

Рентгеновское изучение гексагональных кристаллических структур / метод Дебая-Шерера



Физика

Современная физика

Природа рентгеновского излучения и его применение



Уровень сложности

тяжелый



Кол-во учеников

2



Время подготовки

45+ Минут



Время выполнения

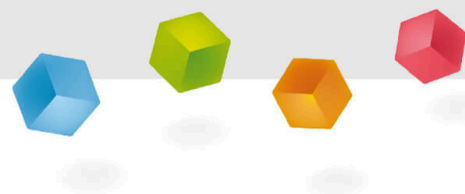
45+ Минут

This content can also be found online at:

<http://localhost:1337/c/61609cea6ddf0700030df043>

PHYWE

Общая информация



Описание

PHYWE



Экспериментальная установка

Большинство применений рентгеновских лучей основано на их способности проходить сквозь вещество. Поскольку эта способность зависит от плотности вещества, становится возможным получение изображений внутренних частей объектов и даже людей. Это находит широкое применение в таких областях, как медицина или безопасность.

Дополнительная информация (1/2)

PHYWE

Предварительные

знания



Предварительные знания, необходимые для этого эксперимента, приведены в разделе "Теория".

Принцип



Фольга из поликристаллического циркония облучается рентгеновскими лучами. Полученные в результате отражения Дебая-Шеррера фотографируются и затем оцениваются.

Дополнительная информация (2/2)

PHYWE



Обучение

цель



Задачи

Цель этого эксперимента - проанализировать кристаллическую структуру циркония.

1. Сфотографируйте концентрические окружности (рефлексы) Дебая-Шеррера от тонкой поликристаллической циркониевой фольги.
2. Присвойте кольца Дебая-Шеррера соответствующим плоскостям решетки.
3. Вычислите постоянные решетки циркония.
4. Определите количество атомов в элементарной ячейке.

Теория (1/4)

PHYWE

На атомах рентгеновские лучи рассеиваются электронами атомов. В результате рассеивающая способность атома, которая представлена атомным форм-фактором f (атомным фактором рассеяния), пропорциональна количеству электронов в этих атомах и, таким образом, также атомному номеру Z :

$$f \propto Z \quad (1)$$

Если атомы в твердом теле расположены периодическим образом, рентгеновские лучи могут конструктивно отражаться от плоскостей решетки. Если при этом выполняется условие Брэгга (2), то они интерферируют конструктивным образом:

$$2d \sin(\theta) = n\lambda \quad (2)$$

(d = межплоскостное расстояние; θ = угол наклона; λ = длина волны; $n = 1, 2, 3, \dots$)

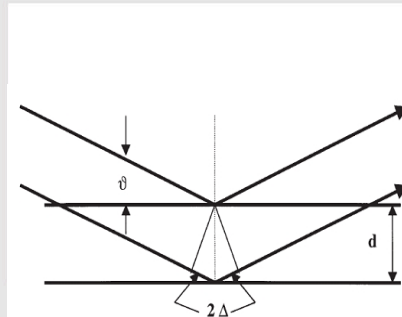


Рис. 1: Брэгговское рассеяние на паре плоскостей решетки

Теория (2/4)

PHYWE

Интенсивность I рассеянного излучения пропорциональна квадрату так называемого структурного фактора f . Последний получается суммированием парциальных волн, рассеянных на отдельных n -атомах, и их фаз. Если n -атомов в элементарной ячейке имеют координаты u_n, v_n, w_n , то для $F(h,k,l)$ с индексами Миллера h, k, l отражающей плоскости решетки справедливо следующее соотношение:

$$F(h, k, l) = \sum_n f_n \cdot \exp[-2\pi i(hu_n + kv_n + lw_n)] \quad (3)$$

Гексагональная элементарная ячейка имеет атомы с координатами (000) и $(\frac{1}{3}, \frac{2}{3}, \frac{1}{2})$. При таких координатах уравнение (3) приводит к следующим условиям для $|F|^2$:

$h + 2k \quad l$	$ F ^2$
$3n \quad \text{нечетное}$	0
$3n \quad \text{четное}$	$4f^2$
$3n \pm 1 \quad \text{нечетное}$	$3f^2$
$3n \pm 1 \quad \text{четное}$	f^2

Теория (3/4)

PHYWE

Поликристаллический образец состоит из множества кристаллитов с различной пространственной ориентацией. Когда моноэнергетические рентгеновские лучи падают на такой образец, всегда будут существовать некоторые кристаллиты, положение которых по отношению к первичному пучку удовлетворяет условию Брэгга. Следовательно, все отражения, принадлежащие определенному межплоскостному расстоянию, расположены на мантии конуса с углом θ (см. рис. 2). Таким образом, рентгеновская пленка, расположенная перпендикулярно оси конуса, будет записывать концентрические круги как отраженные изображения (кольца Дебая-Шеррера).

