

Z4 - BADANIE STRUKTUR ORAZ ILOŚCIOWA ANALIZA SUBSTANCJI KRystalicznych METODĄ DYFRAKCJI PROMIENI X

II Pracownia Fizyczna

Wydział Fizyki, Astronomii i Informatyki Stosowanej, Uniwersytet Jagielloński

Eksperyment obejmuje zastosowanie dyfraktometrii rentgenowskiej do badania polikrystalicznych próbek jedno- i wielofazowych. Ćwiczenie wykonywane jest na dyfraktometrze Empyrean (PANalytical), pracującym w geometrii Bragga-Brentano (pionowej), wyposażonym w ceramiczną lampę rentgenowską z anodą Cu. Do monochromatyzacji wiązki padającej (lub rozproszonej) służy filtr Ni. Ze względu na to, że zarówno polsko- jak i angielskojęzyczna literatura, na różnych poziomach zaawansowania, jest łatwo dostępna ćwiczenie to stwarza ponadto studentom możliwość stawiania pierwszych kroków lub rozwijania swoich umiejętności w szybkim i skutecznym gromadzeniu informacji na zadany temat. W wersji podstawowej badana jest próbka polikrystaliczna krysztalu regularnego, a dyfraktogram proszkowy stanowi podstawę do określenia typu komórki elementarnej i wyznaczenia wartości parametru sieci krystalicznej badanej substancji. Ćwiczenie może być prowadzone nie tylko w wersji podstawowej. Ambitnym studentom daje ono prawie nieograniczone możliwości tworzenia własnych programów badawczych lub realizowania programów zmodyfikowanych, zaproponowanych przez opiekuna ćwiczenia. Jakkolwiek ćwiczenie wykonywane jest indywidualnie, a każdy student otrzymuje tylko dwa zadania to możliwe jest zaplanowanie większego projektu badawczego realizowanego przez grupę współpracujących ze sobą studentów. Realizacja projektów studenckich możliwa jest po uzyskaniu zgody opiekuna ćwiczenia.

Zagadnienia do przestudiowania

1. Krysztaly; pojęcie sieci prostej i sieci odwrotnej [2, 3]:

- Obowiązuje znajomość definicji i rozumienie pojęć: podstawowe wektory translacji (wektory bazowe), sieć przestrzenna, baza (motyw), sieć krystaliczna, komórka elementarna, wskaźniki Millera, płaszczyzny krystaliczne i kierunki w krysztale, odległości międzypłaszczyznowe, monokrysztaly, polikrysztaly.
- Struktura chlorku sodu (NaCl).

2. Otrzymywanie i charakterystyka promieniowania rentgenowskiego [1], załącznik A w [3]:

- Lampy rentgenowskie do badań strukturalnych.
- Widmo promieniowania lampy rentgenowskiej (widmo ciągłe, widmo charakterystyczne).

3. Oddziaływanie promieniowania rentgenowskiego z materią [3]

4. Dyfrakcja promieniowania rentgenowskiego na ciałach krystalicznych [3]:

- Geometria dyfrakcji promieniowania rentgenowskiego (równania Lauego, prawo Bragga, konstrukcja Ewalda).
- Natężenie rentgenowskich refleksów dyfrakcyjnych, reguły wygaszeń dla regularnej sieci krystalicznej.

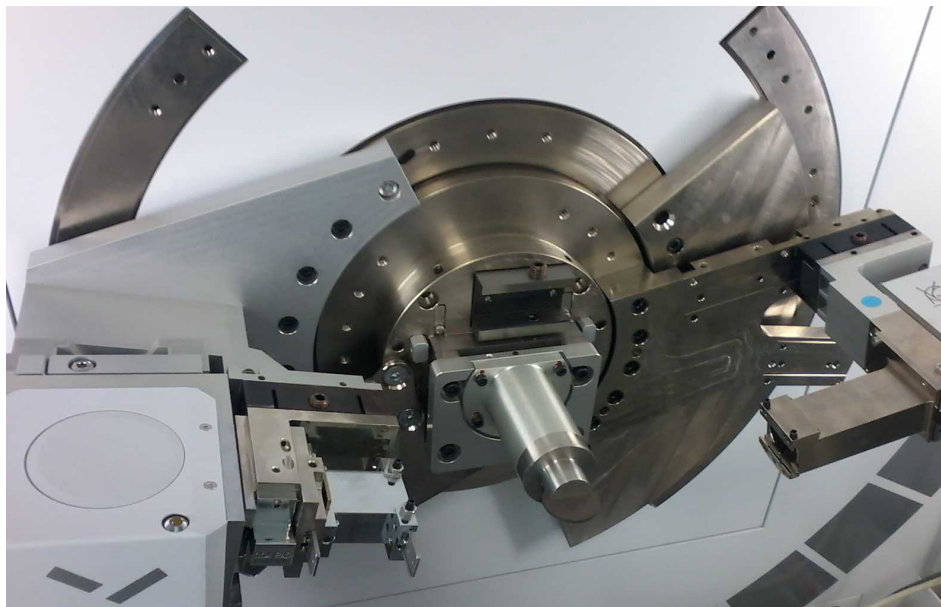
5. Wybrane doświadczalne metody dyfrakcyjne [3]:

- Metoda proszkowa: podstawy teoretyczne, geometria układu pomiarowego i metodyka pomiaru przy użyciu dyfraktometru polikrystalicznego w geometrii Bragga-Brentano, metodyka ekstrapolacyjnego wyznaczenia dokładnej wartości parametru sieci krystalicznej (wraz z niepewnością pomiarową).
- Metoda Lauego: podstawy teoretyczne, geometria układu pomiarowego w geometrii wiązki odbitej i wiązki przechodzącej.
- Elementy dozymetrii i przepisy BHP obowiązujące przy pracy z promieniowaniem rentgenowskim.

