



TEORIA:

Kryształem nazywa się ciało stałe, o uporządkowanej budowie wewnętrznej, w którym atomy/jony/cząsteczki tworzą periodyczną sieć.

Strukturę kryształów opisuje się używając modelu pojedynczej sieci periodycznej (**sieci krystalicznej**) oraz grupy atomów związanych z każdym węzłem sieci (**baza**). Trójwymiarową sieć krystaliczną opisuje się przy pomocy trzech podstawowych wektorów translacji $\vec{a}, \vec{b}, \vec{c}$ takich, że struktura krystaliczna jest niezmiennicza względem translacji sieciowej zdefiniowanej jako:

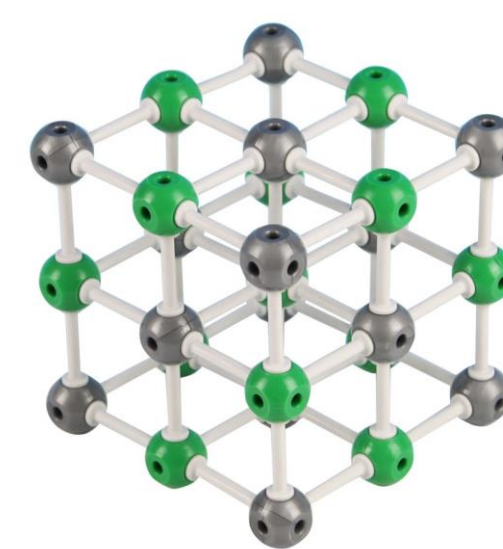
$$\vec{T} = n_1\vec{a} + n_2\vec{b} + n_3\vec{c}$$

gdzie n_i są liczbami całkowitymi.

Prawo Braga – Jest warunkiem koniecznym do powstania refleksu dyfrakcyjnego. Można je zapisać przy pomocy poniższego wzoru, gdzie d oznacza odległość międzypłaszczyznową, θ kąt odbłyску, λ długość fali, a n jest liczbą naturalną.

$$2d \sin \theta = n\lambda$$

Wiązka padająca na kryształ ulega częściowemu odbiciu zwierciadlanemu od równoległych płaszczyzn atomowych kryształu. Warunkiem koniecznym do powstania refleksu dyfrakcyjnego jest interferencja konstruktywna fal odbitych, z czego wynika powyższe równanie.



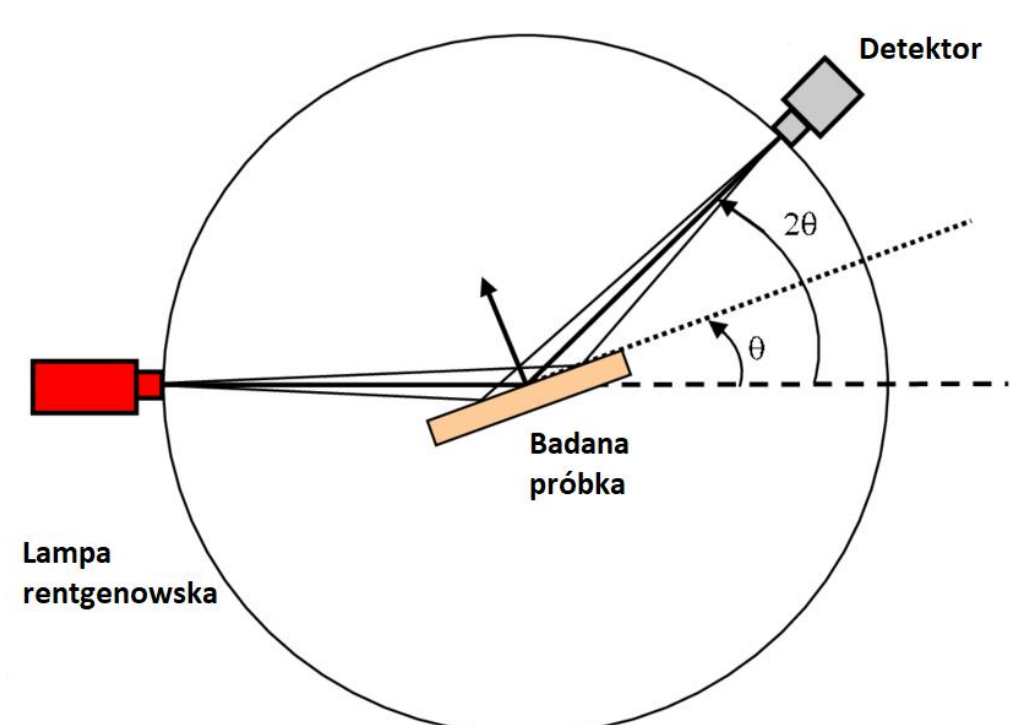
Rys.1. Struktura NaCl [1]

Jak duża jest cząsteczka soli?

