
Röntgendiffrakció

Korszerű vizsgálati módszerek

jegyzőkönyvet készítette:

Asztalos Bogdán

mérés időpontja: 2019. 02. 15.

mérőtársak: Boldizsár Bálint, Molnár Janka

mérésvezető: Hecz Anita

Tartalomjegyzék

1. Bevezetés	2
2. Mérés leírása	2
3. Mérési eredmények	3
3.1. FeAl rács típusának meghatározása	3
3.2. Mg koncentráció meghatározása	4
3.3. Ismeretlen fázis azonosítása	7
3.4. Cu rácsparaméterének meghatározása	8

1. Bevezetés

Anyagtudományi vizsgálatok során az egyik legfontosabb információ egy anyagról, az atomi szerkezeti összetétele. Mivel az atomi méretek 10^{-10} m nagyságrendűek, ezért ezeket nem tudjuk a hagyományos optikai módszerekkel vizsgálni, hiszen a fény hullámhossza ennél nagyobb, így az ennél nagyobb frekvenciájú röntgensugárzást kell használnunk. A röntgendiffrakciós vizsgálatok az anyagtudomány egyik legelterjedtebb módszerei, így igen jelentősek. A laborgyakorlaton röntgendiffrakciós módszerekkel állapítjuk meg néhány minta szerkezetét, és mérjük meg egyes tulajdonságaikat.

2. Mérés leírása

A röntgendiffrakció lényege, hogy a vizsgálandó mintára röntgensugárzást irányítva, az azon áthaladó, vagy visszaverődő sugárzás intenzitása függ a minta szerkezetétől. Ezáltal, megmérve az intenzitás helyfüggését, következtetni tudunk a vizsgált minta atomi tulajdonságaira. A mérés pontos elméleti háttere részletesen le van írva a mérésleírásban [1], itt csupán röviden összefoglaljuk a mérési módszerek alapjait.

Első feladatunkként FeAl minta rácsszerkezetét határozzuk meg a reflexiók elemzésével. A mintát különböző ϑ szöggel sugározva röntgennel, a érzékelt intenzitásban erősítési csúcsok jelennek meg. A csúcsok olyan szögeknél lépnek fel, amikre fennáll a Bragg-egyenlet:

$$2d_{hkl} \sin \vartheta = \lambda \quad (1)$$

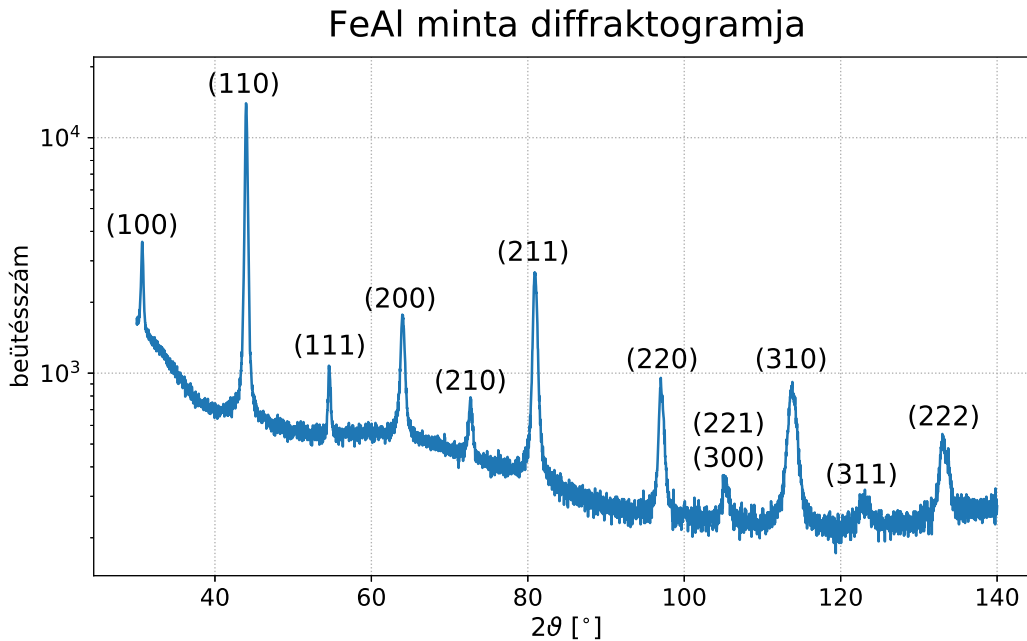
ahol d_{hkl} a hkl Miller-indexekkel jellemezhető rácssíksereg távolsága. Köbös rács esetén ez

