

Дифрактограммы Дебая - Шеррера порошковых образцов с кубической структурой кристаллической решетки



Физика

Современная физика

Природа рентгеновского излучения и его применение



Уровень сложности

тяжелый



Кол-во учеников

2



Время подготовки

45+ Минут



Время выполнения

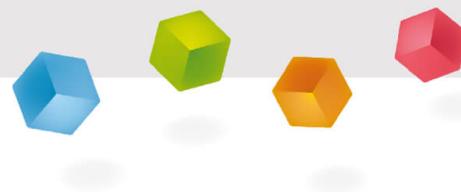
45+ Минут

This content can also be found online at:

<http://localhost:1337/c/6160791e6ddf0700030deff4>

PHYWE

Общая информация



Описание



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.

Экспериментальная установка

Дополнительная информация (1/2)

Предварительные

знания



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

Принцип



Образец кубического кристаллического порошка облучается излучением рентгеновской трубки с медным анодом. Счетчик Гейгера-Мюллера автоматически поворачивается для регистрации излучения, конструктивно отраженного от различных плоскостей решетки кристаллитов. Диаграмма Брэгга записывается автоматически. Процедура графической оценки используется для присвоения рефлексов отдельным плоскостям решетки и определения соответствующего типа решетки Браве, а также постоянной решетки.

Дополнительная информация (1/2)

PHYWE

Предварительные

знания



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

Принцип



Образец кубического кристаллического порошка облучается излучением рентгеновской трубки с медным анодом. Счетчик Гейгера-Мюллера автоматически поворачивается для регистрации излучения, конструктивно отраженного от различных плоскостей решетки кристаллитов. Диаграмма Брэгга записывается автоматически. Процедура графической оценки используется для присвоения рефлексов отдельным плоскостям решетки и определения соответствующего типа решетки Браве, а также постоянной решетки.

Дополнительная информация (2/2)

PHYWE



Обучение

цель



Задачи

Цель этого эксперимента - исследовать диаграммы Дебая-Шеррера для геометрии Брэгга-Брентано.

1. Запишите интенсивность рентгеновского излучения C_u , рассеянного образцом порошка кубической структуры в зависимости от угла рассеяния.
2. Присвойте брэгговские рефлекс к соответствующим плоскостям решетки. Определите тип решетки Браве.
3. Рассчитайте количество атомов в элементарной ячейке.

Теория (1/6)

PHYWE

Когда рентгеновские лучи с длиной волны λ падают на плоскости кристаллической решетки с расстоянием d под углом скольжения θ , тогда отраженные лучи будут подвергаться конструктивной интерференции только при выполнении условия Брэгга, т.е.:

$$2d \sin(\theta) = n\lambda \quad (n = 1, 2, 3, \dots) \quad (1)$$

Условие Брэгга подразумевает, что все волны, рассеянные атомом, находятся в фазе и поэтому усиливают друг друга, в то время как частичные волны, рассеянные в направлениях, не удовлетворяющих условиям Брэгга, имеют противоположную фазу и поэтому гасят друг друга. Однако более реалистичный взгляд на это должен учитывать фактические фазовые соотношения всех парциальных волн, рассеянных атомом в определенном направлении. Если в элементарной ячейке имеется N атомов, то общая амплитуда рентгеновских лучей, рассеянных ячейкой, описывается структурным фактором F , который рассчитывается путем суммирования атомных коэффициентов рассеяния f отдельных N атомов с учетом их фаз.

Теория (2/6)

PHYWE

В общем случае для F справедливо следующее:

$$F_{hkl} = \sum_1^N f_n \cdot e^{2\pi i(hu_n + kv_n + lw_n)} \quad (2)$$

где h, k, l = индексы Миллера отражающих плоскостей решетки и u_n, v_n, w_n координаты атомов в долях от конкретных длин ребер элементарной ячейки. Поскольку F в общем случае является комплексным числом, общая интенсивность рассеяния описывается как: $|F_{hkl}|^2$.

