XXI Studencka Sesja Plakatowa

Instytut Fizyki
Wydział Fizyki, Astronomii i Informatyki Stosowanej UJ

AUTOR:
Aleksandra Wnuk

OPIEKUN:
dr hab. Stanisław Baran

32

BADANIE STRUKTURY KRYSTALICZNEJ CHLORKU SODU

CEL:

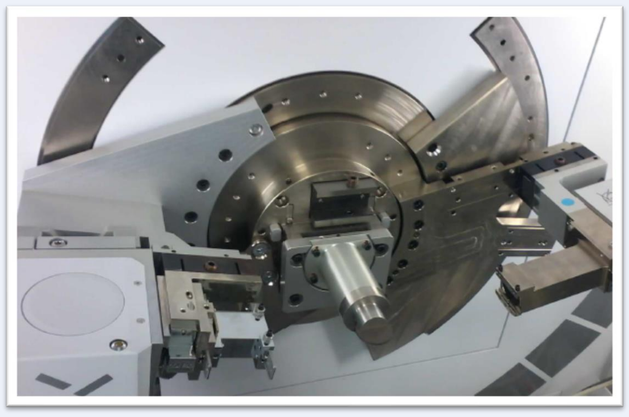
Chlorek sodu jest substancją o sieci krystalicznej regularnej ściennie centrowanej (fcc). Celem eksperymentu było wyznaczenie dokładnej wartości stałej sieci krystalicznej tej substancji przy wykorzystaniu dyfrakcji promieni rentgenowskich.

METODA:

Pomiar wykonywano metodą proszkową na dyfraktometrze rentgenowskim. Badaną substancję roztarto na proszek w celu otrzymania wielu monokryształów o różnych orientacjach. Na tak przygotowaną próbkę skierowano monochromatyczną wiązkę promieni rentgenowskich, która uległa dyfrakcji na kryształkach NaCl poprzez odbicia na płaszczyznach krystalicznych substancji. Prawo Bragga:

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

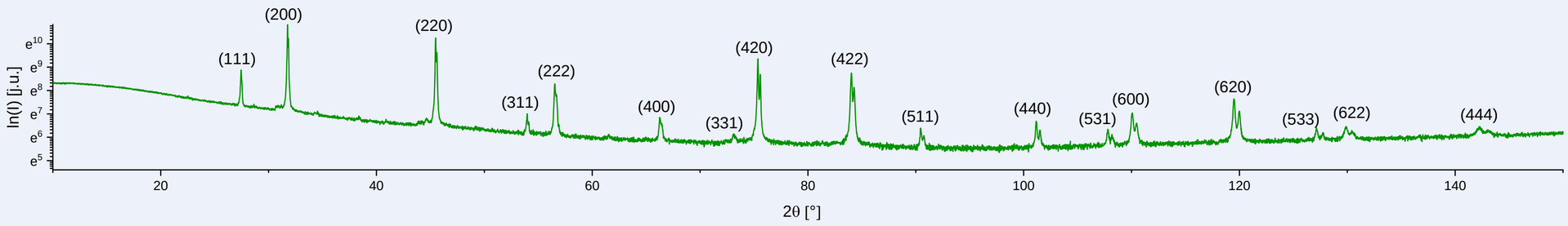
opisuje warunek konstruktywnej interferencji wiązek odbitych od równoległych i równoodległych płaszczyzn atomowych. Wiązka padająca tworzy z płaszczyzną kąt θ, λ jest długością fali wiązki, a n rzędem odbicia. Wartość d_{hkl} jest odległością pomiędzy sąsiadującymi płaszczyznami opisywanymi współczynnikami Millera h, k, l.