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

Bevezetve a $N = h^2 + k^2 + l^2$ jelölést, azt tapasztalhatjuk, hogy az $\frac{a^2}{d_{hkl}^2}$ hányadosok az erősítési helyeken az N egész számoknak felelnek meg, ám a kioltási szabályok alapján, nem minden egész szám jelenik itt meg. A különböző köbös szerkezetek esetén különböző N -ek esetén kapunk erősítést, tehát megtalálva ezeket a számokat, megállapítható lesz a vizsgált kristály szerkezete is. (Ehhez természetesen feltételezni kell, hogy a minta köbös rács szerkezetű, de a labor során mintákra vizsgált mintákra ez fennáll.)

Ezután egy AlMg ötvözetben lévő Mg atomok arányát állapítjuk meg. Ezt az előző módszerhez hasonlóan tesszük meg: az erősítési helyekből meghatározzuk a d_{hkl} értékeket, amiből a (2) képlet segítségével kiszámolhatók a hozzájuk tartozó a_{hkl} értékek. Ebből a Nelson–Riley-formula segítségével kiszámolható a valódi rácsparaméter, a szennyezettség miatt azonban ez más, mint egyszerű Al esetében. Mivel ez a jelenség a Mg atomok jelenlététől függ, ennek méréséből meghatározható a minta Mg tartalma is.

Következő feladatként egy ismeretlen mintát azonosítunk az ICDD adatbázis segítsé-



1. ábra.

gével. Itt szintén az erősítési helyeket állapítjuk meg. Mivel ezek anyagról anyagra különbözöek, a kapott értékek alapján azonosítható a vizsgált minta. Ehhez azonban szükséges, hogy a beazonosítandó anyag diffrakcióját korábbról ismerjük. Az ICDD adatbázis sok, már ismert anyag diffrakciós tulajdonságait tárolja, így ebben a mérés elvégzése után rákereshetünk a diffrakciós csúcsokra.

Végül pedig egy Cu minta rácsszerkezetét fogjuk megvizsgálni, és megmérni a rácsparaméterét a korábbiakhoz hasonló módon.

A mérés során végig $\lambda = 0,15418$ nm hullámhosszú $\text{CuK}\alpha$ sugárnyalábot használtunk.

3. Mérési eredmények

3.1. FeAl rácstípusának meghatározása

A rácstípus meghatározásához megmértük a minta diffraktogramját. Amikor a forrás a mintára ϑ szögben bocsátja a sugárzást, akkor a detektor a visszavert sugárzást már a forráshoz képest 2ϑ szögben érzékeli, így ezt az érzékelt beütésszámot 2ϑ függvényében tudjuk mérni. Ezt az 1. ábra ábrázolja. Az ábra alapján leolvastuk a csúcsok helyeit, majd kiszámoltuk az ezekhez a szögekhez tartozó $\frac{1}{d_{hkl}^2}$ értékeit. Ezeknek egymáshoz egész számokként kell arányuljanak, tehát elosztottuk egy olyan számmal, hogy mindegyik érték nagyjából egész szám legyen. Ezt az 1. táblázat tartalmazza. Ahhoz, hogy beazonosítsunk egy köbös kristályt, az legalább az első hét csúcsot kell megvizsgálnunk. Ahogy az az 1. táblázatból leolvasható, ezek közül csak az $N = 7$ hiányzik. Ez a köbös szerkezetű kristályok közül az egyszerű köbös szerkezetre utal, tehát a vizsgált FeAl minta egyszerű köbös

2θ [°]	2θ [rad]	d_{hkl} [Å]	d_{hkl}^{-2} [Å ⁻²]	N számolt	N valódi
30,65	0,5349	2,9171	0,1175	1	1
44,00	0,7679	2,0580	0,2361	2,009	2
54,63	0,9535	1,6799	0,3544	3,015	3
64,00	1,1170	1,4548	0,4725	4,020	4
72,68	1,2685	1,3009	0,5909	5,027	5
80,93	1,4125	1,1879	0,7087	6,029	6
97,03	1,6935	1,0291	0,9442	8,034	8
105,31	1,8380	0,9697	1,0635	9,048	9
113,84	1,9869	0,9200	1,1815	10,052	10
123,10	2,1485	0,8768	1,3088	11,067	11
133,15	2,3239	0,8401	1,4169	12,055	12

1. táblázat. A FeAl minta erősítési helyeiből számolható d_{hkl} értékek, és az ezekhez tartozó egész számok

rácsszerkezetbe rendeződik.

