

ZADANIE RTG1

WYZNACZANIE STAŁEJ SIECI KRYSZTAŁU LiF METODĄ DYFRAKCJI RENTGENOWSKIEJ

Wytyczne do ćwiczenia

Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest zapoznanie się z metodą pomiaru dyfrakcji rentgenowskiej za pomocą prostego dyfraktometru rentgenowskiego oraz wyznaczenie stałej sieci kryształu LiF.

Masz do dyspozycji

- dyfraktometr firmy LEYBOLD;
- komputer wraz z programem sterującym pracą dyfraktometru;
- kryształ LiF;
- ekran fluorescencyjny.

Obowiązkowe zadanie domowe przed przystąpieniem do ćwiczenia:

oblicz odległość międzypłaszczyznową d_{002} dla kryształu LiF. Przyjmij, że stała sieci wynosi $4,027 \text{ \AA}$ i skorzystaj ze wzoru (1). Następnie oblicz z prawa Bragga $2\theta_B$ dla płaszczyzn 002 (tzw. refleksu 002) dla promieniowania Cu $K_{\alpha 1}$ (we wzorze (2) przyjmij $n = 1$).

Wykonanie ćwiczenia:

- zapoznaj się z budową i obsługą dyfraktometru.
- zanotuj jaka lampa (z jaką anodą) jest zainstalowana w dyfraktometrze.
- zapoznaj się z obsługą programu sterującego *X-ray Apparatus*.
- Wykonaj kalibrację skali kątowej określającej położenie detektora (tzw. 2θ), następnie wykonaj pomiar natężenia wiązki padającej w funkcji kąta detektora (tzw. skan 2θ) i zapisz pomiar do pliku.
- Zaobserwuj na ekranie fluorescencyjnym obraz wiązki padającej.
- Zamontuj próbkę na stoliku pomiarowym.
- Ustaw próbkę i detektor pod kątami odpowiadającymi dyfrakcji na płaszczyźnie (002).
- Oblicz kąt *offset* i przeprowadź procedurę jego „zerowania”.
- Usuń wszystkie dane pomiarowe w programie *X-ray Apparatus* (klawisz *F4*).
- Wykonaj pomiar natężenia wiązki ugiętej w trybie tzw. skanu $\omega/2\theta$ refleksu 002 dla badanego kryształu LiF.
- Zapisz dane pomiarowe do pliku.

Literatura

- Z. Bojarski, E. Łągiewka, *Rentgenowska analiza strukturalna*, Wydawnictwo Uniwersytetu Śląskiego, Katowice, 1995;
- B.D. Cullity, *Podstawy dyfrakcji promieni rentgenowskich*, PWN, Warszawa, 1964.

ZADANIE RTG1

WYZNACZANIE STAŁEJ SIECI KRYSZTAŁU LiF METODĄ DYFRAKCJI RENTGENOWSKIEJ

Instrukcja

Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest zapoznanie się z metodą pomiaru dyfrakcji rentgenowskiej za pomocą prostego dyfraktometru rentgenowskiego oraz wyznaczenie stałej sieci kryształu LiF.

Wprowadzenie - promieniowanie rentgenowskie

Promieniowanie rentgenowskie jest falą elektromagnetyczną o długościach fal od 5 pm do 10 nm. Po raz pierwszy zostało zaobserwowane przez W. Roentgena w 1895 roku. W 1901 roku przyznano mu za to pierwszą w historii Nagrodę Nobla w dziedzinie fizyki. Podstawowym i obecnie powszechnie stosowanym urządzeniem do otrzymywania promieniowania rentgenowskiego jest lampa rentgenowska. Składa się ona z dwóch elektrod: katody z drutu wolframowego oraz anody wykonanej z wybranego metalu. Rozgrzana katoda jest źródłem elektronów (proces termoemisji), które po przyspieszeniu w polu elektrycznym bombardują anodę. W efekcie bombardowania mogą powstać dwa rodzaje promieniowania rentgenowskiego: promieniowanie ciągłe oraz charakterystyczne.

Promieniowanie ciągłe (zwane historycznie również promieniowaniem hamowania) powstaje w wyniku częściowego lub całkowitego wyhamowania elektronu zderzającego się z atomami metalu anody. W wyniku takich zderzeń część energii elektronu jest wypromieniowana w postaci fotonu. W skrajnych przypadkach elektron może zostać całkowicie wyhamowany, co skutkuje wypromieniowaniem fotonu o maksymalnej dostępnej energii, której odpowiada długość fali stanowiąca krótkofalową granicę otrzymywanego promieniowania rentgenowskiego i wynosi:

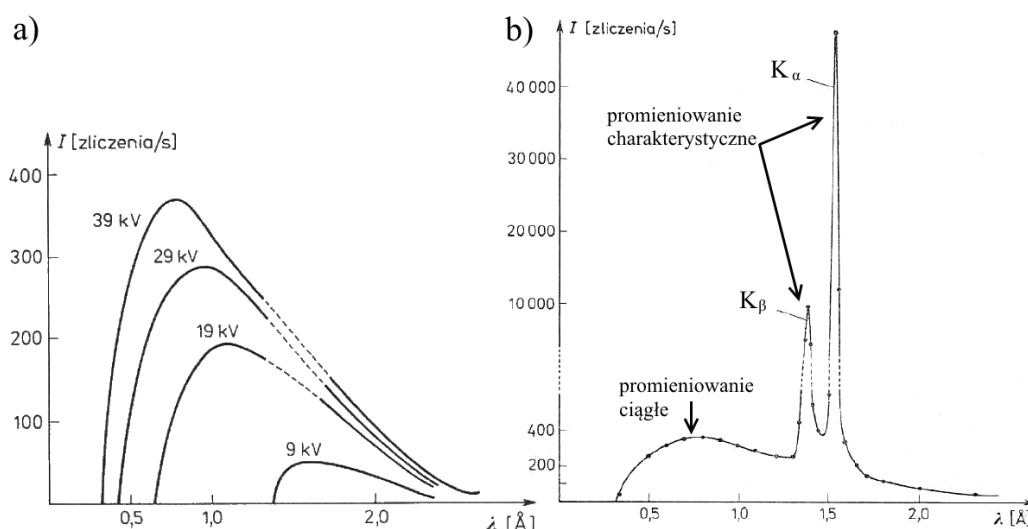
$$\lambda_{min} = \frac{hc}{eV} = \frac{12,39}{V} \text{ \AA} ,$$

