

Ćwiczenie 35 B

Wyznaczanie stałej sieciowej molibdenu metodą Debye'a- Scherrera

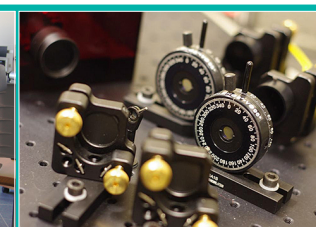


KAPITAŁ LUDZKI
NARODOWA STRATEGIA SPÓJNOŚCI



UNIwersytet Gdański

UNIA EUROPEJSKA
EUROPEJSKI
FUNDUSZ SPOŁECZNY



I. Zagadnienia do opracowania.

- Otrzymywanie promieni rentgenowskich.
- Budowa lampy rentgenowskiej.
- Własności widma rentgenowskiego:
 - widmo ciągłe;
 - granica krótkofalowa widma;
 - widmo charakterystyczne:
 - prawo przesunięć Moseley'a;
 - krawędź absorpcji;
 - schemat poziomów energetycznych dla atomu miedzi.
- Podstawy krystalografii:
 - sieć punktowa;
 - układy krystalograficzne;
 - komórka elementarna;
 - sieci Bravais'go;
 - płaszczyzny sieciowe, wskaźniki Millera;
 - struktura kryształu, sieci z bazą (na przykładzie kryształu Mo);
 - sieć odwrotna.
- Dyfrakcja promieniowania rentgenowskiego na kryształach:
 - rozpraszanie Thomsona na elektronach, atomach i komórce elementarnej;
 - natężenie wiązki ugiętej; geometryczny czynnik strukturalny;
 - czynniki wpływające na natężenie linii dyfrakcyjnych w metodzie proszkowej: polaryzacyjny, Lorentza, krotności płaszczyzn sieciowych;
 - prawo Bragga.

II. Zadania doświadczalne.

- Zapoznać się z funkcjami modułu rentgenowskiego przedstawionego na *Zdjęciach 1 – 3*.



Zdjęcie 1. Moduł rentgenowski z zestawem komputerowym.

2. Zmierzyć natężenie widma rentgenowskiego w funkcji kąta Bragga ϑ dla polikrystalicznej próbki Mo przy użyciu lampy z anodą Cu (patrz *Dodatek A* do instrukcji).
3. Przyporządkować otrzymanym liniom dyfrakcyjnym odpowiednie wskaźniki Millera (hkl) dla płaszczyzn krystalograficznych.
4. Obliczyć stałą sieciową a dla molibdenu i określić typ sieci Bravais'go zgodnie z obliczeniami w *Tabeli 1* w *Dodatku B*.
5. Na podstawie wzoru z równania (3) (patrz *Dodatek B*) obliczyć ilość atomów w komórce elementarnej molibdenu.

III. Zestaw przyrządów.

1. Aparat rentgenowski z wbudowanym goniometrem i wymiennymi lampami
2. Zestaw komputerowy.

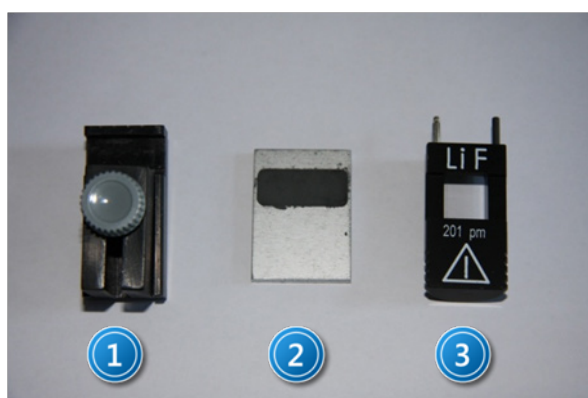
IV. Literatura.