Czyli wyznaczenie stałej sieci NaCl

Abstrakt

Przy użyciu metody dyfrakcji proszkowej zbadano strukturę chlorku sodu. W celu zmierzenia stałej sieci dla uzyskanego dyfraktogramu wykonano wskaźnikowanie metodą graficzną, a następnie użyto metody ekstrapolacyjnej. Wyznaczono stałą sieci $a_0 = 5,64097(73)\text{Å}$ zgodną w zakresie niepewności pomiarowej z wartością literaturową $a_0 = 5,640(1)\text{Å}$.



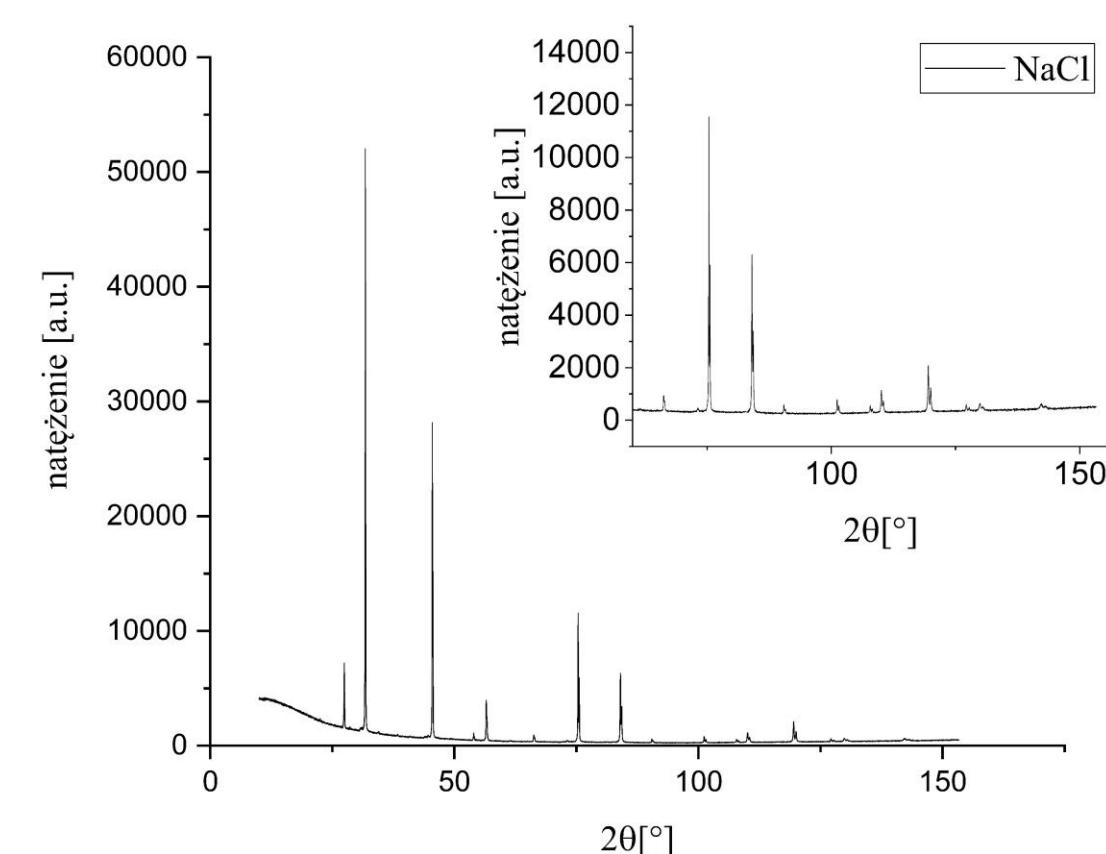
Rys. 2. Schemat dyfraktometru (wykonany na podstawie [2])

METODA:

Do badania struktury krystalicznej wykorzystuje się **promieniowanie rentgenowskie** ze względu na jego długość, która jest porównywalna z odległościami międzyatomowymi.