В элементарной ячейке кубической простой решетки содержится только один атом с координатами 000. Следовательно, согласно уравнению (2) структурный фактор F для этого типа решетки определяется выражением:

$$F = f \cdot e^{2\pi i(0)} = f; |F|^2 = f^2 \quad (3)$$

Это означает, что F^2 не зависит от h, k и l , и поэтому могут возникать все брэгговские отражения.

Теория (3/6)

PHYWE

В элементарной ячейке кубической гранецентрированной решетки 4 атома в точках 000, $\frac{1}{2} \frac{1}{2} 0$, $\frac{1}{2} 0 \frac{1}{2}$ и $0 \frac{1}{2} \frac{1}{2}$. В элементарной ячейке кубической объемно-центрированной решетки, для сравнения, только 2 атома в точках 000 и $\frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2}$. Когда решетка состоит только из атомов одного сорта, для структурного фактора F справедливы следующие условия:

решетка ГЦК

$|F|^2 = 16f^2$, причем hkl только четные или только нечетные; $|F|^2 = 0$ со смешанным hkl .

решетка ОЦК

$|F|^2 = 4f^2$, причем $(h+k+l)$ четные; $|F|^2 = 0$ с $(h+k+l)$ нечетными (4)

Теория (4/6)

PHYWE

Ситуация несколько иная, когда решетка состоит из разных сортов атомов.

Если, например, решетка fcc состоит из атомов A и B , причем атомы A лежат в точках 000 , $\frac{1}{2} \frac{1}{2} 0$, $\frac{1}{2} 0 \frac{1}{2}$ и $0 \frac{1}{2} \frac{1}{2}$, а атомы B в точках $\frac{1}{2} \frac{1}{2} \frac{1}{2}$, $0 0 \frac{1}{2}$, $0 \frac{1}{2} 0$ и $\frac{1}{2} 0 0$, то для структурного фактора F задается следующее дополнительное условие:

ГЦК Решетка с атомами A и B :

$$|F|^2 = 16(f_A + f_B)^2, \text{ причем } (h+k+l) \text{ четные; } |F|^2 = 16(f_A - f_B)^2 \text{ с } (h+k+l) \text{ нечетными (5)}$$

В таких ГЦК решетках, когда коэффициенты атомного рассеяния f двух атомов почти равны ($f_A \approx f_B$), то отражение 111 будет только очень слабым, если оно вообще произойдет.

Теория (5/6)

PHYWE

Для кубической кристаллической системы расстояние d между отдельными плоскостями решетки с индексами (hkl) получается из квадратичной формы:

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{1}{a^2}(h^2 + k^2 + l^2) \quad (a = \text{постоянная решетки}) \quad (6)$$

Из этого уравнения и уравнения (1) при $n = 1$ получается квадратичное уравнение Брэгга:

$$\sin^2(\theta) = \frac{\lambda^2}{4a^2}(h^2 + k^2 + l^2) \quad (7)$$

Оборудование

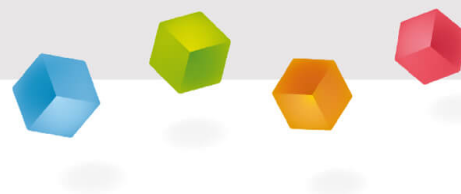
Позиция	Материал	Пункт No.	Количество
1	XR 4.0 X-ray Базовая рентгеновская установка, 35 кВ	09057-99	1
2	XR 4.0 X-ray Гониометр для рентгеновской установки, 35 кВ	09057-10	1
3	XR4 Съёмная рентгеновская трубка Plug-in Cu tube	09057-51	1
4	XR 4.0 Рентгеноструктурный анализ, расширение	09145-88	1
5	Хлорид натрия, 250 г	30155-25	1
6	Вазелин, белый, 100 г	30238-10	1

Оборудование

PHYWE

Позиция	Материал	Пункт No.	Количество
1	XR 4.0 X-ray Базовая рентгеновская установка, 35 кВ	09057-99	1
2	XR 4.0 X-ray Гониометр для рентгеновской установки, 35 кВ	09057-10	1
3	XR4 Съёмная рентгеновская трубка Plug-in Cu tube	09057-51	1
4	XR 4.0 Рентгеноструктурный анализ, расширение	09145-88	1
5	Хлорид натрия, 250 г	30155-25	1
6	Вазелин, белый, 100 г	30238-10	1