gdzie: λ_{min} – minimalna długość fali widma ciągłego, h – stała Plancka, e – ładunek elektronu, c – prędkość światła, V – różnica potencjałów wyrażona w kilowoltach, \AA (Angstrom) – jednostka długości równa 10^{-10} m.

Typowe widma promieniowania rentgenowskiego w zależności od napięcia pomiędzy anodą, a katodą przedstawia rys. 1a.

Drugą składową widma promieniowania rentgenowskiego otrzymywanego przy użyciu lampy rentgenowskiej jest tak zwane **promieniowanie charakterystyczne** (rys. 1b). Powstaje ono, gdy rozpędzony elektron wybija jeden z elektronów z dolnych powłok elektronowych (najczęściej K lub L) atomu anody, a następnie na powstałe w ten sposób wolne miejsce przechodzi inny elektron z wyższego poziomu energetycznego. W efekcie tego przejścia zostaje wypromieniowany foton o energii równej różnicy energii dolnego i górnego poziomu energetycznego. Wartości tych energii zależą od liczby atomowej metalu, dlatego też długości

otrzymywanych linii emisyjnych są charakterystyczne dla każdego pierwiastka i nie zależą od wartości użytego napięcia przyspieszającego.



Rys. 1. a) Rozkład natężeń promieniowania ciągłego w funkcji długości fali dla różnych napięć przyspieszających, anoda Cu (linia przerywana odpowiada zakresowi promieniowania charakterystycznego). b) Widmo ciągłe i charakterystyczne promieniowania rentgenowskiego lampy z anodą Cu przy napięciu 39 kV.¹

Najczęściej stosowanymi materiałami do wykonania anody są metale takie jak: miedź, molibden, kobalt, chrom lub żelazo. Wybór rodzaju anody jest uzależniony od potrzeb danego eksperymentu i badanego materiału. Najbardziej intensywny jest dublet linii K_{α} , który składa się z bardzo silnej linii $K_{\alpha 1}$, oraz dwa razy słabszej $K_{\alpha 2}$. Często w doświadczeniach na otrzymywanych krzywych dyfrakcyjnych może być trudne rozróżnienie maksimum pochodzących od linii $K_{\alpha 1}$ i $K_{\alpha 2}$ (tak jak np. na rys. 1b). Dzieje się tak w przypadku pomiarów dla małych kątów albo gdy szerokości połówkowe mierzonych krzywych (FWHM, z ang. *Full Width at Half Maximum*) są duże. Dlatego też często używa się średniej ważonej długości fali K_{α} (w stosunku $K_{\alpha 1}$ do $K_{\alpha 2}$ 2:1). W poniższej podanej tabeli 1 zostały przedstawione długości fal linii charakterystycznych najczęściej używanych w dyfrakcji rentgenowskiej do badania półprzewodników.

Jednymi z najprostszymi i powszechnie stosowanymi urządzeniami do detekcji promieniowania rentgenowskiego są tzw. detektory gazowe (jonizacyjne). Zazwyczaj zbudowane są z cylindrycznej obudowy (spełnia funkcję katody) oraz centralnie umieszczonego drutu (anoda). Wnętrze wypełnione jest gazem (zazwyczaj argon z domieszką innego gazu). Pod wpływem wpadającego promieniowania rentgenowskiego część gazu ulega jonizacji. Powstałe w ten sposób swobodne elektrony zostają przyspieszone w polu elektrycznym wytworzonym między anodą i katodą. Jeśli przyłożone napięcie jest dostatecznie duże to elektrony poprzez kolejne zderzenia z atomami gazu mogą wywołać lawinową jonizację (tzw. wzmocnienie gazowe) czego efekt jest rejestrowany w postaci sygnału prądowego. W zależności od wartości przyłożonego napięcia polaryzującego rozróżniamy kolejno: komory jonizacyjne, liczniki proporcjonalne oraz **liczniki Geigera-Müllera**. W tym ostatnim liczniku pochłonięcie kwantu

¹ Rysunki z książki: P. Luger, *Rentgenografia strukturalna monokryształów*, PWN, Warszawa, 1989.

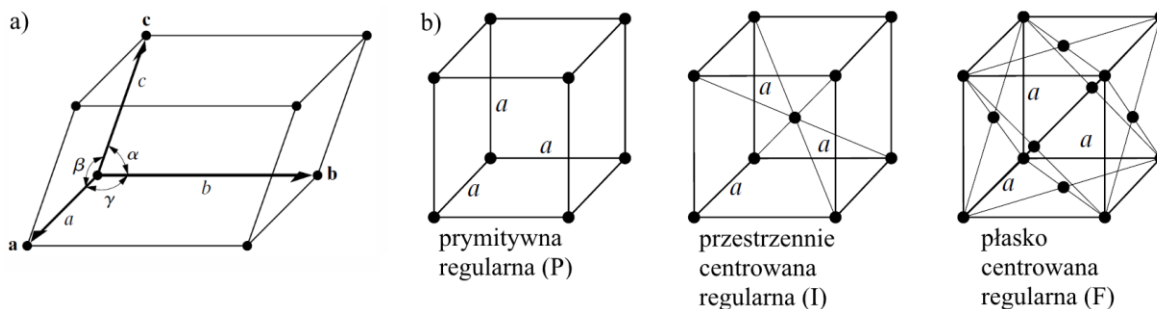
promieniowania rentgenowskiego może zająć w dowolnym punkcie detektora, w związku z czym charakteryzuje się on bardzo dużym współczynnikiem wzmocnienia gazowego. Z drugiej strony jest niezdolny do rejestracji bardzo dużych natężeń promieniowania.