1. D. Halliday, R. Resnick, J. Walker – „*Podstawy fizyki*”, PWN, Warszawa 2003.
2. Z. Bojarski, E. Łągiewka – „*Rentgenowska analiza strukturalna*”, PWN, Warszawa 1988.
3. M.N. Rudden, J. Wilson – „*Elementy fizyki ciała stałego*”, PWN, Warszawa 1976.
4. H. Ibach, H. Luth – „*Fizyka ciała stałego*”, PWN, Warszawa 1996.
5. Ch. Kittel – „*Wstęp do fizyki ciała stałego*”, PWN, Warszawa 1999.
6. H. Haken, M.Ch. Wolf – „*Atomy i kwanty- wprowadzenie do współczesnej spektroskopii atomowej*”, PWN, Warszawa 2002.
7. H.A. Enge, M.R. Wehr, J.A. Richards – „*Wstęp do fizyki atomowej*”, PWN, Warszawa 1983.
8. O. Scholz – „*Fizyka atomu w zarysie*”, PWN, Warszawa 1973.
9. Cz. Bobrowski – „*Fizyka – krótki kurs*”, Wydawnictwo Naukowo – Techniczne, Warszawa 1998.
10. V. Ascota, C. L. Cowan, B.J. Graham – „*Podstawy fizyki współczesnej*”, PWN, Warszawa 1981.
11. Ch. Kittel – „*Introduction to solid state physics*”, John Wiley & Sons, 2004.
12. G.Burns – „*Solid State Physics*”, Academic Press, Inc. London 1985.
13. R. Steadman – „*Crystallography*”, Van Nostrand Reinhold (UK) Co.Ltd., 1982.
14. M. F. Ladd, R.A. Palmer – „*Structure Determination by X-Ray Crystallography*”, Plenum Press. New York and London 1985.
15. K. Hermbecker – Handbook „*Physics X-Ray Experiments*”, PHYWE-Series of Publication.
16. H.A. Enge, M.R. Wehr, J.A. Richards – „*Introduction to Atomic Physics*”, Wesley, 1981.
17. H. Haken, M.Ch. Wolf – „*The Physics of Atoms and Quanta*”, Springer, 2000.
18. V. Ascota, C. L. Cowan, B.J. Graham – „*Essentials of Modern Physics*”, New York 1973.
19. D. Halliday, R. Resnick, J. Walker – „*Fundamentals of Physics*”, Wiley & Sons, Inc., 2001.
20. Ch. Hammond – „*The Basic of Crystallography and Diffraction*”, Oxford Science Publications, Oxford 2009.

Dodatek A

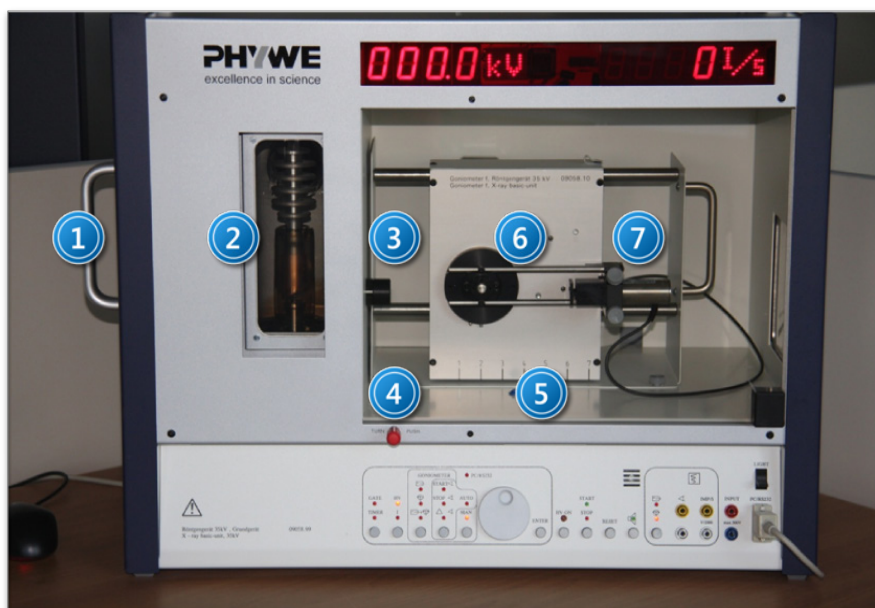
Instrukcja do wykonania doświadczenia

1. Sporządzić próbkę do pomiarów.
Odpowiednią ilość drobnokrystalicznego molibdenu mieszać na kartce papieru z małą ilością wazeliny tak, aby powstała jednolita masa. Następnie umieścić ją we wgłębieniu metalowej płytki (2 na *Zdjęciu 2*) i wyrównać powierzchnię za pomocą łopatkki.
Jest to ważne, ponieważ nierówności powierzchni mają wyraźny wpływ na natężenie linii. – przy nierównych powierzchniach natężenia refleksów nisko kątowych będą zbyt małe.