3.2. Mg koncentráció meghatározása

Ebben a feladatban a vizsgált AlMg ötvözet Mg tartalmát határozzuk meg a Nelson–Riley-módszerrel. Ehhez az előző fejezethez hasonlóan megmértük a diffraktogramot, amely a 2. ábrán látható. Ezúttal is leolvastuk a diffrakciós csúcsok helyét, amiből a $\frac{1}{d_{hkl}^2}$ értékek egymáshoz való arányának segítségével felírtuk a diffrakcióban jelen lévő N -eket és ezekből kiszámoltuk a_{hkl} értékeket. Ezeket a 2. táblázat tartalmazza.

A Nelson–Riley-formula alapján a mérhető a_{hkl} -ek függenek a szögtől az alábbi módon:

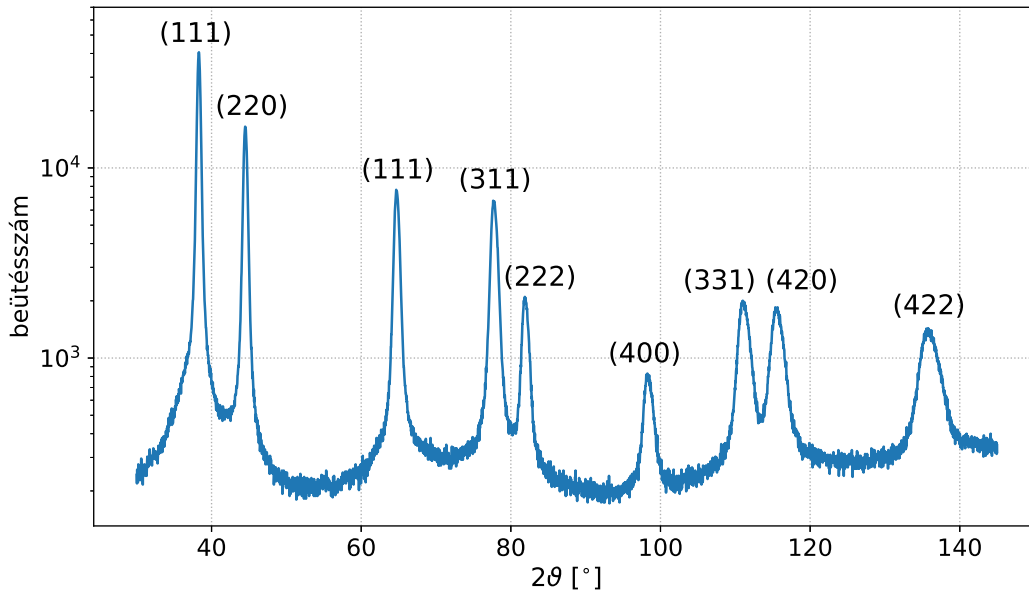
$$a_{hkl} = a_0 - D \cos \vartheta \left(\operatorname{ctg} \vartheta + \frac{\cos \vartheta}{\vartheta} \right) \quad (3)$$

Ez alapján tehát, ábrázolva a_{hkl} -t $\cos \vartheta \left(\operatorname{ctg} \vartheta + \frac{\cos \vartheta}{\vartheta} \right)$ függvényében, az adatokra egyenes illeszthető, aminek a tengelymetszete lesz a valódi rácsparaméter. Ezt a 3. ábra ábrázolja. A rá illesztett egyenes illesztési paramétere:

$$\begin{aligned} a_0 &= (0,40737 \pm 0,00053) \text{ nm} \\ D &= (-65 \pm 20) \text{ fm} \end{aligned} \quad (4)$$