PHYWE



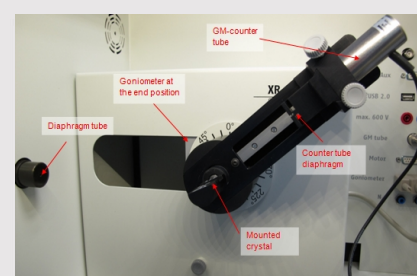
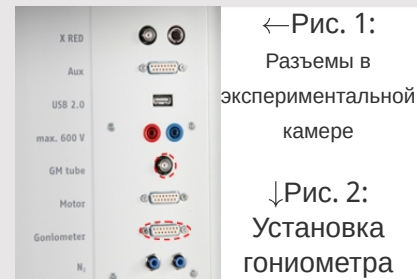
Подготовка и выполнение работы

Подготовка

PHYWE

Подключите гониометр и счетчик Гейгера-Мюллера к соответствующим гнездам в экспериментальной камере (см. красная маркировка на рис. 1). Блок гониометра с кристаллом анализатора должен располагаться в крайнем положении с правой стороны. Закрепите трубку счетчика Гейгера-Мюллера с держателем на заднем упоре направляющих. Не забудьте установить перед счетчиком диафрагму (см. рис. 2). Вставьте диафрагменную трубку диаметром 2 мм в выходное отверстие блока подключения трубки.

Для калибровки: Убедитесь, что в параметры гониометра введен правильный кристалл. Затем выберите "Меню", "Гониометр", "Автокалибровка". Теперь прибор определит оптимальные положения кристалла и гониометра относительно друг друга, а затем и положения пиков.



Выполнение работы (1/5)

PHYWE

- Подключите рентгеновскую установку через USB-кабель к USB-порту компьютера (нужный порт рентгеновской установки отмечен на рисунке 3).
- Запустите программное обеспечение measure. На экране появится виртуальная рентгеновская установка.
- Вы можете управлять рентгеновской установкой, нажимая на различные функции на виртуальной рентгеновской установке и под ней. Кроме того, Вы можете изменить параметры на самой рентгеновской установке. Программа автоматически примет настройки.



Рис. 3: Подключение
компьютера

Выполнение работы (2/5)

PHYWE

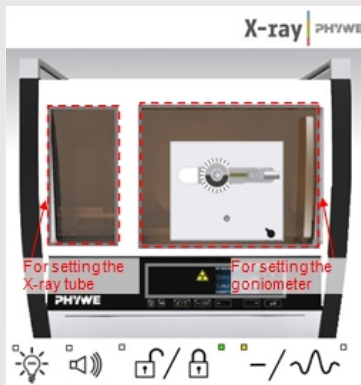


Рис. 4: Часть интерфейса программного обеспечения

- Нажмите на экспериментальную камеру (см. красную маркировку на рисунке 4), чтобы изменить параметры эксперимента.
- Если Вы нажмете на рентгеновскую трубку (см. красную маркировку на рис. 4), можно изменить напряжение и ток рентгеновской трубки. Выберите параметры, как показано на рис. 5.

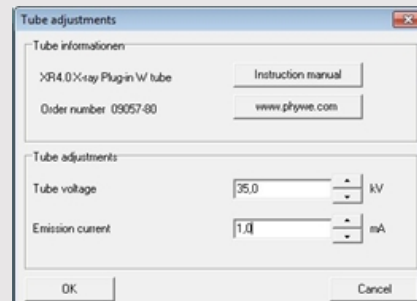
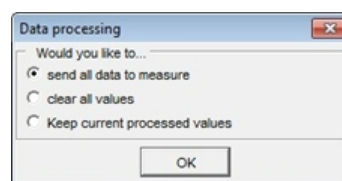
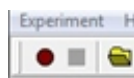


Рис. 5: Настройки напряжения и силы тока

Выполнение работы (3/5)

PHYWE

- Начните измерение, нажав на красный круг:
- После измерения появится следующее окно:



- Выберите первый пункт и подтвердите выбор нажатием кнопки ОК. Теперь измеренные значения будут переданы непосредственно в программу `measure`.
- В конце данного руководства Вы найдете краткое введение в оценку полученных спектров.