Uwaga: Informacje podstawowe, konieczne do zaliczenia kolokwium wstępnego, zawarte są w rozdziałach 1 i 2 podręcznika „Wstęp do fizyki ciała stałego”, C.Kittel oraz w Zeszytach 1 i 3 podręcznika „Materiały do ćwiczeń z rentgenowskiej analizy strukturalnej”, Z.Bojarski, E.Łągiewka [2, 3]. Aby w pełni wykorzystać czas spędzany w Pracowni należy również zapoznać się z zagadnieniami zapisanymi tu kursywą.

Zadania obliczeniowe

1. Prosta sieciowa przechodzi przez punkty o współrzędnych: $0 \frac{1}{2} 1$ i $1 \frac{2}{2} 1$. Podaj wskaźniki kierunku tej prostej sieciowej.
2. Oblicz wartość krótkofalowej granicy długości fali ciągłego widma promieniowania lampy rentgenowskiej zasilanej napięciem $U = 40$ kV.



Rysunek 1: Goniometr dyfraktometru Empyrean w konfiguracji Bragga-Brentano.

Więcej interesujących zadań i pytań testowych o różnym stopniu trudności można znaleźć na stronie II Ogólnopolskiej Olimpiady Krystalograficznej: <http://www.komkryst.pan.pl/index.php/en/olimpiada-2016>.

Aparatura i materiały

Ćwiczenie wykonywane jest na dyfraktometrze rentgenowskim Empyrean (PANalytical) pracującym w pseudoogniskującej geometrii Bragga-Brentano (Rys.1). W wersji podstawowej badana jest próbka polikrystaliczna NaCl oraz dostarczona przez prowadzącego ćwiczenie próbka dwu lub trójfazowa.

Program ćwiczenia

W skład trzeciego pracownianego bloku wchodzi zwykle Z4 i Z22. Zaczynamy zazwyczaj od zadania I, ale najlepiej skontaktować się z prowadzącym ćwiczenie (np. mailem), aby ustalić szczegóły.

Zadanie I. Badanie jednofazowej próbki polikrystalicznej metodą dyfraktometrii proszkowej w geometrii Bragga-Brentano

1. Przygotowanie próbki

- niewielką ilość badanej substancji rozetrzeć w moździerzu na drobny proszek (do konsystencji pudru); w wersji podstawowej badaną substancją jest zazwyczaj NaCl,
- przygotowany proszek umieścić w kuwecie pomiarowej formując płaską, dobrze sprasowaną i możliwie gładką powierzchnię.

2. W obecności asystenta prowadzącego ćwiczenie umieścić kuwetę z preparatem w uchwycie goniometru dyfraktometru.
3. Postępując zgodnie ze wskazówkami prowadzącego ćwiczenie i szczegółową instrukcją znajdującą się przy zestawie pomiarowym przeprowadzić rejestrację dyfraktogramu próbki.

Zadanie II. Badanie wielofazowej próbki polikrystalicznej metodą dyfraktometrii proszkowej w geometrii Bragga-Brentano

W sposób opisany w Zadaniu I przygotować próbkę i wykonać pomiar dla wybranej substancji wielofazowej.

W czasie pracy prowadź szczegółowe notatki w zeszycie laboratoryjnym, tak by można było odtworzyć wszystkie kroki i wartości wszystkich parametrów przeprowadzanych eksperymentów.

Pamiętaj o dokonaniu odpowiedniego wpisu w dzienniku pracy aparatury.

Opracowanie wyników

1. Dowolną metodą określ położenia linii dyfrakcyjnych z dokładnością do 0.1° .
2. Wywskaźnikuj maksima dyfrakcyjne (dyfraktometr wyposażony jest w lampę z anodą Cu).
3. Metodą dopasowania profilu linii wyznacz dokładne wartości położenia maksimów dyfrakcyjnych dla $2\theta > 60^\circ$ oraz ich niepewności– odpowiednie wykresy załącz do sprawozdania. Uwaga: Najlepiej skorzystać z programu Winplotr, co następnie należy wykazać w sprawozdaniu w sekcji Bibliografia.

4. Metodą ekstrapolacyjną wyznacz dokładną wartość stałej sieci badanej próbki i oszacuj niepewność [3, 4].
5. Dla próbki wielofazowej przeprowadź jakościową analizę składu, wykorzystując dostępne bazy danych i/lub wcześniejsze pomiary substancji wzorcowych.

Zasady BHP

Szczegółowe przepisy BHP znajdują się na tablicy w pracowni dyfraktometrii rentgenowskiej.

Literatura

- [1] D. Halliday, R. Resnick, J. Walker, *Podstawy fizyki*, PWN, Warszawa, 1996, tom 5, rozdziały 41.9-41.10.
- [2] C. Kittel, *Wstęp do fizyki ciała stałego*, PWN, 1970, rozdziały 1 i 2, str. 15-91.
- [3] Z. Bojarski, E. Łągiewka, *Materiały do ćwiczeń z rentgenowskiej analizy strukturalnej*, (do wypożyczenia w IIPF, z szfki przy zestawie eksperymentalnym): Zeszyt 1 - całość (szczególnie rozdział 4 o BHP); Zeszyt 2, str. 7-36 i 45-49; Zeszyt 3, str. 6-23 i 61-95; Zeszyt 4, str. 5-28; Zeszyt 5, str. 50-72.
- [4] A. Zięba, *Analiza danych w naukach ścisłych i technice*, PWN, Warszawa, 2013.

oraz załączone materiały dostępne po zalogowaniu lub inne dowolne podręczniki krystalografii i fizyki ciała stałego oraz informacje i materiały dostępne w Internecie.