Egy megadott adatsor alapján az AlMg ötvözet rácsparamétere a Mg koncentráció értékével nő. Ezt az adatsort ábrázolja a 4. ábra. A vizsgált minta Mg tartalmát úgy határozhatjuk meg, hogy megkeressük a kapott a_0 értékhez tartozó koncentrációértéket. Mivel csak néhány pont áll rendelkezésünkre, ezért ezt a számítást lineáris interpolációval

AlMg minta diffraktogramja

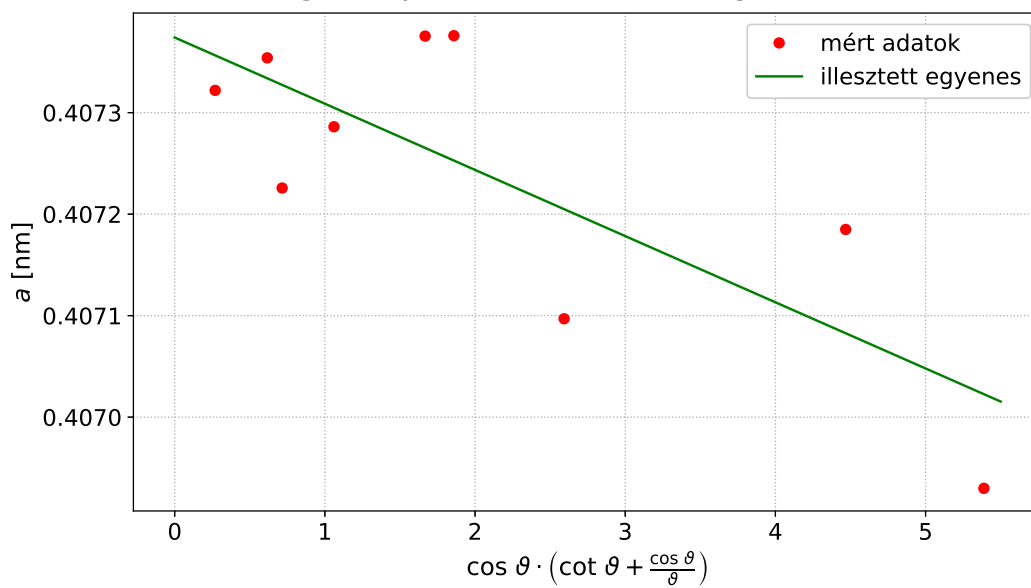


2. ábra.

2θ [°]	2θ [rad]	d_{hkl} [Å]	d_{hkl}^{-2} [Å ⁻²]	N számolt	N valódi	a [Å]	$\cos \theta$ ($\text{ctg } \theta + \frac{\cos \theta}{\theta}$)
38,31	0,6686	2,3495	0,1812	3	3	4,0695	5,3890
44,50	0,7767	2,0359	0,2413	3,996	4	4,0718	4,4680
64,77	1,1304	1,4394	0,4827	7,992	8	4,0712	2,5933
77,75	1,3570	1,2283	0,6628	10,977	11	4,0738	1,8590
81,92	1,4298	1,1760	0,7231	11,973	12	4,0738	1,6676
98,42	1,7178	1,0182	0,9646	15,972	16	4,0728	1,0605
111,21	1,941	0,9342	1,1458	18,975	19	4,0721	0,7155
115,63	2,0181	0,9109	1,2052	19,956	20	4,0737	0,6164
136,00	2,3736	0,8315	1,4464	23,952	24	4,0735	0,2696