Выполнение работы (4/5)

PHYWE

Обзор настроек гониометра и рентгеновской установки:

- Режим сопряжения 1:2
- Ширина углового шага $0,1^\circ$
- Диапазон сканирования: $10^\circ - 45^\circ$
- Анодное напряжение $U_A = 35 \text{ кВ}$ $U_A=35\text{кВ}$; анодный ток $I_A = 1 \text{ мА}$
- Скорость сканирования, если необходимо зарегистрировать только очень интенсивные рефлексные линии, то сканирование может быть относительно быстрым - $10 \text{ с}/^\circ$. Для идентификации более слабых линий требуется скорость сканирования не менее $30 \text{ с}/^\circ$ для лучшего соотношения сигнал/шум.

Выполнение работы (5/5)

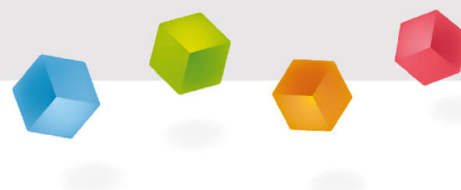
PHYWE

Подготовка образцов:

Образец должен быть настолько мелкопорошковым, чтобы при растирании его между пальцами не ощущалось зерен. Относительно высокую концентрацию образца можно получить, смешав порошок с небольшим количеством вазелина. Для этого перенесите небольшое количество образца на лист бумаги и с помощью шпателя разомните его до состояния твердой пасты. Чтобы достичь как можно более высокой концентрации материала, используйте очень мало вазелина (на кончике шпателя). Залейте относительно твердую пасту в образец для порошковых проб и разровняйте до поверхности. Используйте универсальный держатель для кристаллов, чтобы удерживать образец.

PHYWE

Оценка



Задание 1

PHYWE

На рис. 6 показан спектр Дебая-Шеррера хлорида натрия $NaCl$.

Поскольку для монохроматизации рентгеновских лучей фильтр не используется, при оценке отдельных линий необходимо учитывать тот факт, что очень интенсивные линии, возникающие в результате K_α -излучения, сопровождаются вторичными линиями, которые являются результатом более слабого K_β -излучения. Эти пары линий можно идентифицировать с помощью уравнения (1).. Именно оно приблизительно справедливо при $\lambda(K_\alpha) = 154.18 \text{ pm}$ и $\lambda(K_\beta) = 139.22 \text{ pm}$:

$$\frac{\lambda(K_\alpha)}{\lambda(K_\beta)} = \frac{\sin(\theta_\alpha)}{\sin(\theta_{\beta})} \approx 1.1$$

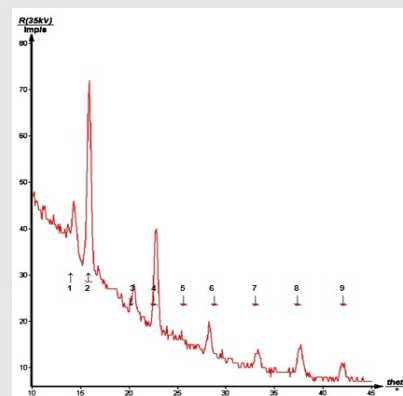


Рис. 6: Брэгговские линии $NaCl$ $Cu - K_\alpha$ и $Cu - K_\beta$

Задание 1 (часть 2)

PHYWE

Эти значения соответствуют частным от значений $\sin \theta$ (рис. 6) пар линий 2-1, 4-3 и 6-5, показывая, что линии 1, 3, 5 и 7 происходят из CuK_β -излучения.

Правильность этого вывода может быть продемонстрирована контрольным измерением (см. рис. 7) с использованием диафрагменной трубки с никелевой фольгой для снижения интенсивности K_β излучения. Рефлексы на рис. 6, которые ранее были присвоены линиям K_β , больше не видны. Поскольку интенсивность K_β -излучения также несколько ослабляется Ni-фольгой, обнаружение рефлексов слабой интенсивности при больших углах скольжения затрудняется при ее использовании.

