




Krytalografia

Budowa dyfraktometru
czterokołowego. Przebieg pomiaru
dyfraktometrycznego



Dyfraktometr czterokołowy

- Pomiar intensywności refleksów w sposób zautomatyzowany umożliwia zastosowanie dyfraktometrów czterokołowych
- Najbardziej popularne są dwa typy dyfraktometrów o nieco różnej konstrukcji goniometru
 - geometria Eulera
 - geometria kappa

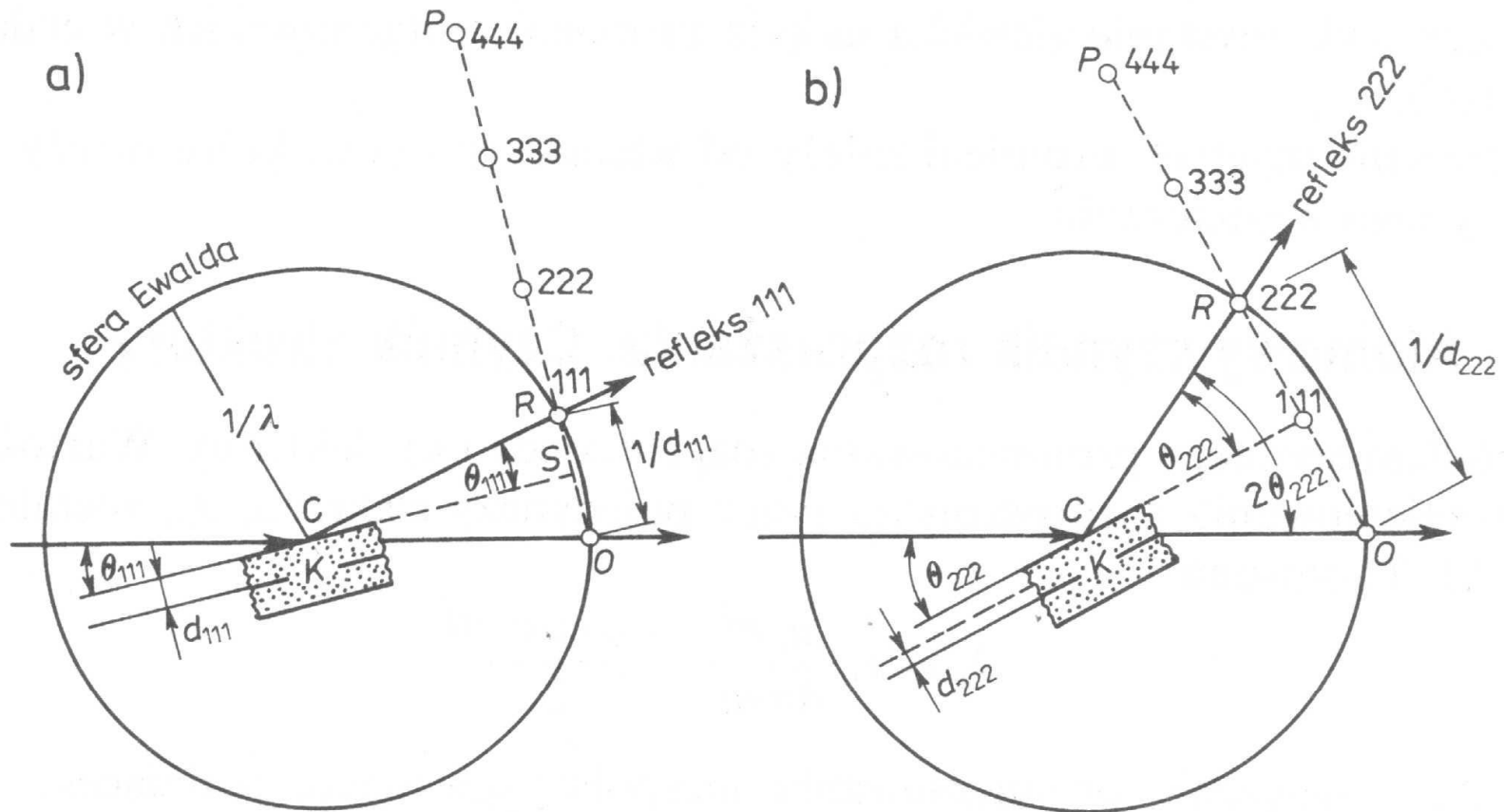
Budowa dyfraktometru czterokołowego

- źródło promieni rentgenowskich: generator wysokiego napięcia + lampa
- goniometr umożliwiający precyzyjne ustawienie kryształu i detektora
- detektor
- komputer sterujący przebiegiem pomiaru i obróbką danych