Zdjęcie 2. Dodatkowe elementy wyposażenia aparatu rentgenowskiego: 1 – uchwyt do próbek; 2 – płytka dla próbek polikrystalicznych; 3 – uchwyt z kryształem LiF.

2. Umieścić płytkę z próbką w uchwycie 1 na *Zdjęciu 2* a następnie zamontować na goniometrze (6 na *Zdjęciu 3*).



Zdjęcie 3. Widok aparatu rentgenowskiego: 1 – moduł z anodą; 2 – źródło promieniowania; 3 – przesłona; 4 – blokada przesuwanych drzwi; 5 – podziałka goniometru; 6 – goniometr; 7 – detektor jonizacyjny.

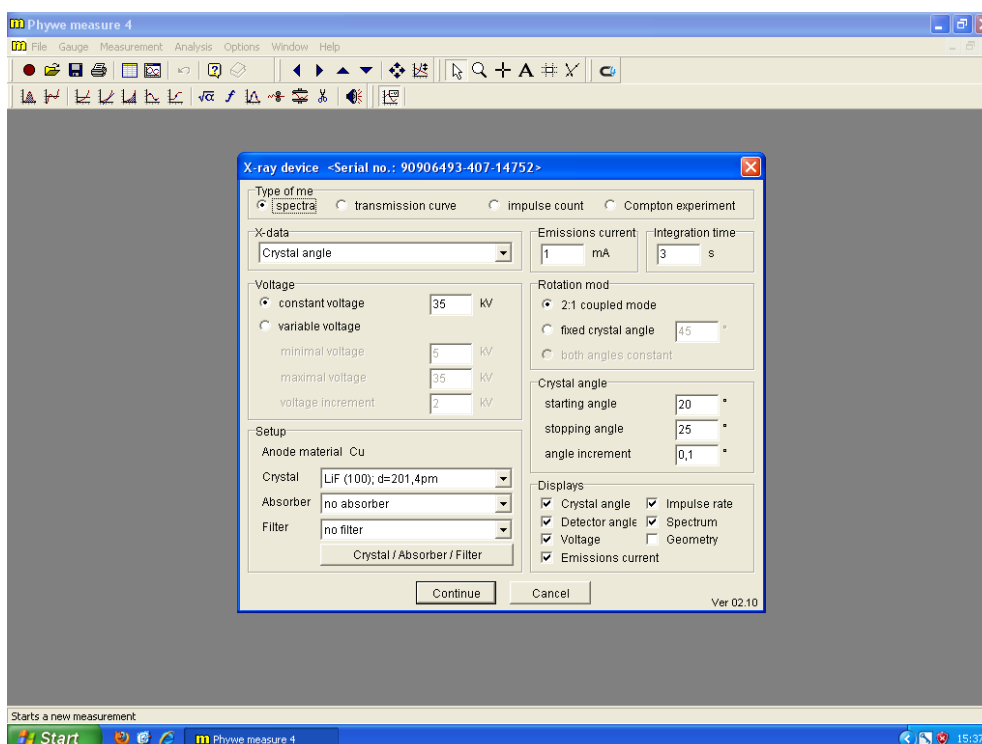
3. Na wyjściu promieniowania X umieścić przesłonę o średnicy $\Phi = 2$ mm z filtrem Ni.
4. Ustawić położenie bloku goniometru w pozycji 4,5 (patrz Zdjęcie 3).
5. Włączyć aparat rentgenowski włącznikiem sieciowym w tylnej ścianie modułu. Na wyświetlaczu pojawi się przez kilka sekund symbol zainstalowanej anody Cu.
6. Zamknąć i zablokować przesuwane szklane drzwi komory pomiarowej. W tym celu główkę blokady należy wcisnąć do oporu i obrócić o ćwierć obrotu w lewo.



UWAGA!

Praca przyrządu jest możliwa tylko przy zablokowanych drzwiach.

