

*Mérési jegyzőkönyv:*

# Röntgendiffrakció

Rakyta Péter

mérőtársak: Mezei Márk és Pósfai Márton

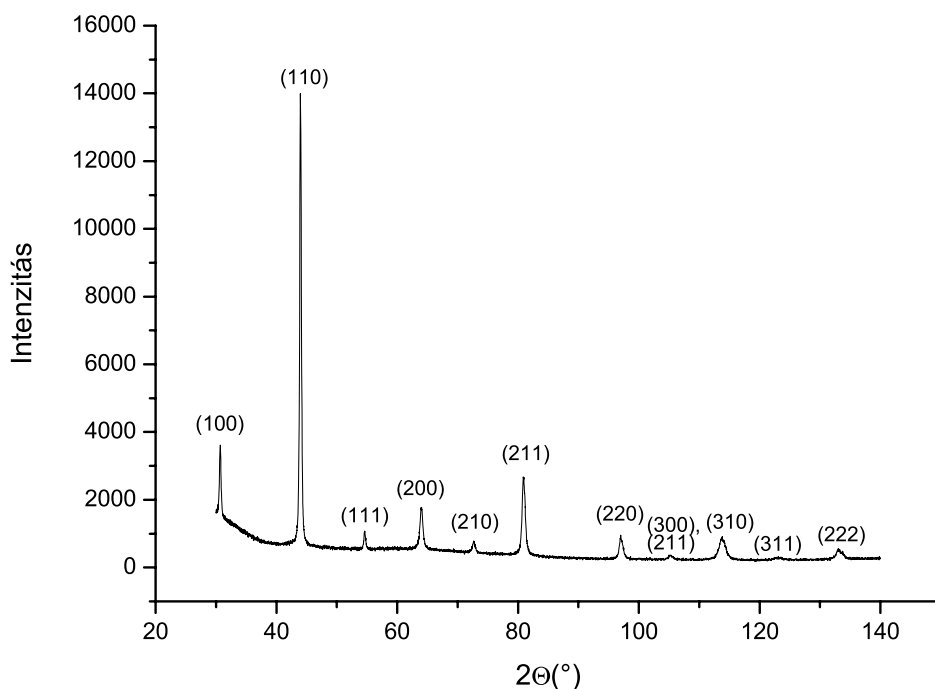
mérés időpontja: 2007. március 1.  
ledás időpontja: 2007. március 12.

*Mérésvezető:*  
Gubicza Jenő



# 1. Feladat: *FeAl* rácstípusának meghatározása

A mérés helyszínén rendelkezésünkre bocsátott adatokat számítógéppel elemeztük. Az adatsor lényegében az intenzitást, vagyis a röntgenfotonok beütésszámát tartalmazta a mérési szög függvényében. Az adatsort a laborban megtalálható *Origin* programmal ábráztuk. (1. ábra).



1. ábra. A *FeAl* röntgendiffrakciójának intenzitáseloszlása.

A grafikonon megkerestük az egyes intenzitáscsúcsokat, majd ezeket párosítottuk az egyes reflexiókhoz. Nem láttunk különböző csúcsokat a  $CuK\alpha_1$  és  $CuK\alpha_2$  hullámhosszak külön diffrakcióinak megfelelően, így a számolások során a hullámhosszak intenzitásukkal súlyozott átlagát használtuk:  $CuK\alpha$  :  $\lambda = 1.5418 \text{ \AA}$ , és az aszimmetrikus csúcsok súlypontjainak tulajdonítottuk az ehhez a hullámhosszhoz tartozó diffrakciókat. A köbös szerkezetű kristályfajta a reflexióindexekből számított  $N$  meghatározásával tudtuk beazonosítani.  $N$ -t az alábbi képlettel számolhatjuk ki:

$$h^2 + k^2 + l^2 = N = a^2 / d_{hkl}^2, \quad (1)$$

ahol  $d_{hkl}$ -t a Bragg-feltételből kapjuk:

$$2d_{hkl} \sin \theta = \lambda. \quad (2)$$

A rácsállandót ( $a$ ) ugyan nem ismerjük, de tudjuk, hogy a legkisebb indexű reflexiókra  $N$  értéke nem haladja meg a 3-t (a kiosztott „A köbös rácsok pordiffraktogramján megjelenő reflexiók” c. táblázat alapján). Tegyük fel, hogy a legkisebb indexű reflexióra éppen  $N_{min} = 1$ . Ekkor