Tabela 1. Długości fal linii emisyjnych najczęściej używanych w dyfrakcji rentgenowskiej.²

Pierwiastek (anoda)	Linia	Długość fali λ [Å]
Cu	$K_{\alpha 1}$	1,54056
Cu	$K_{\alpha 2}$	1,54439
Cu	K_{α} (średnia)	1,54184
Cu	$K_{\beta 1}$	1,39222
Mo	$K_{\alpha 1}$	0,70930
Mo	$K_{\alpha 2}$	0,71359
Mo	K_{α} (średnia)	0,71073
Mo	$K_{\beta 1}$	0,63229

Wprowadzenie – budowa krystaliczna

Większość ciał stałych posiada budowę krystaliczną, tzn. ułożenie atomów tworzących kryształ wykazuje symetrię oraz uporządkowanie dalekiego zasięgu. Aby móc łatwo opisać taką sieć krystaliczną wprowadza się pojęcie **komórki elementarnej**, która jest najmniejszą, powtarzalną częścią struktury kryształu. W ogólności komórka elementarna jest równoległościanem opartym na trzech wektorach a , b i c wyprowadzonych z jednego narożnika nachylonych do siebie pod kątami α , β , i γ (rys. 2a). Długości poszczególnych wektorów nazywane są **stałymi sieci**, albo parametrami sieci komórki elementarnej. Zbiór jednakowych komórek elementarnych ułożonych w przestrzeni trójwymiarowej w sposób periodyczny nazywamy siecią przestrzenną (układem krystalograficznym). Wyróżniamy sześć takich układów: trójskośny, jednoskośny, rombowy, tetragonalny, heksagonalny oraz regularny. Dodatkowo komórka elementarna może być uzupełniona (centrowana) na jeden z czterech sposobów: P – centrowanie prymitywne; C – centrowanie na podstawach; F – centrowanie na wszystkich ścianach; I – centrowanie przestrzenne. Łącznie daje to czternaście tzw. sieci Bravais’go [4]. Najprostszym przykładem układu krystalograficznego jest **układ regularny** (potocznie zwany kubicznym), w którym wszystkie wektory sieciowe są do siebie prostopadłe i równe co do długości. Powiązane z nim są trzy typy sieci Bravais’go: P , I oraz F (rys 2b).



Rys. 2. a) Komórka elementarna. b) Trzy typy sieci Bravais’go dla układu regularnego.³

² Dane pochodzą z bazy danych programu X'Pert Data Collector PANalytical - wersja 2.2j.

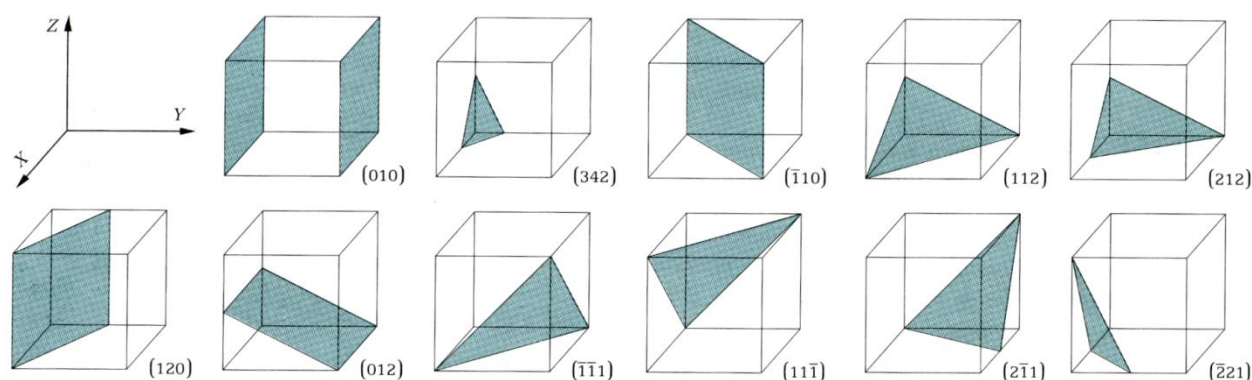
³ Rysunki z książki: B.D. Cullity, *Podstawy dyfrakcji promieni rentgenowskich*, PWN, Warszawa, 1964.

Ważnym pojęciem są płaszczyzny sieciowe, które można opisać przez trzy **wskaźniki Millera** h, k, l zapisywane w okrągłych nawiasach (rys. 3). Wskaźniki Millera płaszczyzny (hkl) otrzymuje się z przecięcia osi kryształu w pewnych punktach, które odcinają odcinki o pewnej długości. Stosunki stałych sieciowych do długości tych odcinków pomnożone przez odpowiednio dobraną stałą dają wskaźniki Millera tej płaszczyzny.

Jeśli płaszczyzna jest równoległa do danej osi krystalograficznej, wówczas jej wskaźnik wynosi 0, np. płaszczyzna (100) jest równoległa do osi Y i Z . Każda płaszczyzna sieciowa powtarza się w przestrzeni w sposób periodyczny, z okresem równym **odległości międzypłaszczyznowej** d_{hkl} . Wartość d_{hkl} zależy od układu krystalograficznego do którego należy komórka elementarna oraz od stałych sieciowych. Dla układu regularnego wartość d_{hkl} można obliczyć z wyrażenia:

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2}. \quad (1)$$

Im wyższe są wartości wskaźników h, k, l tym kolejne płaszczyzny sieciowe znajdują się bliżej siebie, np. płaszczyzny (002) są ułożone dwa razy gęściej niż płaszczyzny (001).