Rysunek 1. Dyfraktometr

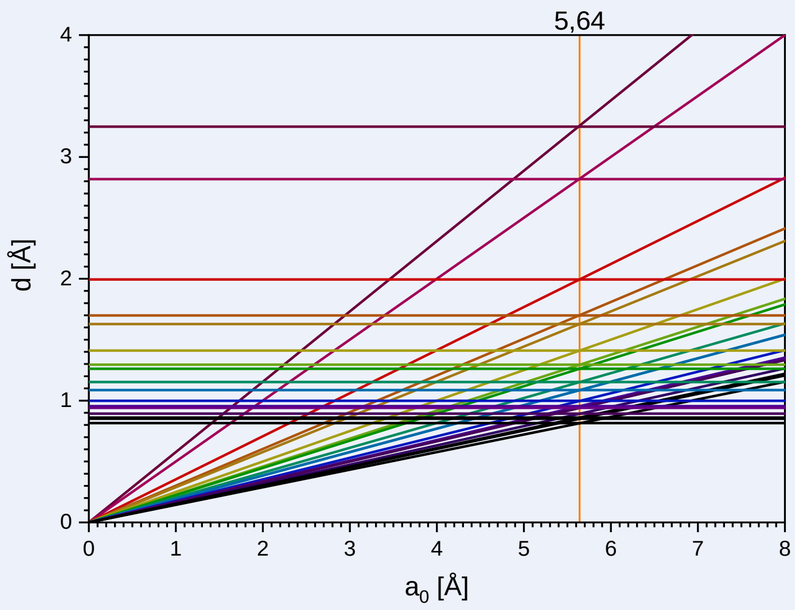
EKSPERYMENT:

Używanym w eksperymencie dyfraktometrem był Empyrean (PANalytical) (Rys. 1), który pracował w geometrii Bragga-Brentano. Próbka umieszczona była w pozycji nieruchomej, w środku okręgu po którym poruszały się lampa rentgenowska oraz detektor. Anoda lampy wykonana była z miedzi a za lampą znajdował się filtr wycinający znaczną część widma ciągłego oraz linię K_β widma charakterystycznego miedzi monochromatyzując padającą wiązkę do długości fali odpowiadającej linii K_α. Aparatura mierzyła natężenie promieniowania ugiętego na krysztale o kąt 2θ. Prąd na anodzie lampy wynosił 40 mA, napięcie pomiędzy elektrodami 40 kV. Aparatura mierzyła kąt od wartości 10° do 153° co 0,013° w 11000 krokach. Całkowity czas pomiaru wyniósł 1 h i 50 min.



Rysunek 2. Dyfraktogram NaCl wykonany na Empyrean (PANalytical)

WSKAŹNIKOWANIE:



Rysunek 3. Wskaźnikowanie

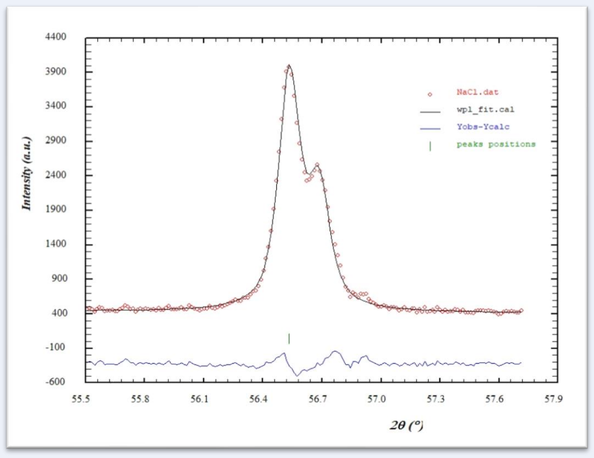
Dla sieci typu fcc odległości pomiędzy płaszczyznami można wyrazić poprzez wartości współczynników Millera i stałej sieci a_0 wzorem:

$$d_{hkl} = \frac{a_0}{\sqrt{h^2+k^2+l^2}}.$$

Wstawiając do wzoru dozwolone dla sieci fcc wartości współczynników Millera wykreślono na diagramie $d(a_0)$ proste, następnie na tym samym diagramie poziomymi liniami zaznaczono doświadczalne wartości odległości między płaszczyznami odczytując wartości kątów dla refleksów i podstawiając je do prawa Bragga (Rys. 3). Określono przybliżoną wartość stałej sieci $\mathbf{a_0 \approx 5{,}6}$ **Å** znajdując na diagramie taką wartość na osi a_0 dla której występuje tyle przecięć prostych doświadczalnych z teoretycznymi ile znaleziono refleksów na dyfraktogramie. Następnie przypisano refleksom odpowiadające im wskaźniki Millera (Rys 2.)

POŁOŻENIE REFLEKSÓW:

Dokładne położenie refleksów na dyfraktogramie (kątów θ) określono przy pomocy programu WinPLOTR. Program dopasowywał funkcję pseudo-Voigt, będącą złożeniem funkcji Gaussa i Lorentza, do refleksów otrzymanych na dyfraktogramie chlorku sodu z uwzględnieniem faktu, że refleksy składają się z dwóch pików odpowiadających liniom K_{α_1}, K_{α_2} widma charakterystycznego miedzi z anody lampy (Rys. 4).

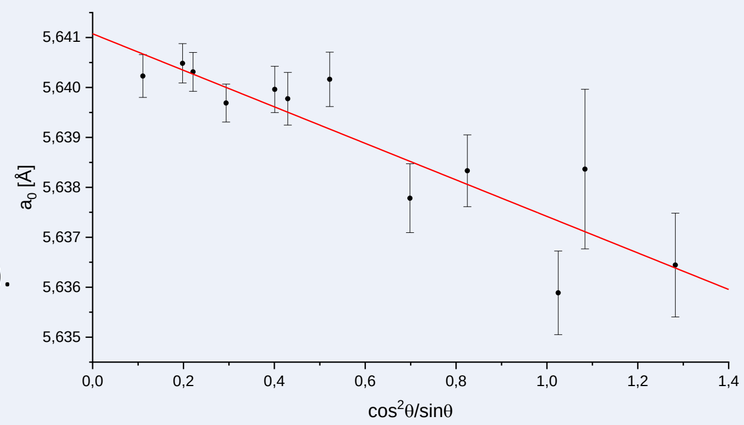


Rysunek 4. Dopasowanie funkcji do refleksu

METODA EKSTRAPOLACJI:

Błędy systematyczne wynikające z przesunięcia próbki z osi goniometru oraz absorpcji promieniowania przez próbkę są proporcjonalne do funkcji $\frac{\cos^2\theta}{\sin\theta}$ (źródło: [1]). Wykreślono zatem zależność stałej sieci a_0 od tej funkcji dla refleksów o położeniach θ > 30° i dopasowano do niej prostą metodą regresji liniowej (Rys. 5). Wyraz wolny dopasowania jest poszukiwaną wartością stałej sieci NaCl. Rzeczywista, otrzymana w eksperymencie wartość stałej sieci:

$$\mathbf{a_0 = 5{,}64108(80)\ Å}.$$



Rysunek 5. Metoda ekstrapolacyjna

PODSUMOWANIE:

Uzyskana wartość stałej sieci krystalicznej chlorku sodu a_0 = 5,64108(80) Å jest zgodna z wartościami podawanymi w literaturze: a_0 = 5,642(2) Å [2], co pokazuje, że metoda proszkowa pozwala na dokładne wyznaczanie stałych sieci substancji krystalicznych.

BIBLIOGRAFIA:

1. Z. Bojarski, E. Łągiewka, Materiały do ćwiczeń z rentgenowskiej analizy strukturalnej, Uniwersytet Śląski 1982, tomy 1-5.
2. V. S. Urusow, V. V. Blinov, Izvestiya Akademii Nauk SSSR, Seriya Khimicheskaya, 12, 278-282, (1970).