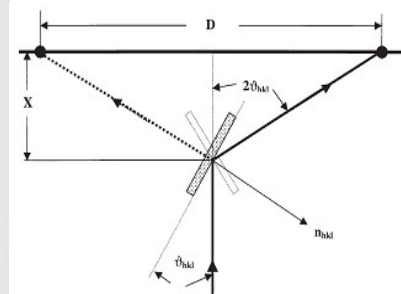


Рис. 2: Геометрия рассеяния фотограмм Дебая-Шеррера.

Теория (4/4)

PHYWE

Если диаметр отражающего кольца равен D , а x - расстояние между образцом и пленкой, то для угла скольжения θ получаются следующие результаты (см. рис. 2):

$$\theta = \frac{1}{2} \arctan\left(\frac{D}{2x}\right) \quad (4)$$

Межплоскостные расстояния $d_{h,k,l}$ в гексагональной решетке с постоянными решетки a и c вытекают из квадратной формы:

$$\frac{1}{d_{h,k,l}^2} = \frac{4}{3} \cdot \frac{h^2 + hk + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (5)$$

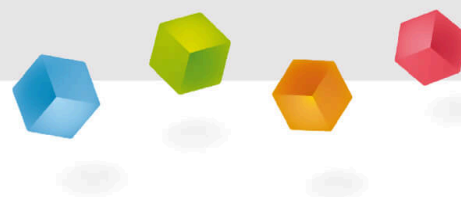
Используя (4) и (5) и $n = 1$, получаем из (2):

$$\sin^2(\theta_{hkl}) = \frac{\lambda^2}{3a^2} (h^2 + hk + k^2) + \frac{\lambda^2}{4c^2} l^2 \quad (6)$$

Оборудование

Позиция	Материал	Пункт No.	Количество
1	XR 4.0 X-ray Базовая рентгеновская установка, 35 кВ	09057-99	1
2	XR4 Съёмная рентгеновская трубка Plug-in Cu tube	09057-51	1
3	XR 4.0 Рентгеноструктурный анализ, расширение	09145-88	1

PHYWE



Подготовка и выполнение работы

Выполнение работы (1/3)

PHYWE

Перед началом эксперимента выньте гониометр из экспериментальной камеры. Затем вставьте трубку диафрагмы с фольгой из Zr ($d = 0,005$ мм) в выходное отверстие рентгеновского съемного блока. Поместите пленку в темноте в держатель пленки (см. рис. 3) и убедитесь, что держатель плотно закрыт. Закрепите держатель в держателе флуоресцентного экрана и расположите его на внутренней оптической скамье на расстоянии $x \approx 35$ мм от кристалла. Точное определение этого расстояния очень важно для последующей оценки. Плоскость пленки должна быть параллельна поверхности кристалла.

Рентгеновская трубка используется на максимальной мощности (анодное напряжение $U_A = 35$ кВ, анодный ток $I_A = 1$ мА). Время экспозиции 2,5 часа может быть установлено и активировано следующим образом:



Рис. 3: Положение пленки в держателе пленки

Выполнение работы (2/3)

PHYWE



Рис. 4



Рис. 5

- Выберите рабочие параметры трубки в разделе «Параметры рентгеновского излучения» и подтвердите их нажатием «Enter».
- В «Меню» выберите «Таймер» (рис. 4) → «Продолжительность». Установите желаемое время с помощью кнопок со стрелками. Подтвердите нажатием «Enter».
- Появится окно «Режим». Выберите «Вкл.» И подтвердите нажатием «Enter» (рис. 5).
- Чтобы начать эксперимент, закройте и заблокируйте раздвижную дверцу и нажмите кнопку «Старт» (рис. 6).



Рис 6

Выполнение работы (3/3)

PHYWE

Начинается облучение. Оно остановится автоматически по истечении заданного времени облучения. На дисплее можно наблюдать оставшееся время по часам, идущим в обратном направлении, и полосе дисплея.

Рентгеновские пленки должны быть проявлены в фотолаборатории в соответствии с инструкциями на упаковке. Затем пленки промывают в водяной бане перед фиксацией в течение примерно 10 минут. После этого пленки повторно промывают в течение 10 минут, а затем сушат на воздухе. Подробности использования рентгеновской пленки см. в инструкции по применению.

