



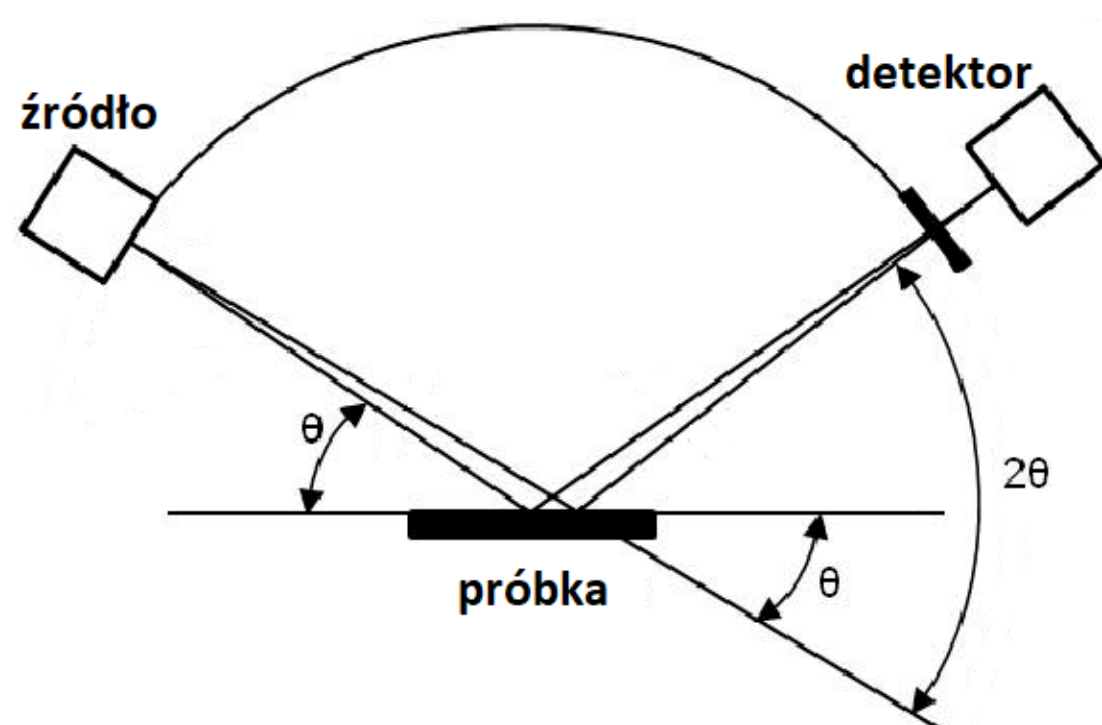
# Badanie struktury krystalicznej NaCl

## ABSTRAKT

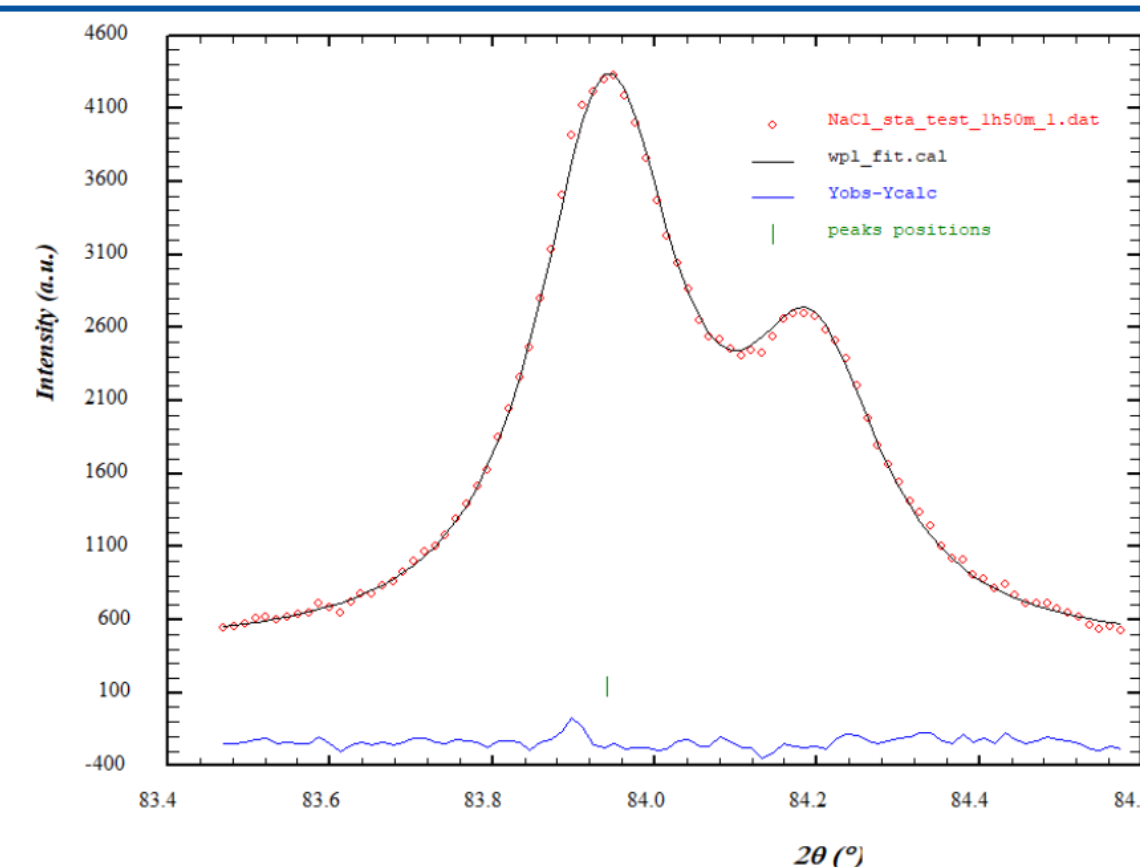
Korzystając z dyfrakcji promieni X na próbce sproszkowanego chlorku sodu, w doświadczeniu zbadano jego strukturę krystaliczną. Przy użyciu metod: wskaźnikowania graficznego oraz ekstrapolacyjnej, wyznaczono stałą sieci kryształu  $a_0 = (5.6411 \pm 0.0007) \text{ \AA}$ . Otrzymany wynik jest zgodny z danymi literaturowymi.

## METODA PROSZKOWA

Monochromatyczna wiązka promieniowania rentgenowskiego ulega dyfrakcji na losowo zorientowanych monokryształach