Rys 3. Przykładowe płaszczyzny sieciowe wraz z ich wskaźnikami Millera.⁴

Wprowadzenie – dyfrakcja promieniowania rentgenowskiego (prawo Bragga)

Promieniowanie rentgenowskie padając na sieć krystaliczną jest rozpraszane przez periodycznie ułożone atomy. Ponieważ typowe odległości międzyatomowe w sieci krystalicznej ciał stałych są tego samego rzędu co długość fali promieniowania rentgenowskiego (kilka – kilkanaście angströmów), możliwe jest wystąpienie zjawiska dyfrakcji promieni rentgenowskich. Konstruktywna interferencja promieni rozproszonych jest możliwa wtedy, gdy różnica dróg optycznych fal ugiętych na kolejnych płaszczyznach sieciowych jest równa całkowitej wielokrotności długości fali padającej λ (rys. 4). Dla danej sieci płaszczyzn odległych o d_{hkl} i padającego promieniowa λ dyfrakcja nastąpi tylko gdy promieniowanie będzie padać po kątem θ_B (kątem Bragga), który można wyznaczyć z **prawa Bragga**:

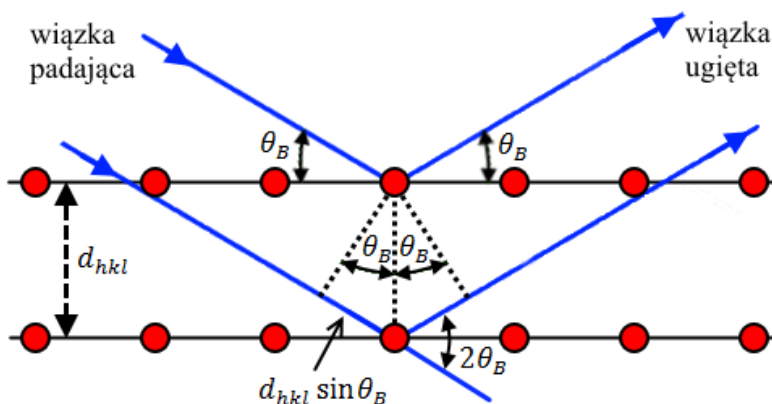
$$n\lambda = 2d_{hkl}\sin\theta_B, \quad (2)$$

⁴ Rysunek z książki: Z. Trzaska Durski, H. Trzaska Durska, *Podstawy krystalografii*, Oficyna Wydawnicza Politechniki Wrocławskiej, Warszawa, 2003.

gdzie: n – rząd dyfrakcji, λ – długość fali padającej na kryształ, d_{hkl} – odległość międzypłaszczyznowa dla płaszczyzn sieciowych o wskaźnikach Millera hkl , θ_B – kąt Bragga.

Mierząc doświadczalnie kąt ugięcia (mierzony względem wiązki pierwotnej) i znając długość fali padającej λ można w bardzo łatwy sposób korzystając ze wzoru (2) wyznaczyć d_{hkl} , a co za tym idzie również stałe sieciowe badanego kryształu.

Oczywiście można powyższy problem odwrócić, tzn. zadać pytanie: jaki będzie kąt ugięcia ($2\theta_B$) dla tzw. refleksu hkl (czyli dla odbicia od płaszczyzn (hkl)) dla promieniowania o długości fali λ padającego na kryształ o znanych stałych sieci. Dla przykładu jeśli interesuje nas wartość kąta $2\theta_B$ refleksu 111 dla kryształu krzemu o stałej sieci $a = 5,43 \text{ \AA}$ (układ regularny) i padającego promieniowania o długości fali $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$ (Cu $K_{\alpha 1}$) należy najpierw korzystając ze wzoru (1) obliczyć wartości d_{111} . Następnie tak otrzymane d_{111} wstawiamy do wzoru (2), z którego ostatecznie wyznaczamy wartość $2\theta_B = 28,45^\circ$ (dla $n = 1$).



Rys. 4. Schematyczne przedstawienie dyfrakcji promieniowania rentgenowskiego na sieci krystalicznej o odległościach międzypłaszczyznowych d_{hkl} (prawo Bragga).

Prawo Bragga możemy teoretycznie wykorzystać dla każdego refleksu, jednak nie wszystkie refleksy dla określonej struktury krystalicznej będą miały niezerowe natężenie (tzn. będą dozwolone). To, jakie natężenie będzie mieć dany refleks zależy w pierwszym przybliżeniu od czynnika struktury F_{hkl} , który w ogólności jest liczbą zespoloną o module zdefiniowanym jako stosunek amplitud:

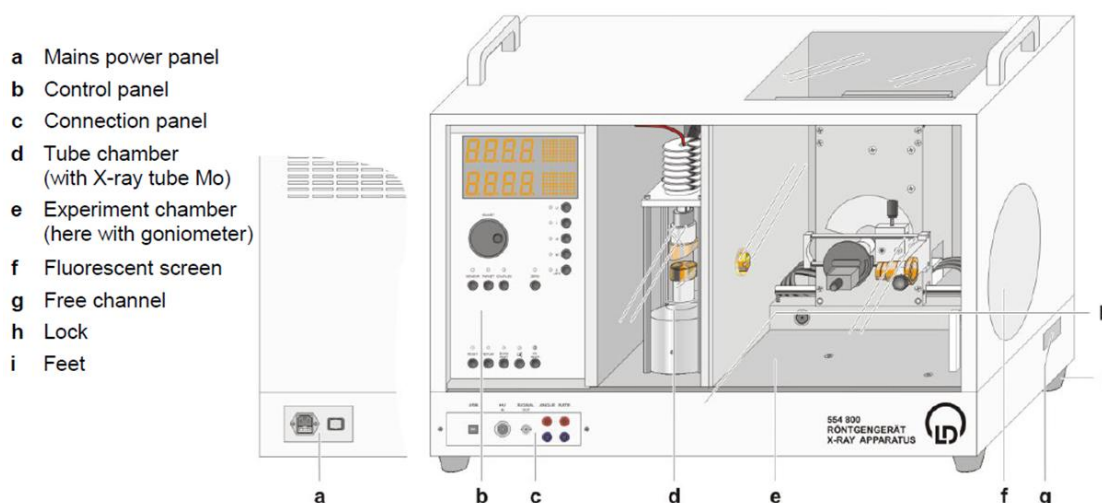
$$|F| = \frac{\text{amplituda fali rozproszonej przez wszystkie atomy komórki elementarnej}}{\text{amplituda fali rozproszonej przez jeden atom}}$$

Natężenie refleksu będzie bardzo silnie zależeć od typu sieci Bravais'go, do którego należy badany kryształ oraz od rozmieszczenia poszczególnych atomów w strukturze kryształu. I tak np. refleks 200 w przypadku kryształu NaCl jest najbardziej intensywny, ale już w przypadku krzemu jego natężenie wynosi zero (tzw. refleks zabroniony).

Podsumowując, aby zaobserwować dyfrakcję rentgenowską musi być jednocześnie spełniony szereg warunków: badany materiał musi posiadać strukturę krystaliczną, promieniowanie rentgenowskie musi padać na płaszczyzny sieciowe pod kątem zgodnym z prawem Bragga, detektor musi być ustawiony w pozycji promieni ugiętych na kryształach ($2\theta_B$) oraz wybrany refleks musi mieć niezerowy czynnik struktury.

Układ pomiarowy – obsługa dyfraktometru.

Do pomiaru dyfrakcji rentgenowskiej posłuży dyfraktometr LEYBOLD, którego schemat został przedstawiony na rys. 5. W dyfraktometrze można wyróżnić trzy podstawowe elementy składowe: komora lampy rentgenowskiej (d), komora eksperymentalna (e) i panel sterujący (b). Dyfraktometr wyposażony jest w lampę rentgenowską o anodzie miedzianej. Lampa podczas pracy wydziela bardzo dużo ciepła, dlatego komora w której się znajduje jest ciągle chłodzona powietrzem. W bocznej ścianie komory eksperymentalnej umieszczona została szczelina formująca wiązki. Taka wiązka pada na stolik pomiarowy, na którym umieszcza się próbkę. Dalej znajduje się ramię detektora, na którym jest zamocowany licznik Geigera-Müllera.



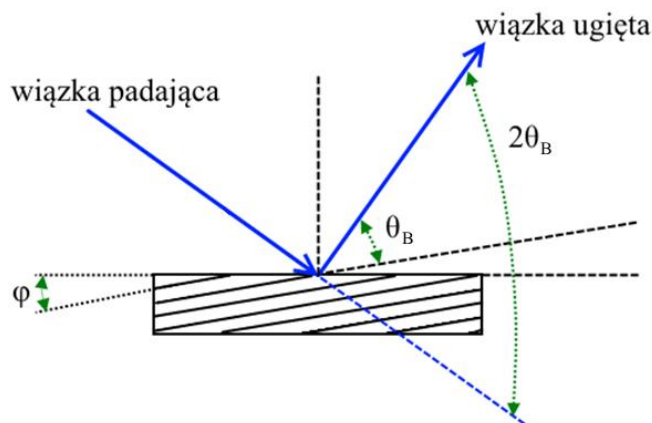
Rys. 5. Schemat budowy dyfraktometru LEYBOLD.⁵

W pomiarze dyfrakcji rentgenowskiej bardzo ważną rolę odgrywa geometria pomiarowa i związane z nią kąty (rys 6.):

- **kąt 2θ** – kątowa pozycja detektora. Kątowa pozycja maksimum wiązki pierwotnej (wiązki padającej) powinna odpowiadać wartości $2\theta = 0^\circ$. Jeśli kryształ jest ustawiony w warunkach dyfrakcji dla danego refleksu to $2\theta = 2\theta_B$ (wartość θ_B zależy od wybranego refleksu) i wtedy oczywiście kąt 2θ jest zawarty między wiązką padającą i ugiętą. W przypadku dyfraktometru LEYBOLD oraz programu *X-ray Apparatus* po wyborze trybu *SENSOR* wartość kąta 2θ jest wyświetlana w okienku oznaczonym β .
- **kąt padania ω** – kątowa pozycja stolika pomiarowego. W przypadku dyfraktometru LEYBOLD oraz programu *X-ray Apparatus* wartość kąta ω jest wyświetlana w okienku oznaczonym β po wyborze trybu *TARGET* albo *Coupled*.
- **offset** – wyrażony wzorem: $offset = \omega - \theta$, gdzie θ jest połową kąta 2θ . *offset* ma sens poprawki kątowej, w której zawierają się poprawki związane zarówno

⁵ Rysunek z instrukcji do dyfraktometru LEYBOLD, *Instruction sheet 554 800*.

z odchyleniem o kąt φ płaszczyzn sieciowych od fizycznej powierzchni kryształu (np. krzywo wycięta próbka), jak również wszelkie niedokładności wynikające np. z montażu próbki (nierówna powierzchnia stolika pomiarowego). *offset* może przyjmować wartości dodatnie jak i ujemne w zależności od danej sytuacji geometrycznej.



Rys. 6. Schematyczne przedstawienie kątów wykorzystywanych w opisie pomiaru dyfrakcji rentgenowskiej.