7. Włączyć komputer i uruchomić program **Measure**. Spowoduje to uruchomienie głównego okna programu.
8. W celu przeprowadzenia pomiarów należy wybrać opcję **File** a następnie **New measurement**. Wykonanie tej czynności uruchamia okno ustawień pomiaru.



Zdjęcie 4. Okno ustawień parametrów pomiaru.

9. Posługując się Zdjęciem 4 ustawić zalecane parametry pomiarów:
 - czas zliczania (*integration time*) – 30 s ;
 - krok (*angle increment*) – 0,1° ;
 - zakres skanowania 15° - 50° ;
 - napięcie anodowe $U_A = 35$ kV ; prąd anodowy $I_A = 1$ mA.
10. Nacisnąć przycisk **Continue** w celu akceptacji wszystkich ustawień i przejścia do okna uruchamiającego pomiar.
11. Uruchomić **START**.

Dodatek B

Wzory i inne dane niezbędne do opracowania ćwiczenia

Wzór Bragga

$$2d\sin\theta = n\lambda. \quad (1)$$

Odległość międzypłaszczyznowa d_{hkl} dla układu regularnego

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

Gęstość ρ

$$\rho = \frac{M}{V} = n \cdot m \cdot \frac{1}{a^3}, \quad (3)$$

gdzie : $m = \frac{m_A}{N} \rightarrow$, $n = \frac{\rho N a^3}{m_A}$;

n - liczba atomów w komórce elementarnej;

m - masa 1 atomu Mo ;

m_A - ciężar atomowy dla Mo : $m_A = 10,2$ g;

N - liczba Avogadro $N = 6,022 \cdot 10^{23}$ at/mol;

a - stała sieciowa dla kryształu Mo;

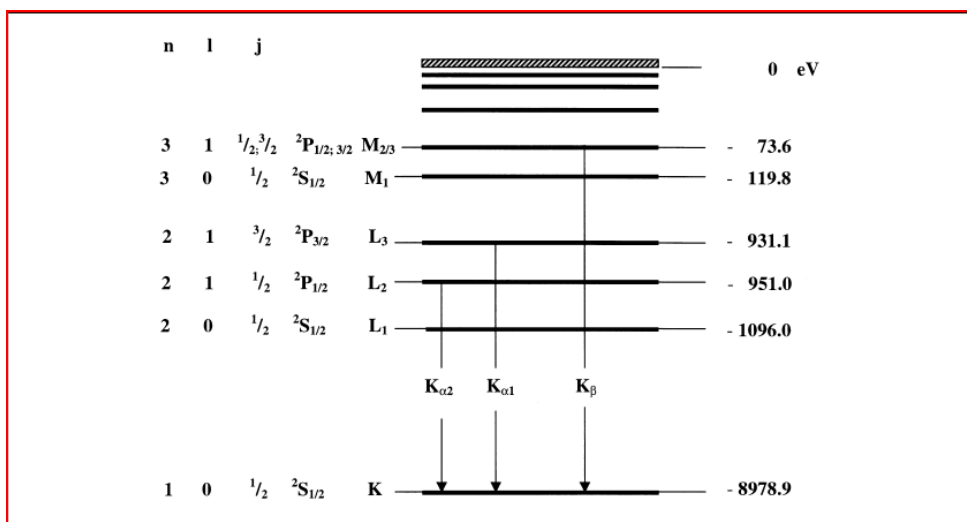
ρ - gęstość molibdenu: $\rho = 10,2$ g/cm³.

Długości fal składowych K_β i K_α dla **anody Cu** : $\lambda(K_\beta) = 139,22$ pm ; $\lambda(K_\alpha) = 154,18$ pm.

Tabela 1. Przykładowa tabela do wykonania obliczeń w ćwiczeniu.

Nr. linii	ϑ°	$\sin \vartheta$	$\sin^2 \vartheta$	$s=h^2+k^2+l^2$	$\sin^2 \vartheta/s$	$a[\text{pm}]$	hkl	$\Delta a[\text{pm}]$

Schemat poziomów energetycznych miedzi przedstawiony jest na *Rysunku 5*.



Rysunek. 5. Schemat poziomów energetycznych miedzi ($Z = 29$).