sproszkowanej próbki badanego materiału. Promienie odbijają się od płaszczyzn kryształu jedynie pod pewnymi kątami odbłyśku  $\theta$ , co opisuje równanie Bragga  $n\lambda = 2d_{hkl} \sin\theta$ , gdzie  $n$  jest rzędem dyfrakcji,  $d_{hkl}$  odległością między płaszczyznami o wskaźnikach Millera  $(hkl)$ , a  $\lambda$  długością fali. Przy spełnieniu równania Bragga powstają możliwe do zaobserwowania refleksy dyfrakcyjne. [1]



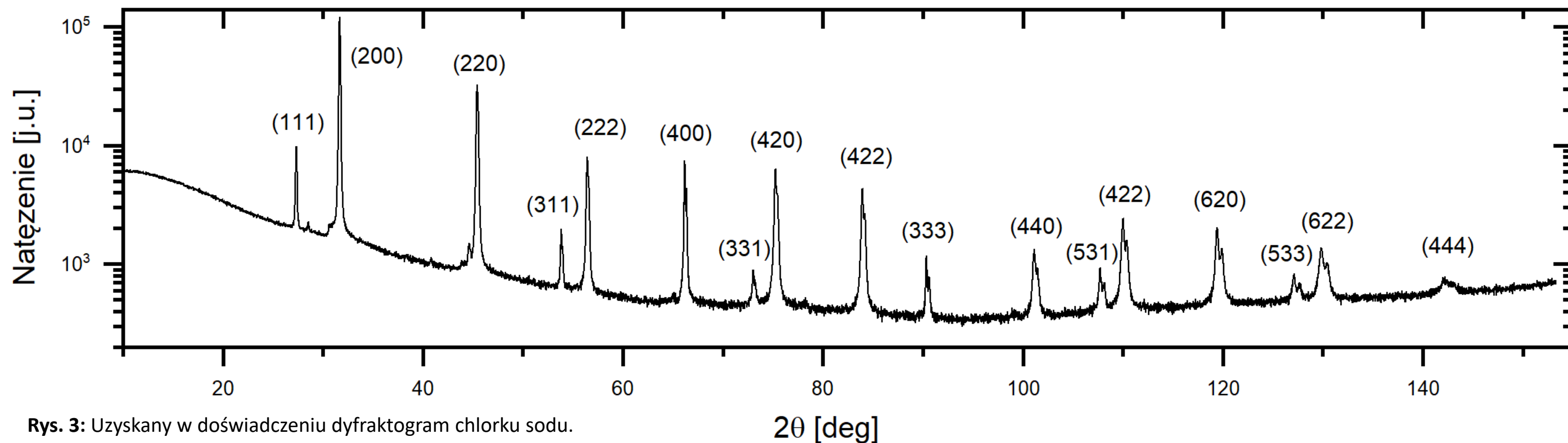
Rys. 1: Schemat dyfraktometru pracującego w geometrii Bragga-Brentano. (Rysunek wykonano na podstawie [2])



