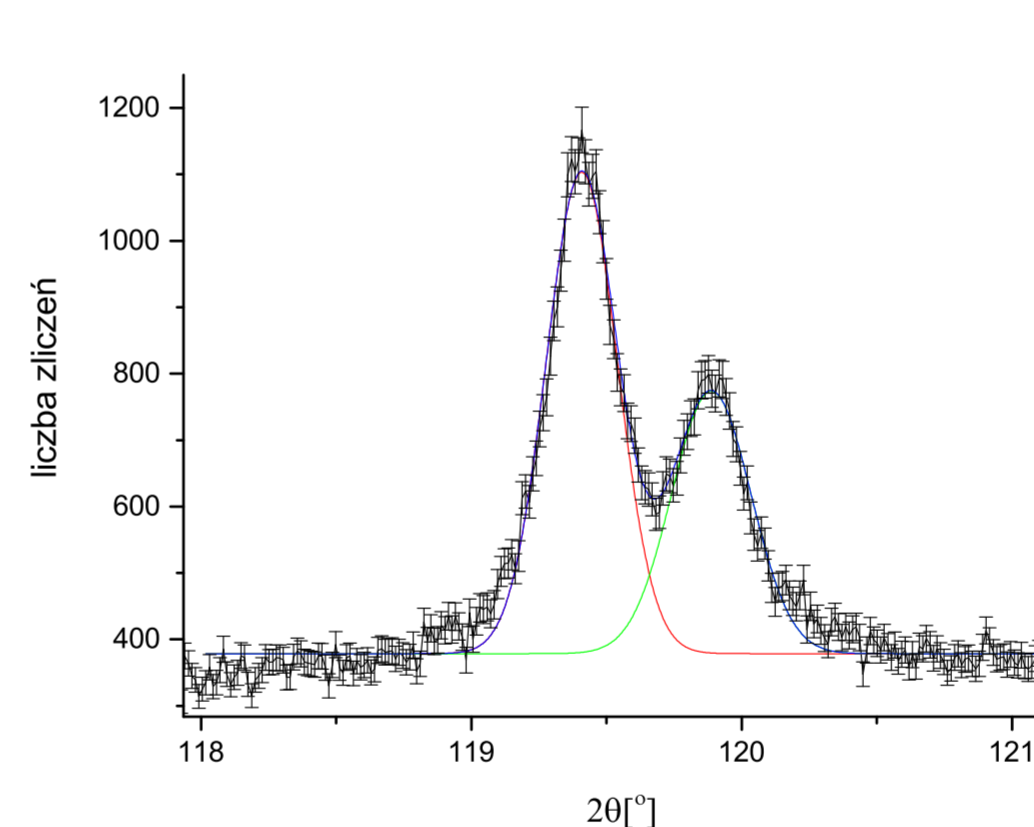


Ilustracja 3: Schemat geometrii Bragga-Brentano.