Zasada działania

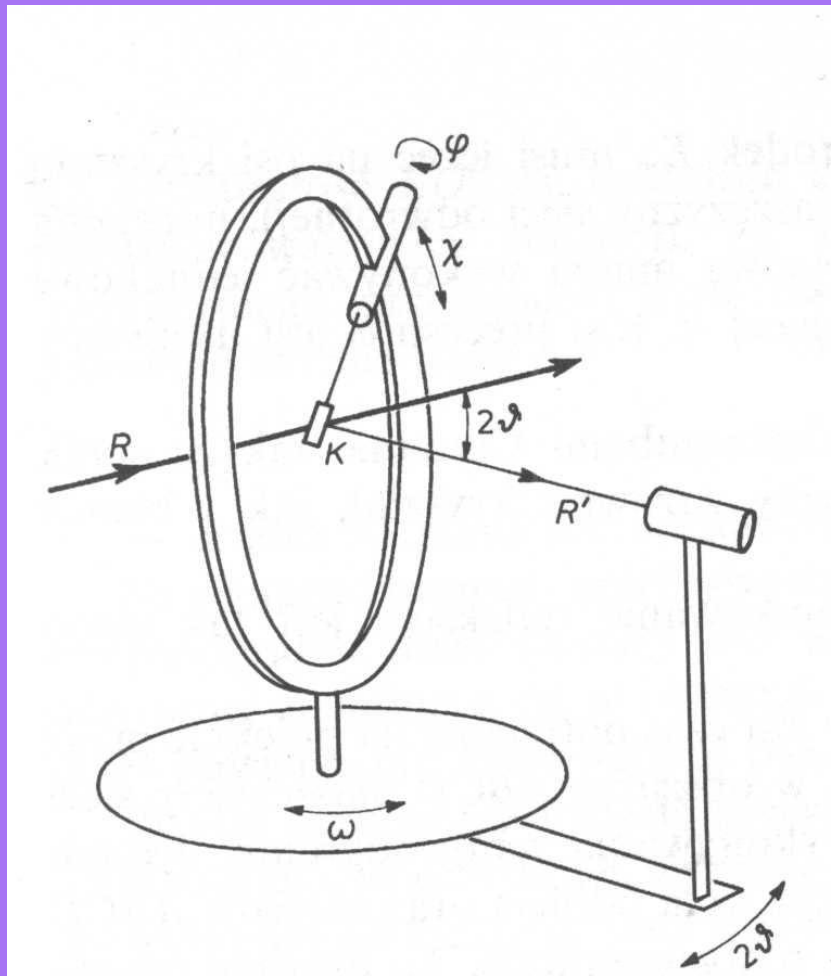
- trzy koła umożliwiają dowolną orientację kryształu w przestrzeni
- czwarte koło steruje położeniem detektora
- wiązka pierwotna, kryształ i detektor znajdują się w jednej płaszczyźnie zwanej **płaszczyzną dyfrakcji**