a rácsállandó  $a \approx d_0$ , ahol  $d_0$  a legkisebb indexű reflexióhoz tartozó síkseregtávolság. Ha felhasználjuk ezt az értéket a reflexióindexek négyzetösszegének kiszámolásához, akkor egy egész számokból álló sorozatot kell kapnunk. Amennyiben nem kapunk egész számokat, tovább kell próbálkoznunk,  $N_{min} = 2$ -vel, vagy végül  $N_{min} = 3$ -mal elvégezve a számítást az összes lehetőséget megvizsgáltuk. A számolások elvégzésekor azonban kiderült, hogy  $N_{min} = 1$  jó választásnak bizonyult, mint azt a későbbiekben kifejtjük. Az alábbi táblázat az adatsorból nyert intenzitás-maximumokhoz tartozó szögeket, a hozzájuk tartozó síkseregtávolságot és a reflexióindexek négyzetösszegét tartalmazza:

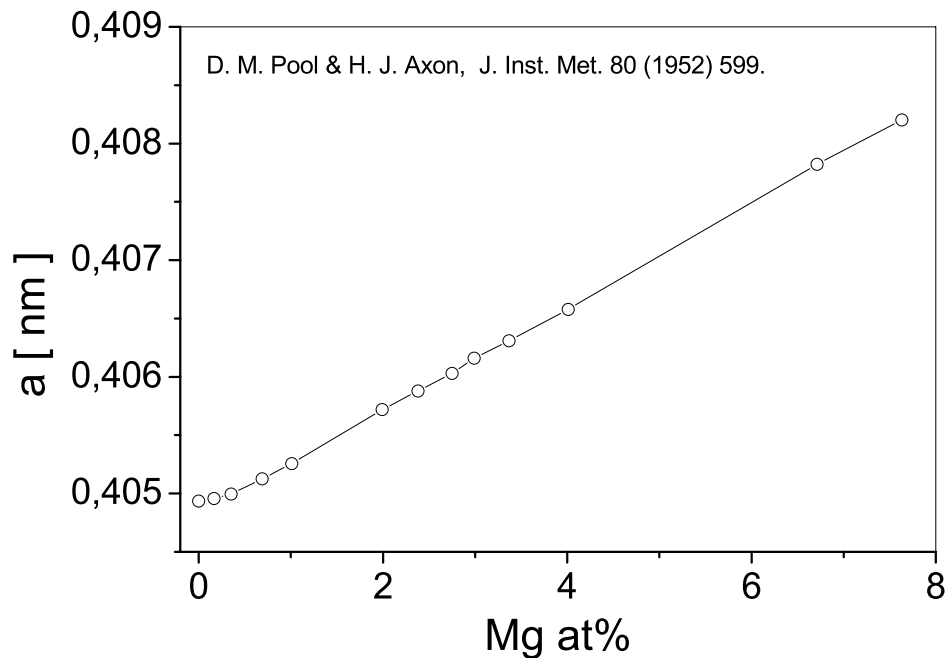
szög $2\theta$	síkseregtávolság $d$ [Å]	reflexióindexek négyzetösszege $N$
30.71	0.11799	0.99998
43.99	0.23603	2.00042
54.62	0.35421	3.00202
64	0.47252	4.00477
72.67	0.59073	5.0066
80.94	0.70886	6.00779
97.06	0.94475	8.00706
105.31	1.06349	9.01343
113.89	1.18207	10.01843
123.1	1.3008	11.0247
133.23	1.41761	12.01463

Ha az  $N$  értékeket összevetjük a kiosztott táblázatban szereplő egyes köbös rácsokra jellemző reflexióindexekkel, kiderül hogy az egyszerű köbös ráccsal állunk szemben, felépítésének megfelelően csak  $N = 7$ -hez nem tartozott reflexió (ez ugyanis nem állítható elő három egész szám négyzetösszegeként). Megjegyezzük, hogy ha csak 6 csúcsot mértünk volna, az nem lenne elég a rács azonosítására, mivel az  $N_{min} = 1$  és  $N_{min} = 2$  feltételezések egyaránt egész számokra vezettek volna. Ezen számokból képzett sorozatok szerepeltek volna a táblázatban és nem különböztethettük volna meg az egyszerű és tércentrált rácsokat.

## 2. Feladat: mechanikai ötvözéssel előállított $Al(Mg)$ ötvözet ötvöző atom koncentrációjának meghatározása

A mérés elve azon alapul, hogy az ötvöző atomok mennyiségével változik a köbös rács rácsállandója. A koncentráció és a rácsállandó között egy jól definiált, (a vizsgált tartományban) szigorúan monoton függvény értelmezhető (2. ábra). Ha tehát megmérjük a köbös rács rácsállandóját, a rendelkezésünkre bocsátott grafikon segítségével meghatározhatjuk a  $Mg$  atomok koncentrációját a mintában.