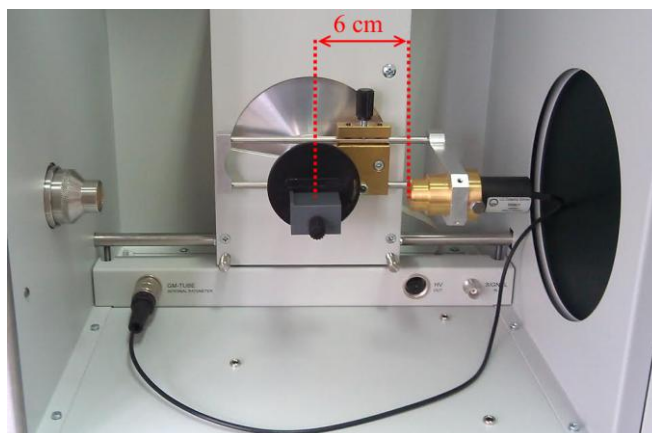
Aby ustawić badany kryształ w pozycji dyfrakcji, a następnie dokonać rejestracji natężenia wiązki ugiętej wykorzystuje się trzy podstawowe tryby pracy (skany):

- tzw. **skan ω** – rejestracja natężenia wiązki ugiętej na próbce w funkcji kąta ω (obrót próbki), przy zachowaniu stałej wartości kąta detektora 2θ (ustalona pozycja detektora). Wartość kąta 2θ zazwyczaj jest dobierana tak aby odpowiadała wartości podwojonego kąta Bragga mierzonego refleksu. Skan ω pozwala rejestrować natężenie promieniowania ugiętego na płaszczyznach sieciowych o identycznych odległościach międzypłaszczyznowych, ale o różnej orientacji. W programie sterującym skan ω oznaczony jest jako *Target*.
- tzw. **skan 2θ** – rejestracja natężenia wiązki ugiętej na próbce w funkcji kąta detektora 2θ (obrót detektora), przy zachowaniu stałej wartości kąta ω (pozycja próbki pozostaje bez zmian). Kąt ω jest dobierany tak aby próbka znajdowała się w położeniu spełniającym warunek Bragga. Skan 2θ pozwala na pomiar natężenia promieniowania ugiętego na płaszczyznach tak samo zorientowanych względem wiązki padającej, ale o różnych odległościach międzypłaszczyznowych. Najczęściej jest on wykorzystywany w procedurze ustawiania detektora w pozycji spełniającej warunek Bragga dla badanej próbki. W programie sterującym oznaczony jest jako *Sensor*.
- tzw. **skan $\omega/2\theta$** – rejestracja natężenia wiązki ugiętej na próbce w funkcji kąta ω (obrót próbki), przy równoczesnej zmianie kąta detektora 2θ (obrót detektora). Przy czym zmiana pozycji kątowej detektora jest dwa razy większa niż zmiana pozycji kątowej próbki. Skan $\omega/2\theta$ pozwala mierzyć natężenie promieniowania ugiętego na płaszczyznach tak samo zorientowanych, ale o różnych odległościach międzypłaszczyznowych. W przypadku promieniowania pochodzącego z lampy rentgenowskiej może być obserwowana dyfrakcja na tych samych płaszczyznach

sieciowych ale pochodzącą od różnych długości fali. W programie sterującym skan $\omega/2\theta$ oznaczony jest jako *Coupled*. W trybie *Coupled* w okienku oznaczonym β wyświetlana jest wartość kąta ω .

Wykonanie pomiaru

- Podłącz dyfraktometr do komputera sterującego.
- Włącz główne zasilanie dyfraktometru (włącznik z boku urządzenia).
- Uruchom program *X-ray Apparatus* na komputerze sterującym.
- Sprawdź odległość okienka detektora od osi obrotu (powinna wynosić około 6 cm, rys. 7).



Rys. 7. Komora eksperymentalna dyfraktometru LEYBOLD.

- Naciśnij RESET na panelu sterującym dyfraktometru i poczekaj na ustawienie się stolika i detektora.
- **Kalibracja skali 2θ** : zdemontuj stolik pomiarowy. W programie sterującym uruchom okno *Settings (F5)*, a następnie kolejno: kliknij *Crystal calibration*, zaznacz pole 0° (*without target table*), kliknij *Start search*. Gdy dyfraktometr zakończy procedurę kalibracji zera wiązki naciśnij *Adopt*.
- Ustaw dla lampy warunki 25 kV i 0,01 mA, a następnie **wykonaj pomiar natężenia wiązki padającej** w funkcji kąta 2θ (skan 2θ dla $2\theta = 0^\circ$) klikając tryb *Sensor* a następnie *Scan*. Zanotuj wybrane warunki pomiaru (zakres, krok oraz czas pomiaru) i zapisz pomiar do pliku. Pomiar nie powinien trwać dłużej niż 10 minut.
- Usuń wszystkie dane pomiarowe w programie *X-ray Apparatus* (klawisz *F4*).
- Zamontuj stolik pomiarowy.
- Zamontuj na stoliku ekran fluorescencyjny, a następnie osłony zaciemniające komorę próbki. Zaobserwuj ślad wiązki padającej dla kilku różnych wartości kąta ω ($\omega > 10^\circ$) przy parametrach lampy 35 kV, 1 mA i detektorze ustawionym około 30° od pozycji wiązki padającej.
- Zamontuj próbkę (kryształ LiF) po ściągnięciu ekranu fluorescencyjnego ze stolika. Próbkę należy montować bardzo delikatnie. Bardzo istotne jest, aby próbka leża płasko na stoliku pomiarowym i była dosunięta do jego krawędzi od strony wiązki padającej.
- **Wykorzystaj dane dla kąta $2\theta_B$** uzyskane w obowiązkowym zadaniu domowym dla kryształu LiF i ustaw detektor na pozycji $2\theta_B$ równej wartości otrzymanej