PHYWE



Оценка

Задание 1

PHYWE

Сфотографируйте концентрические окружности – рефлексы Дебая-Шеррера от тонкой поликристаллической циркониевой фольги.

На рисунке 8 показана кольцевая картина Дебая-Шеррера для фольги Zr . Изменения в интенсивности отражений внутреннего кольца указывают на то, что кристаллиты в циркониевой фольге распределены не полностью анизотропно. Процесс прокатки при производстве фольги приводит к появлению так называемых текстур с определенным преимущественным направлением кристаллитов.

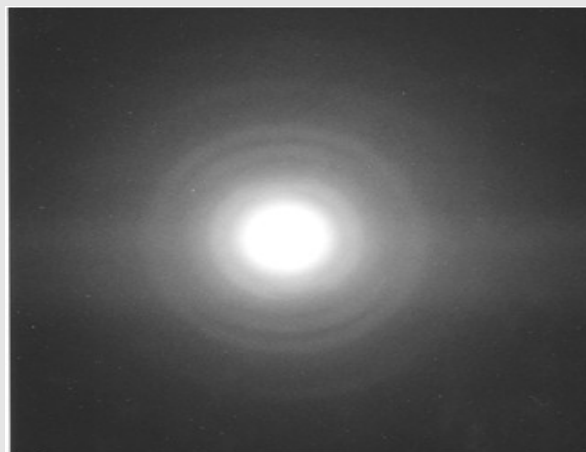


Рис. 8: Схема Дебая-Шеррера для циркониевой фольги. Толщина образца: 0,05 мм. Время экспозиции: 2,5 ч.

Задание 2

PHYWE

Присвойте кольца Дебая-Шеррера соответствующим плоскостям решетки.

Для того чтобы оценить закономерности Дебая-Шеррера гексагональных кристаллов, можно применить следующий метод:

С постоянными $A = \lambda^2/3a^2$ и $B = \lambda^2/4c^2$ из (6) следует, что:

$$\sin^2(\theta) = A(h^2 + hk + k^2) + Bl^2 \quad (7)$$

Постоянная решетки a может быть определена присвоением плоскостей решетки с $l = 0$.

Задание 2 (часть 2)

PHYWE

Для этого разделите (как показано в таблице 1) значения $\sin^2(\theta)$ на 1, 3, 4, 7 и т.д. и найдите соответствующие друг другу частные или значение $\sin^2(\theta)$. Имеет смысл проверять только первые отражения, поскольку они всегда принадлежат плоскостям решетки с маленьким индексом. Если $\sin^2(\theta) = 0,0160$ первого отражения отнесено к плоскости решетки (100), то отражение № 5 должно соответствовать плоскости (110), так как $\sin^2(\theta) = 0,04800$ в три раза больше, чем значение $\sin^2(\theta)$ отражения № 1. В результате $A = 0,016$ (см. (7) для $l = 0$).

Отражение	Интенсивность	D [мм]	θ [°]	$\sin^2(\theta)$	$\sin^2(\theta)/3hkl$
1	сильная	18.9	7.26	0.0160	0.00533
2	сильная	20.9	8.0	0.0193	0.00643
3	очень сильная	21.8	8.3	0.0209	0.0070
4	слабая	28.9	10.8	0.0351	0.0117
5	сильная	34.5	12.65	0.0480	0.0160
6	очень слабая	38.8	14.0	0.0585	0.0195
7	средняя	42.2	15.0	0.0671	0.0224

Таблица 1: Оценка колец Дебая-Шеррера из циркония. Расстояние между образцом и пленкой: $x = 35$ мм. Длина волны: $\lambda(K_\alpha) = 71,1$ пм $\rightarrow a = 323,5$ пм.

Задание 3

PHYWE

Вычислите постоянные решетки циркония.

Для того чтобы определить постоянную решетки c , составьте таблицу $\sin^2(\theta)$, $\sin^2(\theta) - A$, $\sin^2(\theta) - 3A$ и т.д. и найдите значения Bl^2 , которые находятся в соотношении 1, 4, 9 и т.д. друг к другу.

В Таблице 2 это приблизительно обозначено значениями, выделенными жирным шрифтом, так как $0,0191/0,0049 = 3,89$ - это почти 4, а $0,0425/0,0049 = 8,7$ - почти 9.

Это приводит к: $0,0049 = B(1)^2$, $0,0191 = B(2)^2$, и $0,0425 = B(3)^2$.

