

Wydział Fizyki,

Astronomii

i Informatyki

Stosowanej

II Pracownia Fizyczna

# XXIII Studencka Sesja Plakatowa

31.05-04.06.2021

plakat nr

# Badanie substancji krystalicznych metodą dyfrakcji promieni X

#### Streszczenie

Przeprowadzone doświadczenie miało na celu zapoznanie się z podstawową metodą eksperymentalną fizyki ciała stałego, jaką jest dyfraktometria rentgenowska. Przy pomocy analizy dyfraktogramu jak i wyznaczeniu wskaźników Millera możliwe było określenie stałych sieci chlorku sodu oraz chlorku potasu. Eksperymentalna stała sieciowa chlorku sodu wyniosła  $a=(5,64051 \pm 0,00034)$  Å, natomiast chlorku potasu  $a=(6,29305 \pm 0,00023)$  Å. Wartości doświadczalne nie są równe w granicach niepewności do wartości referencyjnych

### Dyfraktometria rentgenowska (XRD)

Dyfraktometria rentgenowska jest techniką analityczną. W metodzie XRD powstają rejestracje obrazów dyfrakcyjnych promieni rentgenowskich, które powstają pod wpływem interakcji promieniowania z chmurami atomów. W metodzie tej można określić trójwymiarową mapę gęstości elektronowej w komórce elementarnej kryształu, aby ją wyznaczyć wykorzystujemy prawo Bragga, które przedstawia się następującym wzorem:

$$2d_{hkl}\sin\theta = n\lambda$$

gdzie  $d_{hkl}$  jest odległością międzypłaszyznową,  $\theta$  to kąt między promieniem padającym a płaszczyzną atomową, n jest rządem ugięcia.



Rysunek 1 Dyfrakcja promieni rentgenowskich na krysztale. Dwie fale padające odbijają się od dwóch płaszczyzn kryształu. Różnica długości optycznych jest zaznaczona linią przerywaną. Źródło: [4]

## Opis eksperymentu

Substancję chlorku sodu roztarto w moździerzu na drobny proszek. Proszek zrobiono w celu utworzenia się krystalitów. Proszek umieszczono w kuwecie pomiarowej i sprasowano na gładką powierzchnię. Kuwetę umieszczono w uchwycie goniometru dyfraktometru. W przypadkach, gdy obecny był filtr niklowy oraz przy jego braku badano próbkę polikrystaliczną NaCl przy pomocy dyfraktometru rentgenowskiego pracującego w geometrii Bragga - Brentano. Filtr niklowy powodował wystarczające obniżenie ilości linii K $\beta$ , w związku z tym otrzymano piki, które pochodziły od przejść K $\alpha$ . W doświadczeniu otrzymano refleksy od dwóch długości fali dla lampy Cu. Źródła miedziane emitowały promieniowanie rentgenowskie o długościach fali  $\lambda 1 = 1,54059803$  Å oraz  $\lambda 2 = 1,54442596$  Å. Udział K $\alpha 1$  był dwukrotnie wyższy niż K $\alpha 2$ , dzięki temu można było określić, gdzie jest połowa większego piku. Do analizy dalszych pomiarów posłużono się więc wartością  $\lambda 1$ .

(1)

# Wyniki

10<sup>4</sup>

Liczba zliczeń

Korzystając z programu WinPLOTR wykonano rysunek 2 oraz rysunek 3. Rysunki przedstawiają porównanie dyfraktogramu NaCl w przypadkach, gdy obecny był filtr niklowy oraz jego braku. Wykonano wykres zależności stałej sieciowej od kwadratu cosinusa kąta, pod którym były maksima.





Karolina Sanocka

opiekun:

jest to tzw. sieć fcc.

dr Paweł Dąbczyńsk



Dokonano analizy refleksów dyfraktogramu, określając precyzyjne wartości kątów dla widzialnych pików. Poniższy rysunek 3 ukazuje maksimum jednego z pików.



Aby wyznaczyć wskaźniki Millera przyjęto hipotezę, że układ był regularny:

Eksperymentalna stała sieciowa wyniosła:  $a = (5,64051 \pm 0,00034) \text{ Å}$ .

Podczas eksperymentu wyznaczono również strukturę krystaliczną KCl oraz mieszaninę NaCl i KCl.