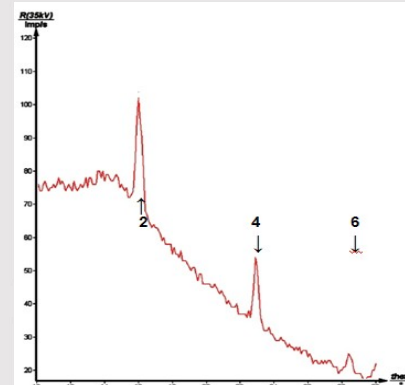


Рис. 7: Брэгговская диаграмма NaCl только с лучом $\text{Cu} - \text{K}_\alpha$ (здесь использовался никелевый фильтр)

Задание 2

PHYWE

Для ясности в дальнейшем предполагается, что NaCl образует не простую элементарную ячейку, а ячейку с ГЦК или ОЦК решеткой. В таблице 1 перечислены все возможные тройки индексов, возможные в этом случае, т. е. рассматривались только несмешанные комбинации hkl или такие, для которых верно $(h + k + l) = 2n$. Длина волны $\lambda(\text{K}_\alpha) = 154,18$ нм использовалась для расчета значений из уравнения (9).

hkl	$h^2 + k^2 + l^2$	$\lg(\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}) + \lg(\frac{1}{2}\lambda)$	hkl	$h^2 + k^2 + l^2$	$\lg(\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}) + \lg(\frac{1}{2}\lambda)$
111	3	2,126	213	14	2,460
200	4	2,188	004	16	2,489
112	6	2,276	114/033	18	2,515
012	8	2,339	313	19	2,526
013	10	2,387	024	20	2,538
113	11	2,408	323	22	2,558
222	12	2,427	224	24	2,577

Таблица 1: Допустимые тройки индексов h,k,l для решеток ГЦК и ОЦК

Задание 2 (часть 2)

PHYWE

Для определения угла рефлекса по рис. 6 рекомендуется увеличить масштаб соответствующей области углов и точно определить основную часть линии до двух знаков после запятой.

В таблице 2 перечислены углы скольжения рефлексy k_α -излучения, определенные из рис. 6, а также соответствующие значения $\sin$ и $\lg(\sin)$.

Линия θ [°]	$\sin(\theta)$	$\lg(\sin(\theta))$
2	15,890,2738	-0,5626
4	22,790,3874	-0,4119
6	28,300,4741	-0,3241
7	33,250,5483	-0,2610
8	37,700,6115	-0,2136
9	42,050,6698	-0,1741

Таблица 2: Углы наклона рефлексов $NaCl$ из рис. 6.

Задание 2 (часть 3)

PHYWE

Чтобы получить удовлетворительную точность графической оценки, две шкалы должны быть подготовлены, как показано на рис. 8, равными, но увеличенными.

Совпадение двух шкал показывает, что встречаются не смешанные индексированные тройки, а только четные пронумерованные значения hkl .

Постоянная решетки a определяется как логарифм разности нулевых точек двух шкал. Как показано на рис. 8, две шкалы совпадают при значениях 2.30 и -0.45, т.е. разница составляет 2.75. Принимая антилогарифм 2,75, для постоянной решетки получается $a = 562,3$ пм (табличное значение; $a = 563,0$ пм). Можно показать, что единицей измерения являются "пм", используя уравнение (1) для вычисления расстояния d плоскости решетки любого из рефлексов на рис. 6.

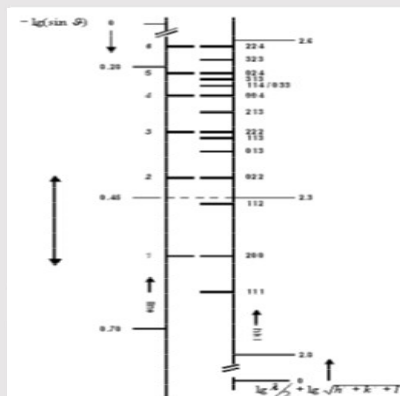


Рис. 8: Оценка рефлексных линий $NaCl$ с помощью процедуры совмещения полос