Znajdowanie położeń dyfrakcyjnych

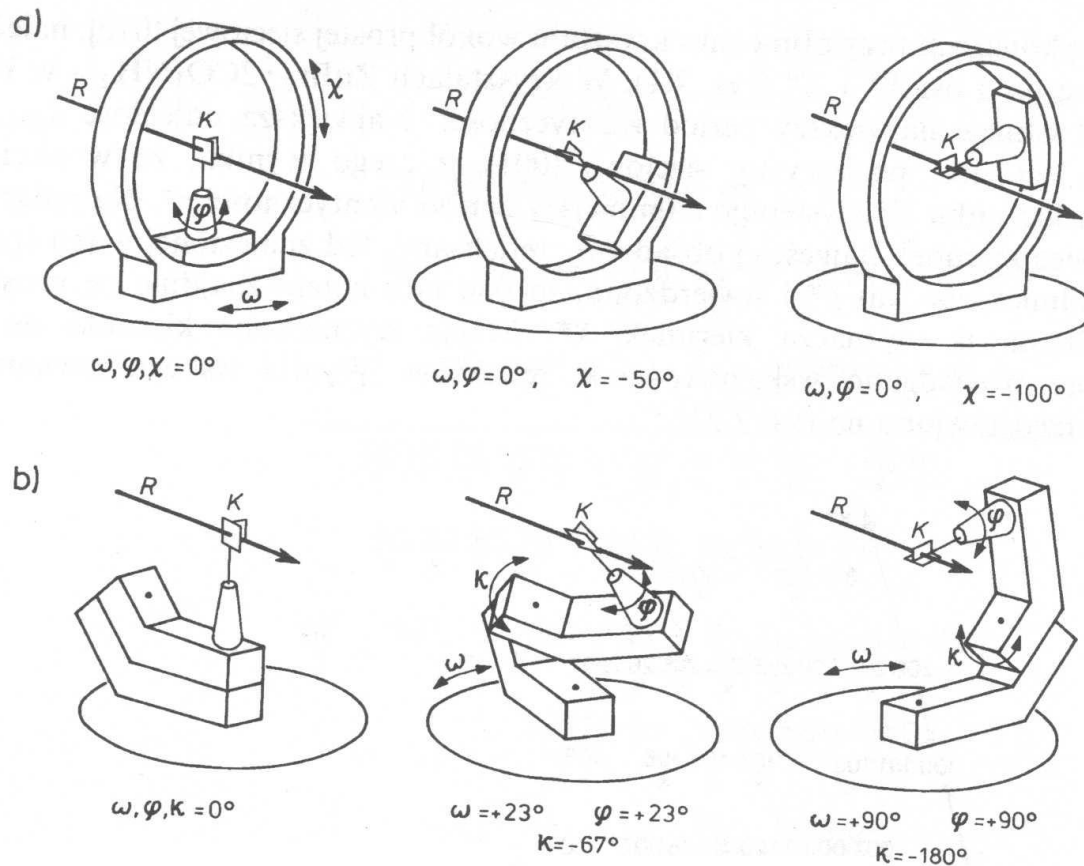


Rys. 7.16. Interpretacja geometrii dyfrakcji za pomocą sfery Ewalda i sieci odwrotnej. a) Refleks pierwszego rzędu od płaszczyzny (111), b) refleks drugiego rzędu od płaszczyzny (111)