Pomiary zostały wykonane **metodą dyfrakcji proszkowej** przy użyciu dyfraktometru pracującego w pseudoogniskującej geometrii Bragg-Brentano (rys. 2.), gdzie źródłem promieniowania rentgenowskiego jest lampa rentgenowska. Widmo **lampy rentgenowskiej** składa się z widma ciągłego oraz widma charakterystycznego zależnego od materiału z którego została wykonana anoda. W celu monochromatyzacji wiązki użyto filtru niklowego, a pomiary przeprowadzono dla $\lambda_{\text{K}\alpha}(\text{Cu})$.

Pomiary sproszkowanej próbki NaCl wykonano dla kąta 2θ w przedziale 10° - $153,33^\circ$ (krok $0,013^\circ$) przy następujących parametrach lampy: $I = 40\text{ mA}$, $V = 40\text{ kV}$. Uzyskany w czasie 1h50' dyfraktogram przedstawia rys. 3.



Rys. 3. Dyfraktogram proszkowy NaCl

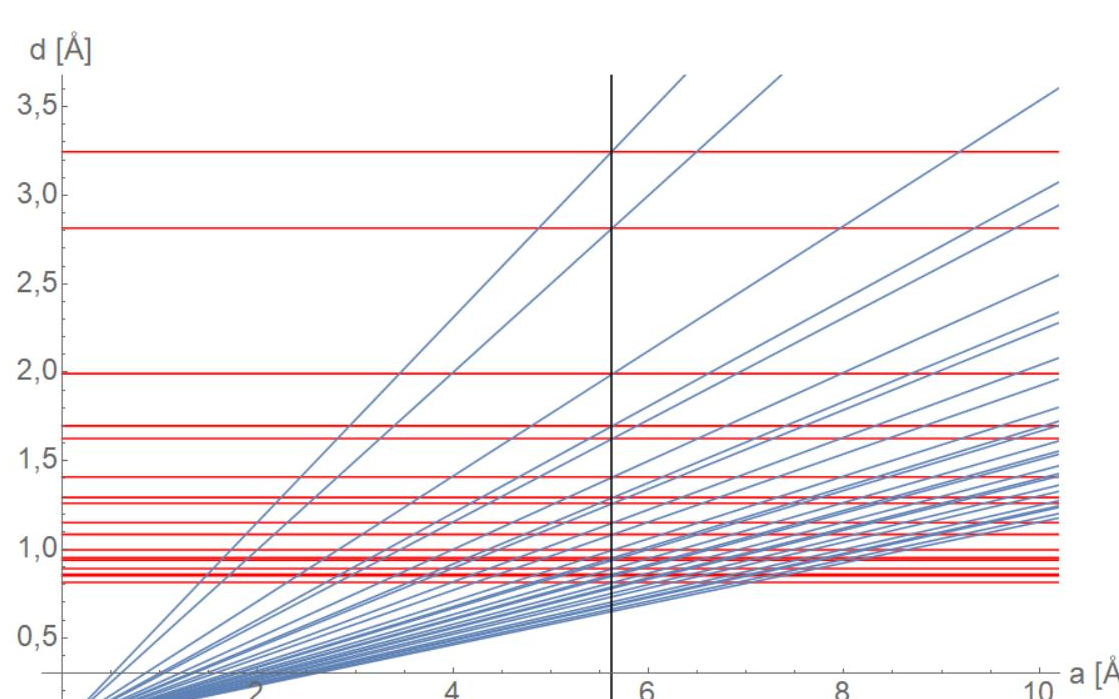
WSKAŹNIKOWANIE:

Wyznaczono położenie kątowe refleksów i wykonano **wskaźnikowanie metodą graficzną** [3]. W układzie regularnym odległość międzypłaszczyznową d_{hkl} związana jest ze stałą sieci a relacją:

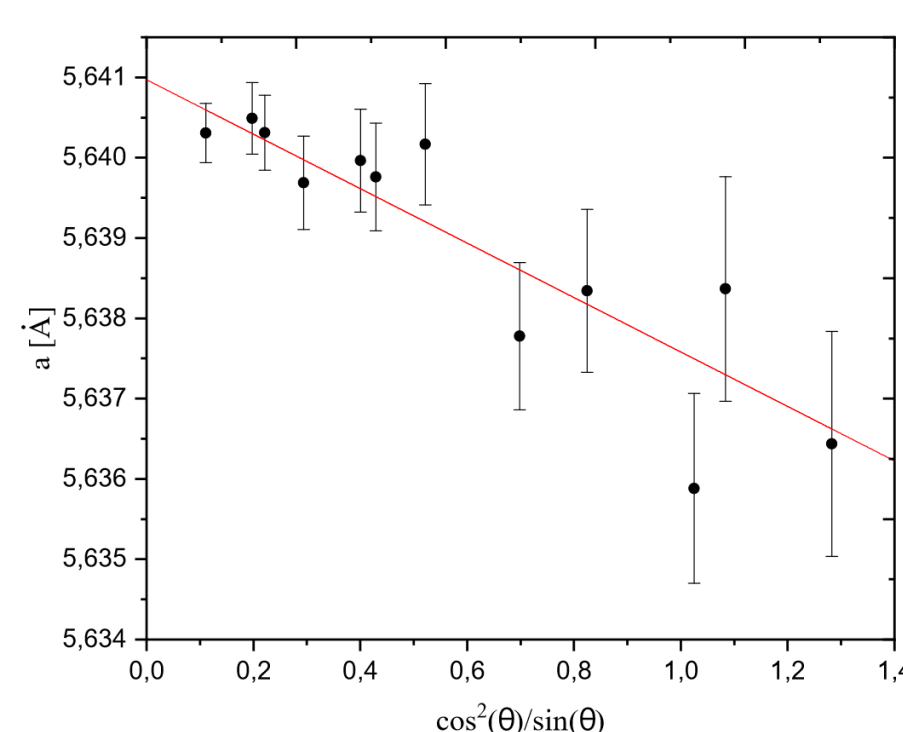
$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}$$

gdzie liczby hkl oznaczają wskaźniki Millera płaszczyzny. Dla każdego refleksu wyliczono $d(hkl)$ korzystając z prawa Bragga i odłożono na osi y (czerwone poziome linie). Następnie narysowano wykres teoretycznej funkcji $d(a)$ dla wybranych wskaźników hkl korzystając z powyższego wzoru (rys. 4).

Czarną linią zaznaczono orientacyjną wartość stałej sieci - jest to miejsce w którym każda odległość międzypłaszczyznowa d przecina się z funkcją teoretyczną $d(a)$.



Rys. 4. Wskaźnikowanie metodą graficzną



Rys. 5. Metoda ekstrapolacyjna

WYNIKI:

W celu jak najdokładniejszego wyznaczenia stałej sieci użyto metody ekstrapolacyjnej pozwalającej **wyeliminować błędy systematyczne** wynikające z geometrii pomiaru oraz absorpcji promieniowania w próbce. Metoda ta przewiduje następującą zależność wyznaczonej eksperymentalnie stałej sieci od kąta θ :

$$a = a_0 + K \frac{\cos^2 \theta}{\sin \theta} a_0$$

Gdzie a_0 jest wartością stałej sieci nieobciążoną błędami systematycznymi. Wykreślono zależność (rys. 5.) dla przedziału gdzie powyższa funkcja ma charakter liniowy (tj. $2\theta > 60^\circ$). Zgodnie z powyższym wzorem, szukana stała sieci jest wyrazem wolnym funkcji liniowej dopasowanej do tego wykresu.

Końcowa wartość stałej sieci wynosi $a_0 = 5,64097(73)\text{Å}$, podczas gdy wartość literaturowa to $a_0 = 5,640(1)\text{Å}$ [4].

Bibliografia:

1. <https://www.amazon.com/AllGreen-Sodium-Chloride-Crystal-Mallet/dp/B07BT8CTLL>, dostęp: 30.04.2019.
2. https://www.researchgate.net/figure/12-Configuration-Bragg-Brentano_fig10_279832731, dostęp: 30.04.2019.
3. Z. Bojarski, E. Łagiewka, Materiały do Ćwiczeń z rentgenowskiej analizy strukturalnej.
4. W. T. Barrett, W. E. Wallace, Studies of NaCl - KCl Solid Solutions, J. Am. Chem. Soc. 76 (1954), str. 366-369.
5. Tio: <https://www.videoblocks.com>