A kiosztott adatkártya alapján az  $Al$  minimális reflexióindex négyzetösszege  $N_{min} = 3$ -nak adódik, majd utána  $N = 4$  következik. Ennek alapján eldönthető, hogy az  $Al$  lapcentrált köbös rácsban kristályosodik. A rácsállandót az (1) egyenlet segítségével számolhatjuk ki, hiszen



2. ábra. A rácsállandó a *Mg* atomok koncentrációjának függvényében.

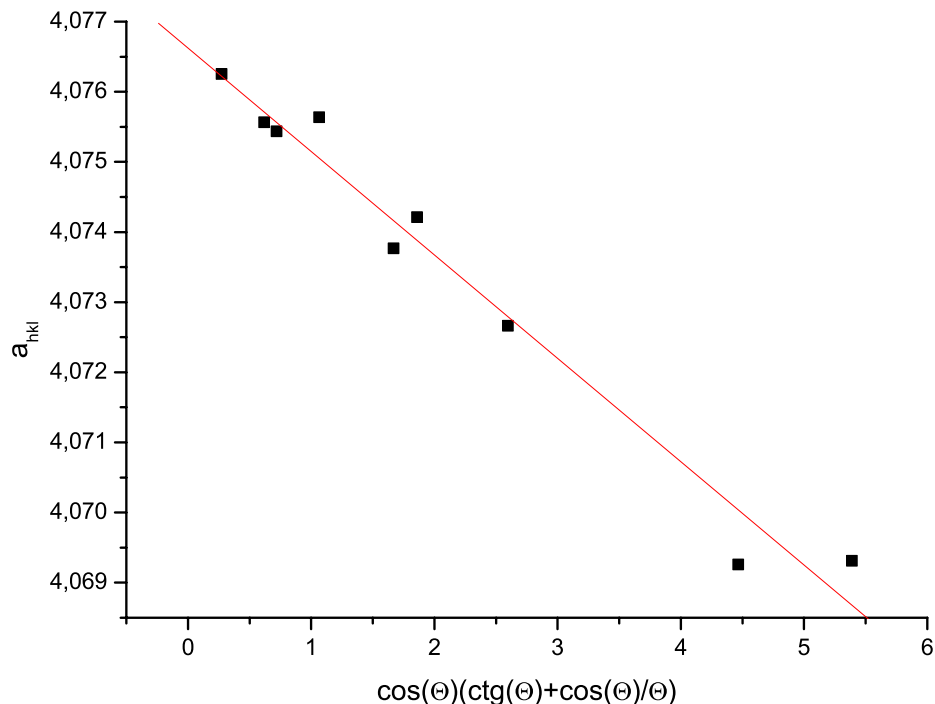
a reflexióindexeket ismerjük, a rácstávolságokat pedig kiszámoljuk a Bragg-egyenletből. Az alábbi táblázat a csúcsokhoz tartozó szögeket, a hozzájuk tartozó síkseregtávolságokat, a reflexiós indexek négyzetösszegeit és az egyes esetekben kiszámolt rácsállandókat szemlélteti.

szög $2\theta$	síkseregtávolság $d$ [Å]	reflexiós indexek négyzetösszege $N$	rácsállandó $a$ [Å]
38.31	2.34942	3	4.06931
44.53	2.03463	4	4.06926
64.74	1.4399	8	4.07266
77.74	1.22842	11	4.07421
81.92	1.176	12	4.07377
98.33	1.01891	16	4.07564
111.08	0.93497	19	4.07544
115.54	0.91132	20	4.07557
135.79	0.83206	24	4.07625

A jegyzet szerint az egyes esetekben kiszámolt rácsállandókat korrigálni kell. A valódi ( $a_0$ ) és a számolt ( $a_{hkl}$ ) rácsállandók között a szórási szög teremt kapcsolatot:

$$a_{hkl} = a_0 - D \cos \theta \left( \operatorname{ctg} \theta + \frac{\cos \theta}{\theta} \right) \quad (3)$$

A valódi rácsállandót úgy kapjuk, ha a mérési pontokra egy az előbbi egyenlet által meghatározott egyenest illesztünk. Az illesztést a 3. ábra szemlélteti. Az illesztés eredménye:



3. ábra. A rácsállandó meghatározása illesztéssel.

$$\boxed{a_0 = 4,0767(\pm 0,00026) \text{ \AA}} \quad D = -0,00148(\pm 0,00001) \text{ \AA} \quad (4)$$

Most már könnyen meghatározhatjuk a Mg atomok koncentrációját, ha a 2. ábráról leolvassuk a meghatározott rácsállandóhoz tartozó koncentrációt:

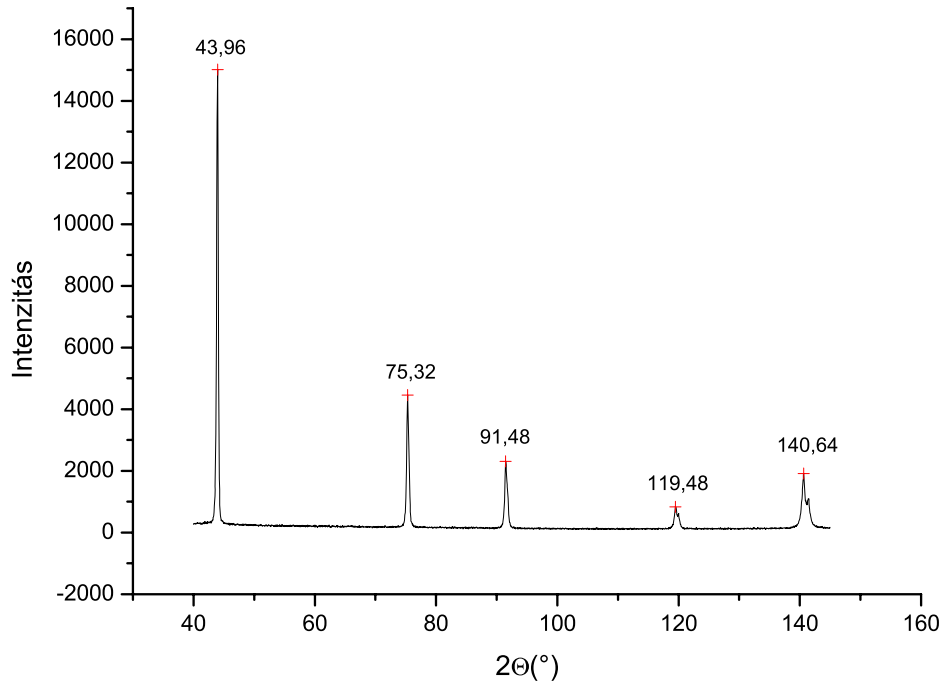
$$\eta \approx 6\%. \quad (5)$$

### 3. Feladat: ismeretlen fázis azonosítása

A labor megkezdésekor a diffraktométerbe helyeztük a vizsgálandó mintát, mialatt az első két feladatot kiértékeltek – körülbelül másfél óra alatt – lefutott a mérés. A kapott adatsort számítógéppel ábráztuk. Az általunk használt *Origin* program egyik funkciója segítségével megkerestük a diffraktogramm csúcsait:

A Bragg-egyenlet segítségével kiszámoltuk az egyes reflexiókhoz tartozó rácsávolságokat:

$$d_{hkl} = \frac{\lambda}{2 \sin \Theta}. \quad (6)$$



4. ábra. Az ismeretlen fázis diffraktogramja

Mivel a  $K_{\alpha 1}$ -hez és a  $K_{\alpha 2}$ -höz tartozó csúcsok nem különültek el, a súlyozottan átlagolt hullámhosszal számoltunk:

$$\lambda = 1,5418\text{\AA}. \quad (7)$$

Az intenzitás kiszámításához a csúcsok alatti területet kellett volna kiszámolnunk, ehelyett a csúcsok magasságával közelítettük. A legintenzívebb csúcsot 100-ra normáltuk. Az így kapott adatok:

szög $2\theta$	síkseregtávolság $d$ [Å]	relatív intenzitás
43.96	2.05808	100
75.32	1.26078	29.73477
91.48	1.07557	15.35386
119.48	0.89181	5.56444
140.64	0.81809	12.72824

Rendelkezésünkre állt a *Powder Diffraction Files* számítógépes adatbázis, melynek az általunk használt verziója 77 ezer fázis adatait tartalmazza. Az adatbázisban a három legintenzívebb csúcs alapján lehet keresni, minden csúcsához meg kell adni egy intervallumot(hibahatárt), melybe a hozzátartozó  $d_{hkl}$  beleesik. Ha így is sok találatot kapunk, szűkíthetjük a keresést, ha például ismerjük a minta kémiai összetételét.

A mi esetünkben a három legintenzívebb az első három csúcs volt, és a keresés csak egy találatot adott. Így megkaptuk, hogy az ismeretlen fázis a gyémánt. Látható, hogy hibahatáron

belül az ötödik csúcs is lehetne a harmadik legerősebb, amikor erre kerestünk rá, a gyémánt egy korábban törölt adatlapját kaptuk meg.