Rys. 2: Przykładowy refleks dyfrakcyjny wraz z dopasowaną funkcją. Podwójna struktura refleksu związana jest z występowaniem linii  $K_{\alpha 1}$  i  $K_{\alpha 2}$  w widmie charakterystycznym miedzi, z której wykonana jest anoda.

## POMIAR

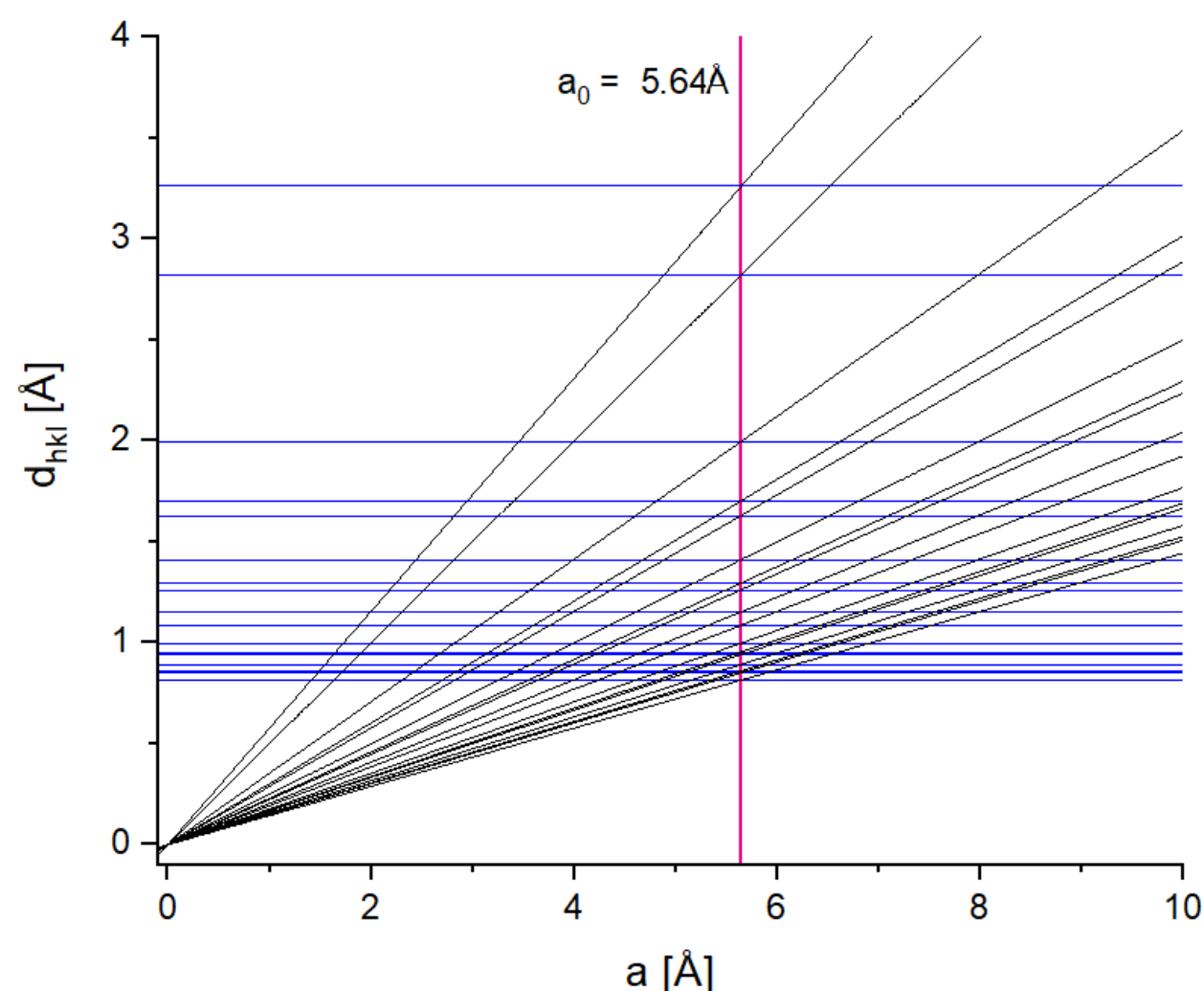
Pomiary dokonano przy użyciu dyfraktometru Empyrean pracującego w geometrii Bragga-Brentano. (Rys. 1) Detektor dyfraktometru mierzył natężenie wiązki odbitej, przy zmieniającym się kącie odbłyśku  $\theta$ . Źródłem promieni X była lampa rentgenowska z anodą Cu, pracująca przy natężeniu  $I=40\text{mA}$  oraz napięciu  $U=40\text{kV}$ . Pomiar przebiegał przy zmianie kąta  $2\theta$  w zakresie między  $10^\circ$  a  $153.3301^\circ$  z krokiem  $d\theta = 0.0131303^\circ$ . Rysunek 3 przedstawia uzyskany w pomiarze dyfraktogram. Do poszczególnych refleksów przyporządkowano odpowiadające im wskaźniki Millera.