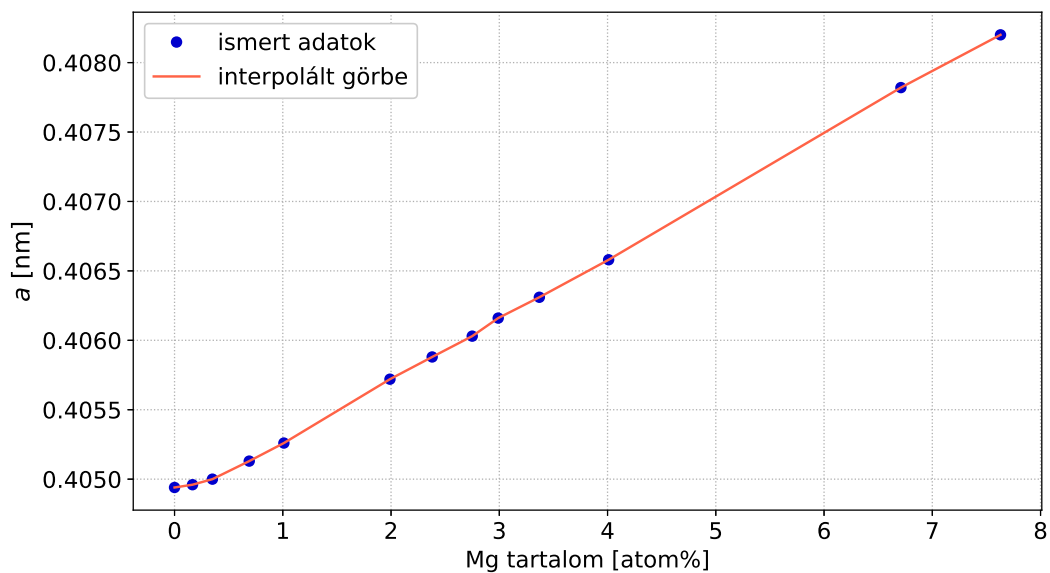
2. táblázat. A AlMg minta erősítési helyeiből számolható d_{hkl} értékek, és ezekhez tartozó a_{hkl} -k

AlMg rácsparaméterének meghatározása

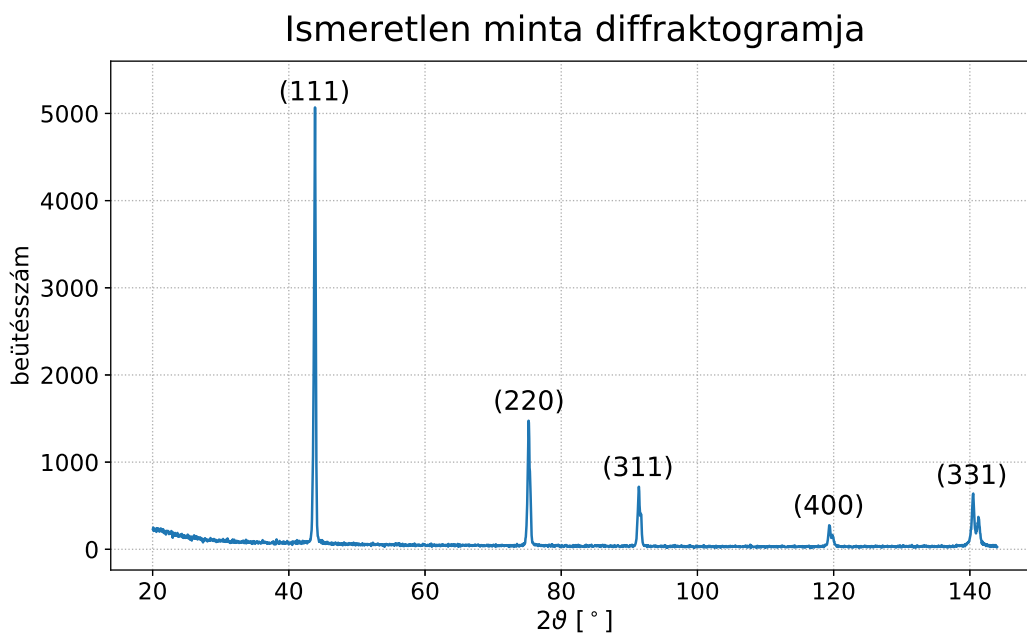


3. ábra.

Mg tartalom meghatározása



4. ábra.



5. ábra.