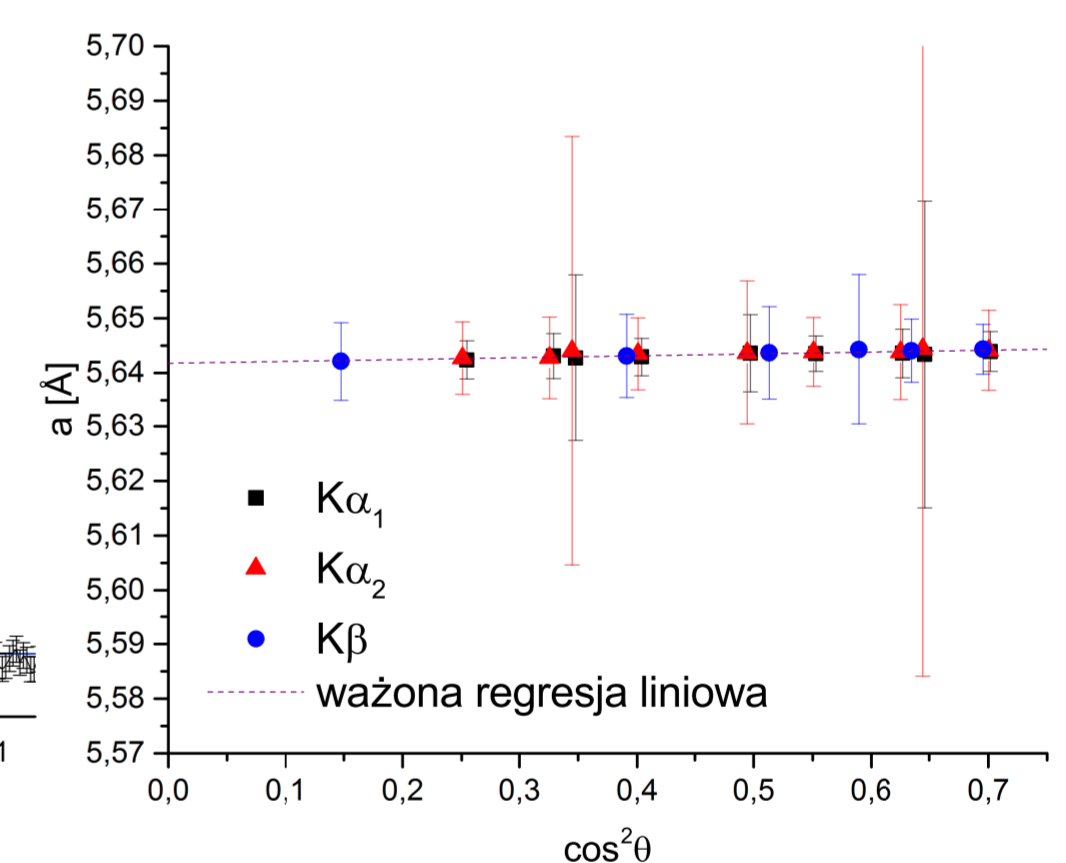
Wyniki

Ze wzoru Bragga oraz związku pomiędzy odległością między płaszczyznami krystalograficznymi i stałą sieci można wyprowadzić zależność $\ln \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} - \ln \sin \theta = \text{const}$. Oszacowano położenia wszystkich maksimów (odpowiadających refleksom Bragga) na otrzymanym dyfraktogramie i wyrysowano $\ln \sin \theta$ tych położenia na jednym papierowym pasku, a na drugim $\ln \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$. Porównując paski znaleziono dwa położenia (dla linii widmowych lampy $K\alpha$ i $K\beta$), w których serie zaznaczonych punktów były ze sobą zgodne – w ten sposób przyporządkowano wskaźniki Millera do odpowiednich maksimów. Ze względu na reguły wygaszeń dla struktury fcc uwzględniono tylko wskaźniki o jednakowej parzystości.

Dla $\theta > 30^\circ$ i maksimów z przyporządkowanymi wskaźnikami wykonano dopasowanie (ilustracja 4) funkcji Gaussa (dla $K\beta$) oraz sumy dwóch funkcji Gaussa (dla $K\alpha$, gdyż rozszczepia się na $K\alpha_1$ i $K\alpha_2$). Z dopasowania otrzymano dokładne wartości położenia refleksów Bragga, za pomocą których obliczono stałą sieci. Aby uwzględnić błąd systematyczny aparatury, wykonano wykres otrzymanych wartości stałej sieci w zależności od $\cos^2 \theta$ (ilustracja 5). Za pomocą liniowej regresji ważonej dokonano ekstrapolacji stałych sieci do wartości odpowiadającej $\cos^2 \theta = 0$. Otrzymano w ten sposób wartość stałej sieci $a = 5,64167(14) \text{ \AA}$.



Ilustracja 4: Dopasowanie metodą nieliniowej regresji ważonej dla podwójnego refleksu.



Ilustracja 5: Zależność stałych sieci od $\cos^2 \theta$.

Podsumowanie i wnioski

Otrzymana wartość stałej sieci badanej próbki jest zgodna z podaną w [4]. Zastosowana w doświadczeniu metoda proszkowa pozwoliła otrzymać wynik z imponująco dużą dokładnością.

Bibliografia

- [1] Charles Kittel, *Wstęp do fizyki ciała stałego*, PWN 1999.
- [2] www.2pf.if.uj.edu.pl/web/ii-pracownia-fizyczna/z4.
- [3] commons.wikimedia.org/wiki/File:Bragg.svg.
- [4] Manuel Fontañña López, *Determination of lattice constant in NaCl*.
- [5] <http://physics.nist.gov/PhysRefData/XrayTrans/Html/search.html>.