Rys. 3: Uzyskany w doświadczeniu dyfraktogram chlorku sodu.

## WSKAŹNIKOWANIE REFLEKSÓW

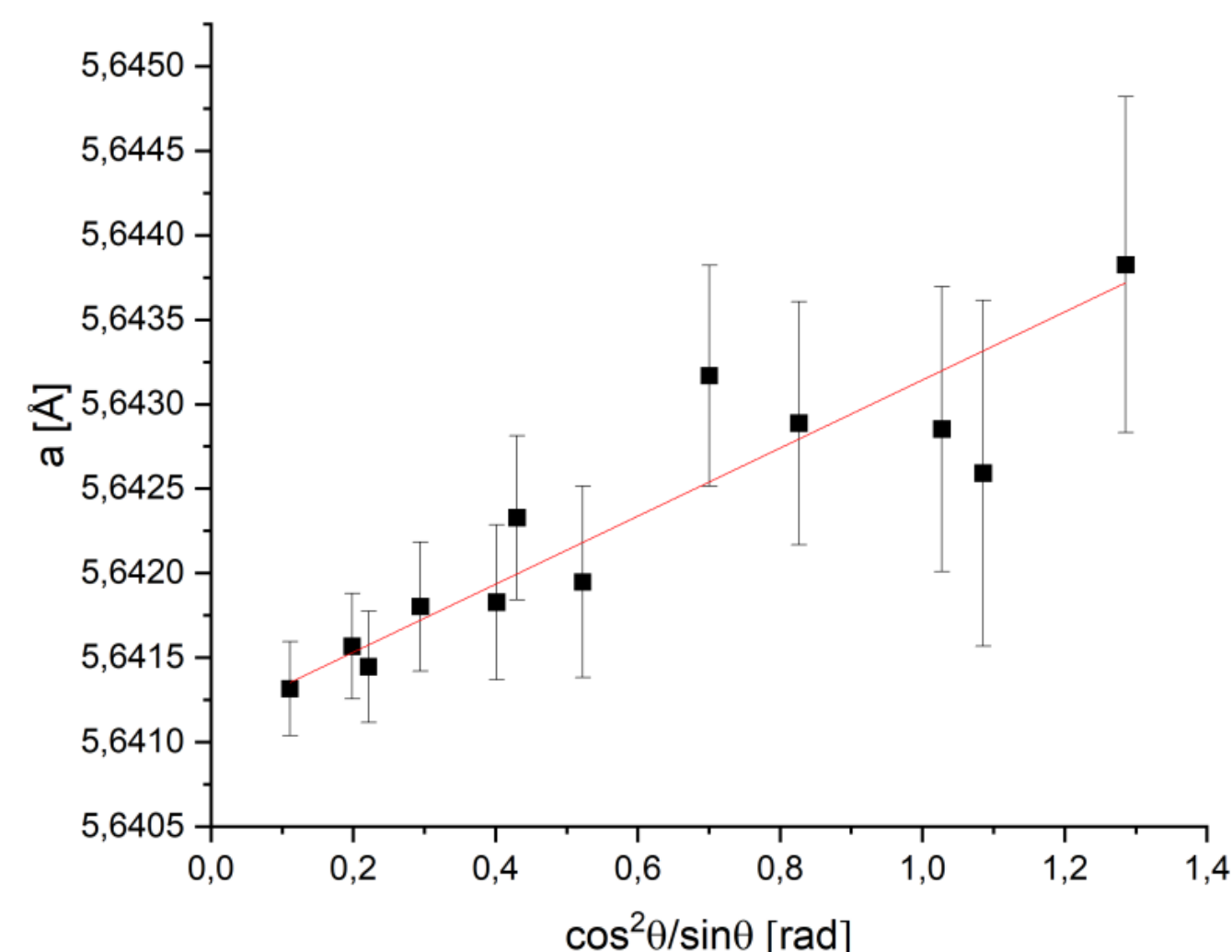
Dzięki dopasowaniu do refleksów widocznych na dyfraktogramie odpowiednich funkcji, można dokładnie określić ich położenie. (Rys. 2) Wskaźnikowanie metodą graficzną przedstawiono na rys. 4. Poziome linie to wartości  $d_{hkl}$  obliczone ze wzoru Bragga dla różnych położenia katowych refleksów. Dla układu regularnego zachodzi następująca relacja pomiędzy odległością międzypłaszczyznową, a stałą sieci:  $d_{hkl} = \frac{a_0}{\sqrt{h^2+k^2+l^2}}$ . Reguła wygaszeń dla sieci fcc ogranicza w powyższym wzorze dozwolone wartości wskaźników  $(hkl)$ . [1] Przez punkty przecięcia wszystkich prostych poziomych i ukośnych przechodzi pionowa linia, wskazująca przybliżoną wartość stałej sieci  $a_0 \approx 5.64 \text{ \AA}$ .