2θ [°]	2θ [rad]	d_{hkl} [Å]
43,76	0,7638	2,0686
75,30	1,3142	1,2620
91,48	1,5966	1,0764
119,60	2,0877	0,8920
140,87	2,4583	0,8181

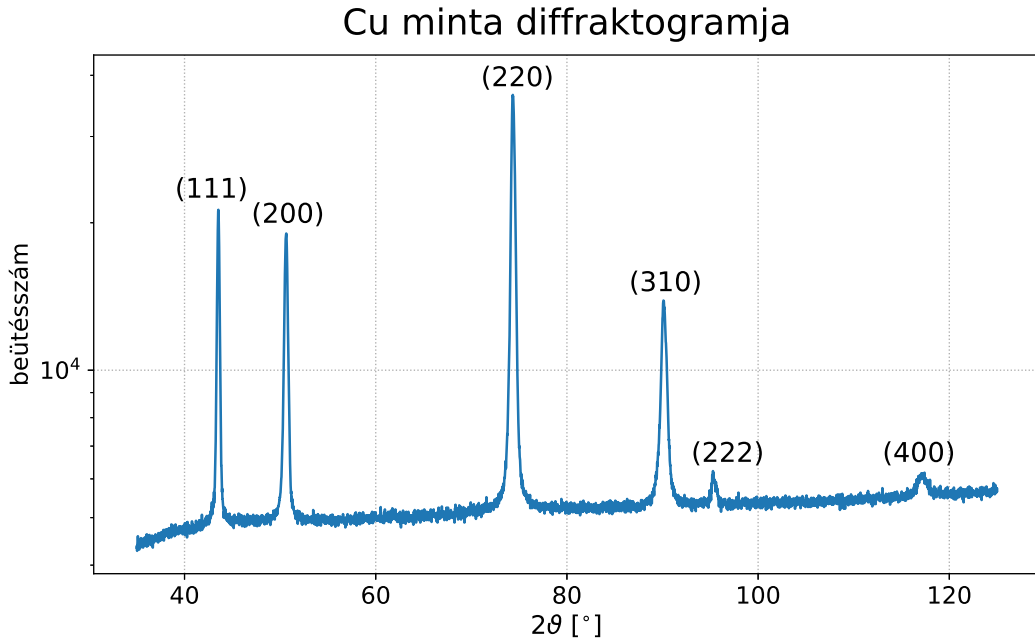
3. táblázat. Az ismeretlen minta diffrakciója során kapott csúcsok helyei

végezzük. Ez alapján a Mg atomok aránya:

$$c_{\text{Mg}} = (5,739 \pm 0,115) \text{ atom\%} \quad (5)$$

3.3. Ismeretlen fázis azonosítása

A feladatunk, hogy egy ismeretlen anyagot a röntgendiffrakció segítségével azonosítsunk. A minta vizsgálata során készült diffraktogramot az 5. ábra ábrázolja. Az azonosított csúcsokat a 3. táblázatban gyűjtöttük össze. Az ICDD adatbázisban való keresés során a három legnagyobb intenzitású csúcsból kiszámolt rácstávolságot kell megadni bizonyos hibával, és az ezek alapján kiadott találatok között lehet kiválasztani azt, amelyik megfelel a keresett mintának. Mivel esetünkben a három megadott csúcsra összesen egy találatot adott ki (amelyben a többi csúcs helye is stimmel), a további szűrésre nem volt szükség. A megtalált adatlap alapján a vizsgált minta anyaga szén, gyémántrácsban elhelyezkedve (azaz a minta egy gyémántminta).



6. ábra.

Ennek a mintának kerestük a kristallitméretét is. Ezt úgy tudjuk mérni, hogy az anyagban lévő rácshibák miatt a diffrakciós csúcsok kiszélesednek, és a kiszélesedés mértékéből tudunk következtetni a kristallitméretre. Mi az első csúcs kiszélesedését használtuk. Az első csúcs adatai alapján megmérhető az integrális szélesség, ami $\beta = 0,2858^\circ$ -nek adódott. A mérési elrendezésünk alapján az instrumentális szélességet a mérésleírás szerint $\beta_i = 0,1^\circ$ -nak vehetjük. Ebből kiszámolható a szemcseméretből adódó kiszélesedés:

$$\beta_f = \sqrt{\beta^2 - \beta_i^2} = 0,2677^\circ \quad (6)$$

Ez alapján pedig a szemcseméret:

$$\langle x \rangle_{\text{vol}} = \frac{4\lambda}{3\beta_f \cos \vartheta} = 47,40 \text{ nm} \quad (7)$$