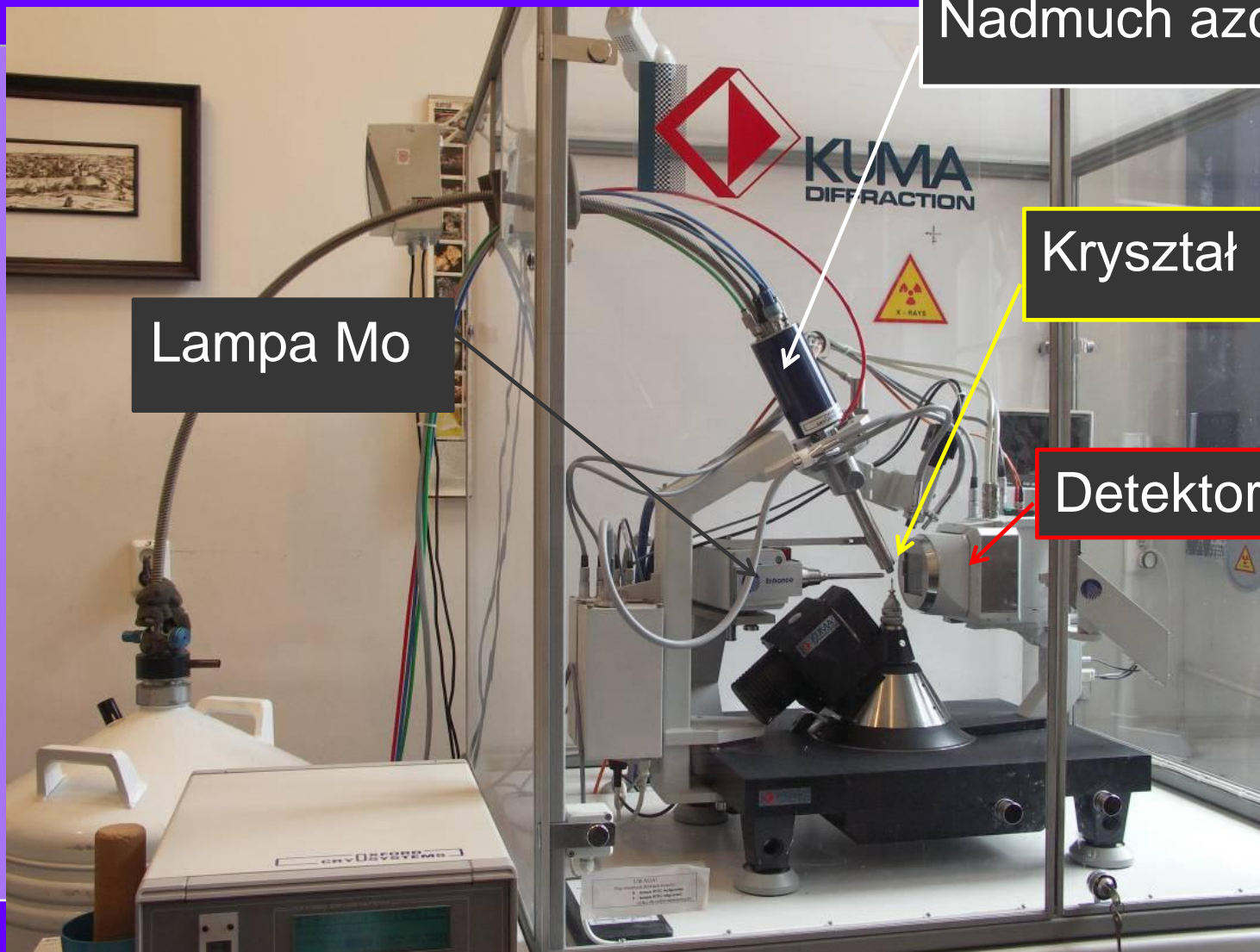
Geometria Eulera



Geometria Eulera (a) i kappa (b)



Rzeczywisty przyrząd



Lampa Mo

Nadmuch azotu

Kryształ

Detektor CCD

Etapy pomiaru dyfraktometrycznego

- wybór monokryształu
- zamocowanie go na główce goniometrycznej
- centrowanie kryształu
- wyznaczanie stałych sieciowych
- pomiar natężeń refleksów
- (ew.) korekcja absorpcji

Wybór monokryształu

- Dobry kryształ do badań powinien spełniać następujące kryteria:
 - wymiar mniejszy od średnicy wiązki $\sim 0,8$ mm
 - rozmiar w każdym kierunku w zakresie 0,2-0,5 mm
 - otoczony naturalnymi ściankami
 - być monokryształem, nie zrostem lub kryształem zbliźniaczonym
 - być trwałe w czasie całego pomiaru
 - brak pęknięć

Zamocowanie kryształu

- Do mocowania kryształu na pręciku szklanym główki goniometrycznej można stosować żywice chemoutwardzalne, lakier itp.
- Substancje wrażliwe i tracące rozpuszczalnik można zamykać w szklane kapilary
- Do pomiaru w niskich temperaturach kryształ można mocować w skrzepniętym oleju parafinowym lub silikonowym

Ocena jakości kryształu

- Przed zamocowaniem kryształu należy obejrzeć go w mikroskopie polaryzacyjnym dla zmniejszenia szansy pomiaru kryształu zbliźnionego
- Kryształ nie powinien zawierać pęknięć ani przyklejonych odłamków innych kryształów
- Kryształy zbyt duże należy przycinać do odpowiednich wymiarów (optimum $x=3/\mu$)

Wyznaczanie stałych sieciowych

- Dokonujemy przeszukania fragmentu sieci odwrotnej w celu znalezienia kilkunastu silnych refleksów
- Na ich podstawie komputer oblicza macierz orientacji kryształu i proponuje komórkę elementarną
- Mając dane komórki można dokonać indeksowania refleksów

Obróbka zmierzonych nateżeń

- Przeliczenia intensywności na czynniki struktury dokonuje program dołączany do przyrządu (*ang. data reduction*)
- $I_{hkl} = F_{hkl}^2 T A PL p_{(hkl)}$
 - F_{hkl} czynnik struktury
 - T czynnik temperaturowy
 - A czynnik absorpcyjny
 - PL polaryzacja Lorenza, $PL=PL(\theta)$
 - $p_{(hkl)}$ liczebność płaszczyzny sieciowej hkl

Podsumowanie

- Do badania dyfrakcji promieni rentgenowskich na monokryształach można stosować kamery rejestrujące zdjęcia bądź posłużyć się dyfraktometrem czterokołowym
- Zastosowanie dyfraktometru umożliwia zautomatyzowanie wyznaczania parametrów sieciowych, pomiaru natężeń refleksów oraz obróbki danych