Rys. 4: Wykres przedstawiający metodę wskaźnikowania graficznego z zaznaczoną prostą odpowiadającą stałej sieci wynoszącej w przybliżeniu  $a_0 \approx 5.64 \text{ \AA}$ .

## METODA EKSTRAPOLACYJNA

Metoda ekstrapolacyjna umożliwia uzyskanie dokładniejszej wartości stałej sieci. Dla kątów odbłyśku  $\theta > 30^\circ$  zachodzi zależność  $a(\theta) = a_0 + a_0 C \frac{\cos^2\theta}{\sin\theta}$ , gdzie  $C$  to pewna stała, a  $a_0$  jest wartością stałej sieci nieobarczoną błędami systematycznymi. [1] Na rys. 5 przedstawiono wykres zależności  $a(\frac{\cos^2\theta}{\sin\theta})$  wraz z prostą dopasowaną metodą ważonej regresji liniowej. W ten sposób wyznaczono wartość stałej sieci  $a_0 = (5.6411 \pm 0.0007) \text{ \AA}$ . Powyższa niepewność uwzględnia zarówno statystyczny rozrzut punktów pomiarowych, jak i niepewność związaną z pomiarem pojedynczych punktów.



Rys. 5: Wykres przedstawiający zależność  $a(\cos^2\theta/\sin\theta)$  wraz z prostą dopasowaną metodą ważonej regresji liniowej.

## PODSUMOWANIE

Na podstawie zmierzonego metodą proszkową dyfraktogramu soli NaCl wyznaczono metodą ekstrapolacyjną wartość stałej sieci krystalicznej  $a_0 = (5.6411 \pm 0.0007) \text{ \AA}$ , która zgadza się w granicach niepewności z wartością literaturową  $a_{\text{ref}} = (5.640 \pm 0.008) \text{ \AA}$ . [3]

## BIBLIOGRAFIA

- Z. Bojarski, E. Łągiewka, Materiały do ćwiczeń z rentgenowskiej analizy strukturalnej, Uniwersytet Śląski 1982, zeszyty 1 – 5
- Chlique, Christophe, Préparation et caractérisation de poudres et céramiques (oxy) sulfures pour applications en optique active et passive (2011)
- J. E. Nickels, M. A. Fineman, W. E. Wallace, Xray Diffraction Studies of Sodium Chloride-Sodium Bromide Solid Solutions, Journal of Physical Chemistry 53 (1949) 625-628