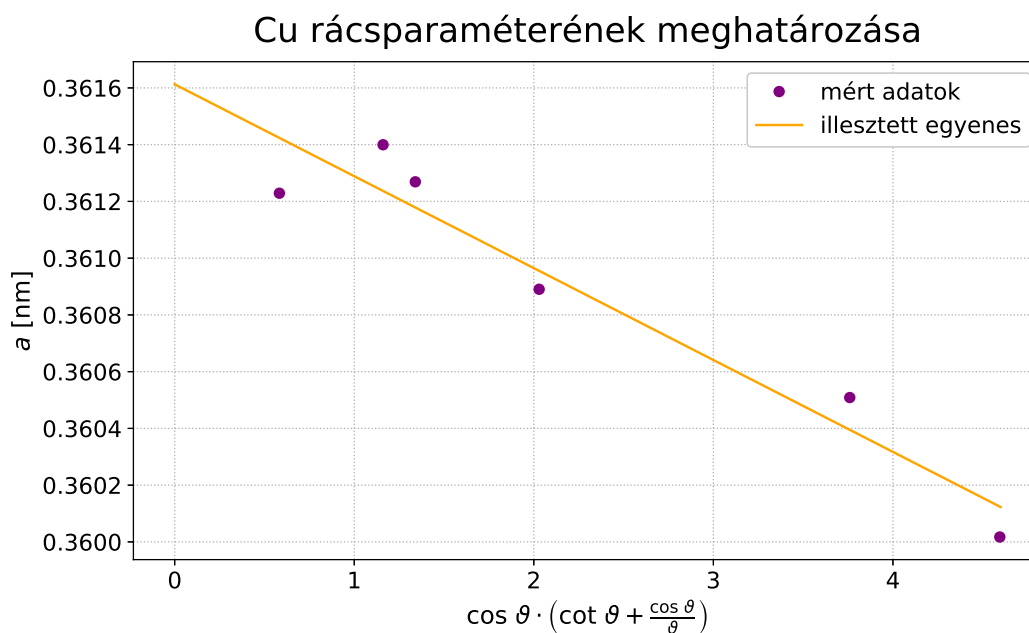
3.4. Cu rácsparaméterének meghatározása

A mérés utolsó részében a kapott Cu minta rácsparaméterét kellett meghatározni. Az előzőekhez hasonlóan, itt is a diffraktogramból indultunk ki, amely a 6. ábrán látható. A 3.2. fejezetben látottakhoz hasonlóan, ezúttal is kiszámoltuk a csúcsokhoz tartozó d_{hkl} , N és a_{hkl} , amelyeket a 4. táblázat tartalmaz.

A rácsparaméter értékét ebben a feladatrészben is a Nelson–Riley-módszer segítségével határozzuk meg. Az mért pontok, és az adatsorra illesztett egyenes a 7. ábrán látható. Az

2θ [°]	2θ [rad]	d_{hkl} [Å]	d_{hkl}^{-2} [Å ⁻²]	N számolt	N valódi	a [Å]	$\cos \theta \left(\cot \theta + \frac{\cos \theta}{\theta} \right)$
43,54	0,7599	2,079	0,2315	3,000	3	3,600	4,595
50,64	0,8838	1,803	0,3078	3,989	4	3,605	3,760
74,34	1,297	1,276	0,6142	7,961	8	3,609	2,030
90,10	1,573	1,089	0,8428	10,92	10	3,613	1,340
95,28	1,663	1,043	0,9188	11,91	12	3,614	1,160
117,22	2,046	0,9031	1,226	15,89	16	3,612	0,5830

4. táblázat. A Cu minta erősítési helyeiből számolható d_{hkl} értékek, és ezekhez tartozó a_{hkl} -k



7. ábra.

illesztési paraméterek értékei:

$$\begin{aligned} a_0 &= (0,36161 \pm 0,00012) \text{ nm} \\ D &= (-0,323 \pm 0,045) \text{ pm} \end{aligned} \tag{8}$$

A réz rácsszerkezetének rácsparamétere az irodalmi érték szerint $a_0^{(\text{irod})} = 361,49 \text{ pm}$ [2], amit hibahatáron belül visszakaptunk.

Hivatkozások

[1] Gubicza Jenő, Zsoldos Lehel. *Röntgendiffrakció* Havancsák Károly. *Fizikai mérések* 2013. pp. 104-130 [link](#)

[2] Periodictable.com