Eksperymentalna stała sieciowa wyniosła:  $a = (6,29305 \pm 0,00023) \text{ Å}$ 

Porównano SALVITĘ, która jest mieszaniną NaCl(0,75) i KCl(0,25) z dyfraktogramem NaCl, KCl.



$$\frac{1}{kl} = \frac{(h^2 + k^2 + l^2)}{a^2}$$

Z połączenia równania kwadratowego (odległość międzypłaszczyznowa w funkcji wskaźników Millera i parametrów komórki elementarnej ) oraz równania Bragga (1) otrzymano zmodyfikowane równanie kwadratowe:

$$(\sin \theta_i)^2 = \frac{\lambda^2 (h^2 + k^2 + l^2)}{4a^2}$$
(3)

Wartości kątów  $(\sin \theta_i)^2$   $(i = 1, 2 \dots 11)$  różnią się tylko  $(h^2+k^2+l^2)$ .

Wartość długości fali jest stała dla każdego z kątów i wynosi  $\lambda$ = 1,54059803 Å, oraz słuszność hipotezy zakłada, że we wszystkich kierunkach w komórce elementarnej sześciennej *a* jest stałe.

Dla każdego z kątów  $\theta_i$  wyliczono następujący iloraz:

$$M\frac{(\sin\theta_i)^2}{(\sin\theta_1)^2} = M\frac{N_i}{N_1} \tag{4}$$

Metodą rekurencyjną znaleziono mnożnik, który dla każdego i oddał (h<sup>2</sup>+k<sup>2</sup>+l<sup>2</sup>) zgodny z regułą wygaszeń sieci fcc co dowodzi hipotezę.

Stosując w równaniu mnożnik, znaleziono takie wartości wskaźników hkl, które naturalnie odtworzyły regułę wygaszeń do sieci. W sieci fcc, wskaźniki hkl muszą mieć wartości wszystkie parzyste lub wszystkie nieparzyste. W sieci fcc, parametr M nie może być równy 1, ponieważ jest wygaszany. Parametr M w takiej sieci ma najmniejszą wartość równą 3.

Następnie korzystając z Tablicy 2, która znajduje się na stronach 6-8 w źródle [5] przyporządkowano wskaźniki hkl.

Aby obliczyć stałą sieciową skorzystano ze wzoru:

$$a = \frac{\lambda * \sqrt{(h^2 + k^2 + l^2)}}{2 * sin\theta}$$

gdzie, λ długość fali, hkl wskaźniki Millera.

Rysunek 7 przedstawia porównanie dyfraktogramu NaCl, KCl oraz mieszaninę KCl i NaCl.

#### Podsumowanie i wnioski

Przy pomocy analizy dyfraktogramu jak i wyznaczeniu wskaźników Millera możliwe było określenie stałej sieci. Eksperymentalna stała sieciowa chlorku sodu wyniosła a= $(5,64051 \pm 0,00034)$  Å, natomiast chlorku potasu a= $(6,29305 \pm 0,00023)$  Å. Wartości doświadczalne nie są równe w granicach niepewności do wartości referencyjnych, które wynoszą dla chlorku sodu a = 5,6405 Å, i chlorku potasu a = 6,2776 Å. Wartości referencyjne stałej sieci znaleziono przy pomocy źródła [6].

Długość stałej sieciowej zależy m.in. od temperatury. Różnica wynika z tego, iż warunki w czasie dokonywania pomiarów nie były dokładnie takie same jak warunki zawarte w wartościach referencyjnych. Rysunek 7 przedstawiający porównanie dyfraktogramu NaCl, KCl oraz mieszaninę KCl, ukazuje że dyfraktogram mieszaniny jest sumą dyfraktogramów pomiaru dla NaCl oraz KCl.

#### Bibliegrafia

(2)

(5)

[1] http://www.2pf.if.uj.edu.pl/
[2] https://pl.wikipedia.org/wiki/Rentgenografia\_strukturalna
[3] https://pracownik.kul.pl/files/10722/public/Met\_X-ray.pdf
[4] https://cnx.org/contents/u2KTPvIK@7.4:NKz3qbFO@4/4-6-Dyfrakcja-rentgenowska
[5] http://www.krystalografia.us.edu.pl/mag/mag11.pdf
[6] http://rruff.geo.arizona.edu/AMS/amcsd.php