Полученное среднее значение равно $B = 0,0048$

Отражение №2 должно быть отнесено к плоскости решетки (002), отражение №3 - к плоскости решетки (101), а отражение №6 - к плоскости решетки (103).

Значения, отмеченные звездочкой в таблице 2, должны соответствовать плоскостям решетки с одинаковым l . Для $l = 2$, мы снова получаем $B = 0,0048$.

Задание 3 (часть 2)

PHYWE

Используя это значение B , вторая постоянная решетки равна $c = 513,1$ пм. Остальные отражения теперь можно распределить следующим образом: Отражение № 4 \rightarrow (102) и Отражение № 7 \rightarrow (112). Для гексагональной плотноупакованной кристаллической структуры отношение $c/a = 1,633$. Сравнение с соответствующими экспериментальными значениями дает: $c/a = 513,1 \text{ пм}/323,5 \text{ пм} = 1,59$.

(табличные значения для циркония: $a = 323,0$ пм и $c = 513,3$ пм)

кольцо	$\sin^2(\theta)$	$\sin^2(\theta) - A$	$\sin^2(\theta) - 3A$	hkl
1	0.0160			100
2	0.0193*	0.0033		002
3	0.0209	0.0049		101
4	0.0351	0.0191*		102
5	0.0480	0.0320	0	110
6	0.0585	0.0425	0.0106	103

Задание 4

PHYWE

Определите количество атомов в элементарной ячейке.

При делении общей массы M элементарной ячейки на ее объем V получается плотность ρ , так что:

$$\rho = \frac{M}{V} = n \cdot m \frac{2}{\sqrt{3}a^2c} \quad (8)$$

При соответствующих значениях для циркония получаются следующие результаты:

$$\rho = 6.50 \text{ г/см}^3; m = \frac{m}{N_A} = 15.15 \cdot 10^{-23} \text{ г}$$

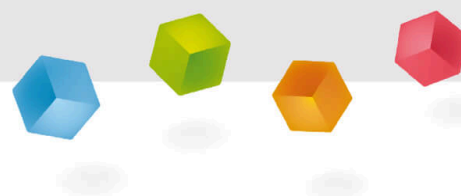
$$\rightarrow n = 1.99 \approx 2$$

(N_A = постоянная Авогадро;
 m = атомный вес)

Это означает, что элементарная ячейка включает 2 атома.

PHYWE

Приложение



Альтернативное выполнение работы (1/2)

PHYWE



Настройка в рентгеновской установке

Данные

Сменный трубка *Si* 09057-50
 Напряжение трубки: 35 кВ
 Сила тока луча: 1 мА
 Диафрагма: 1 мм
 Время выдержки: 10-30 минут.
 Положение экрана определяется с помощью миллиметровой шкалы на оптической скамье.

Получение фотографии Лауэ с помощью самопроявляющейся рентгеновской пленки

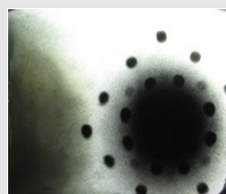
Рентгеноструктурный анализ монокристаллов может быть проведен непосредственно во время лекции с помощью самопроявляющихся рентгеновских пленок в сочетании с экспертным блоком XR 4.0. Если используется медная рентгеновская трубка, фотосъемка занимает всего 12,5 минут. Само проявление занимает 2-3 минуты

Альтернативное выполнение работы (2/2)

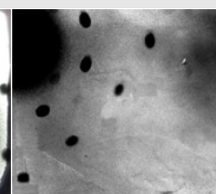
PHYWE

Рентгеновская пленка не располагается по центру перед кристаллом. Вместо этого она смещена, так как для оценки достаточно только квадранта диаграммы. Чтобы оценить диаграмму, она должна быть увеличена. Мы рекомендуем отсканировать фотографию, а затем увеличить ее в цифровом виде.

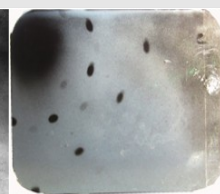
Что касается проявки пленки, пожалуйста, обратитесь к инструкции по использованию, которая прилагается к пленкам. Мы рекомендуем проявлять пленку в течение 2 минут вместо 50 секунд. Очень важно после извлечения проявленной пленки из упаковки поддержать ее под проточной водой. Не сушите ее полотенцами. Дайте ей высохнуть только на воздухе.



Время экспозиции:
30 минут
Экран с диагональю
4,7 см



Время экспозиции:
20 минут
Экран с диагональю
4,7 см



Время экспозиции:
12,5 минут
Экран с диагональю
5,5 см