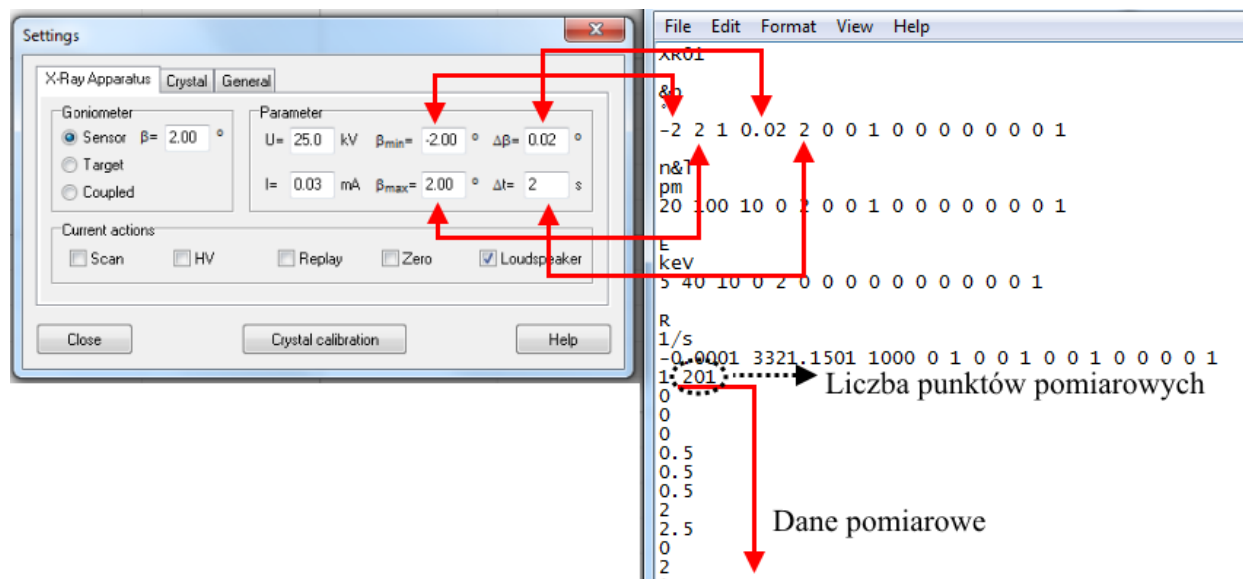
w obowiązkowym zadaniu domowym, a próbkę na pozycji $\omega = \theta_B$. Ustaw parametry lampy: 35 kV i 0,25 mA. Wykonaj skan ω (wybierz tryb *Target* i kliknij *Scan*) wokół przyjętej wartości (odchylenie nie więcej niż kilka stopni). Ustal położenie kątowe maksimum natężenia i ustaw próbkę w takiej pozycji (ką ω). Następnie w podobny sposób wykonaj skan 2θ , ustal położenie kątowe maksimum natężenia i ustaw w jego pozycji detektor (ką 2θ). W kolejnych krokach należy wykonywać na zmianę powyższe skany i za każdym razem ustawiać się w maksimum natężenia, aż do osiągnięcia maksymalnej wartości natężenia. Przy każdym pomiarze należy odpowiednio ustalić zakres pomiarowy, krok oraz czas pomiaru. Zacznij od dużego zakresu i dużej wartości kroku, a skończ na odpowiednio małym zakresie i najmniejszym możliwym kroku. Powyższa procedura powinna doprowadzić do ustawienia badanego kryształu LiF w warunkach dyfrakcji na płaszczyznach (002). Zanotuj uzyskane wartości ω i 2θ dla wartości maksymalnej natężenia.

- **Oblicz, jaką wartość ma *offset*** ($offset = \omega - \theta$). Pamiętaj, że *offset* może przyjmować wartości zarówno dodatnie jak i ujemne. W przypadku tego ćwiczenia wartość bezwzględna *offsetu* powinna być poniżej 1° . Jeśli wyszłaby powyżej 1° należy sprawdzić obliczenia. A jeśli wyjdzie powyżej 5° należy powiadomić o tym asystenta prowadzącego ćwiczenie i przeprowadzić procedurę pomiarową od samego początku (tj. od kalibracji skali 2θ).
- **Kalibracja skali ω** : ustaw detektor w pozycji $2\theta = 0^\circ$, a próbkę w pozycji $\omega = offset$ (nawet gdy wyszła liczba ujemna). Następnie **jednocześnie** naciśnij na panelu dyfraktometru kombinację trzech przycisków: *Target* + *Coupled* + *β Limits*. Jest to procedura zerowania *offsetu*, innymi słowy skala omega została przeskalowana tak aby była teraz spełniona zależność $2\omega = 2\theta$.
- Ustaw detektor w pozycji 2θ równej wartości odpowiadającej maksymalnemu natężeniu wiązki ugiętej (wartość otrzymana w procedurze ustawiania próbki w warunkach dyfrakcji na płaszczyznach (002)). Próbkę ustaw w pozycji $\omega = \theta$. Ustaw parametry lampy na 35 kV i 1 mA. Wykonaj szybki, testowy skan $\omega/2\theta$ w celu ustalenia zakresu pomiarowego.
- Usuń wszystkie dane pomiarowe w programie *X-ray Apparatus* (klawisz *F4*).
- **Wykonaj skan $\omega/2\theta$ (*Coupled*) refleksu 002**. Pomiar wykonaj z najlepszym możliwym krokiem ($0,01^\circ$). Czas pomiaru (na krok) dobierz tak aby pomiar skończył się przed końcem zajęć. **UWAGA:** przed uruchomieniem pomiaru koniecznie oblicz całkowity czas pomiaru przy zadanych parametrach (zakres, krok, czas). Parametry lampy ustaw na 35 kV i 1 mA.
- Zapisz dane pomiarowe do pliku. Zanotuj parametry pomiaru (zakres, krok oraz czas pomiaru).
- Zdejmij próbkę z uchwytu i schowaj ją do pudełka.
- Wyłącz dyfraktometr.

Analiza danych

Wykonaj wykres natężenia w funkcji kąta 2θ dla pomiaru wiązki pierwotnej. W tym celu użyj odpowiednich danych z pliku pomiarowego (rys. 8). Do otrzymanych danych pomiarowych

dopasuj funkcję Gaussa i określ kątową pozycję maksimum natężenia. Na podstawie otrzymanych danych zdecyduj czy skala kątowa 2θ była poprawnie skalibrowana.



Rys. 8. Struktura danych pomiarowych zapisanych do pliku o rozszerzeniu .xry.

Wykonaj wykres natężenia w funkcji kąta 2θ dla pomiaru $\omega/2\theta$ refleksu 002 krysztalu LiF. Pamiętaj, że dane pomiarowe w tym przypadku są wyrażone w skali ω . Do otrzymanych danych pomiarowych dopasuj funkcję Gaussa i określ pozycję kątową maksimum natężenia oraz szerokość połówkową krzywej. Otrzymana wartość pozycji maksimum będzie odpowiadała θ_B dla refleksu 002 LiF, a szerokość połówkową przyjmij jako błąd graniczny θ_B . Przyjrzyj się otrzymanemu wykresowi i zdecyduj jakiej długości fali odpowiada otrzymany sygnał. Zastanów się, czy widoczne są np. dwa maksima pochodzące od linii $K_{\alpha 1}$ i $K_{\alpha 2}$.

Dla wybranej długości fali oraz kąta θ_B oblicz z prawa Bragga wartość odległości międzyplaszczynowej d_{002} oraz jej niepewność. Następnie wyznacz stałą sieci badanego krysztalu wraz z jej niepewnością oraz przeprowadź test 3σ porównując otrzymaną wartość z wartością teoretyczną ($4,027 \text{ \AA}$).

Literatura uzupełniająca

- Z. Bojarski, E. Łągiewka, *Rentgenowska analiza strukturalna*, Wydawnictwo Uniwersytetu Śląskiego, Katowice, 1995;
- B.D. Cullity, *Podstawy dyfrakcji promieni rentgenowskich*, PWN, Warszawa, 1964.

Uwaga:

- Z dyfraktometrem należy obchodzić się delikatnie.
- Nie wolno zasłaniać otworów wentylacyjnych.

- Nie wolno szarpać za drzwiczki podczas pomiaru (zwłaszcza zabronione są wszelkie siłowe próby ich otwarcia). Aby móc otworzyć drzwiczki najpierw należy zakończyć pomiar/wyłączyć wysokie napięcie zasilające lampę.
- Absolutnie **nie wolno** próbować obracać ramieniem detektora lub stolikiem próbki ręką. Można to robić tylko przy użyciu panelu sterowania lub programu sterującego.
- **Absolutnie nie wolno** dotykać okienka licznika Geigera-Müllera.
- **Należy uważać na przewód wychodzący z licznika, żeby się nie zahaczał.**
- Błędne wykonanie procedury „zerowania offsetu” (wciśnięcie kombinacji *Target + Coupled + β Limits* przy położeniu detektora innym niż 0°) może skutkować zablokowaniem możliwości poprawnego ustawienia detektora. W takim przypadku należy wcisnąć przycisk *RESET* (znajdujący się na panelu sterującym) i rozpocząć procedurę pomiarową od samego początku (włącznie z ustawieniem zera detektora).
- Jeśli dyfraktometr uniemożliwia ustawienie zadanego napięcia i natężenia na lampie (np. nie można uruchomić pomiaru) należy sprawdzić czy drzwiczki zamykające obie komory (pomiarową oraz z lampą) są domknięte. Niedomknięcie drzwiczek jest sygnalizowane mruganiem wartości natężenia na wyświetlaczu dyfraktometru („0 c/s”).

Pytania i zadania przybliżające, uzupełniające lub poszerzające treść ćwiczenia

Problem 1. Stała sieci kryształu krzemu wynosi $a = 5,43 \text{ \AA}$ (układ regularny). Oblicz wartość kąta θ_B dla refleksów hkl : 002, 004 i 006, jeśli na kryształ pada promieniowanie Cu $K_{\alpha 1}$ (przyjmij $n = 1$). Pamiętaj, że $\theta_B < 90^\circ$ określ jaki najwyższy refleks typu 00 l można teoretycznie zmierzyć dla danego promieniowania. Innymi słowy określ wartość l_{max} .

Problem 2. Jak zmieni się wartość l_{max} z problemu 1 jeśli tym razem na kryształ pada promieniowanie Mo $K_{\alpha 1}$.

Problem 3. Stała sieci kryształu GaAs wynosi $a = 5,51 \text{ \AA}$ (układ regularny). Oblicz wartość kąta θ_B dla refleksu 111 jeśli na kryształ pada promieniowanie: a) Cu $K_{\alpha 1}$, b) Cu $K_{\alpha 2}$, c) Cu K_{α} . Oblicz różnicę w kątowych pozycjach maksimum dla poszczególnych długości fali i porównaj ją z wartością $0,01^\circ$ (najmniejszy możliwy krok pomiarowy dyfraktometru Leybold).

Problem 4. Wykonaj obliczenia problemu 3 dla refleksu 333. Następnie powtórz obliczenia przyjmując, że tym razem pada promieniowanie z lampy o anodzie Mo. Dla którego refleksu i której anody możliwa jest łatwiejsza obserwacja rozszczepienia maksimum (dubletu) natężenia na linii $K_{\alpha 1}$ i $K_{\alpha 2}$?