

# Изучение структуры монокристаллов NaCl с различной ориентацией



Физика

Современная физика

Природа рентгеновского излучения и его применение



Уровень сложности

твёрдый



Размер группы

2



Время подготовки

45+ Минут



Время выполнения

45+ Минут

**PHYWE**  
excellence in science

# Общая информация

## Описание

**PHYWE**  
excellence in science

Экспериментальная установка

Большинство применений рентгеновских лучей основано на их способности проходить сквозь вещество. Поскольку эта способность зависит от плотности вещества, становится возможным получение изображений внутренних частей объектов и даже людей. Это находит широкое применение в таких областях, как медицина или безопасность.

## Дополнительная информация (1/2)

**PHYWE**  
excellence in science

### Предварительные

знания



Предварительные знания, необходимые для этого эксперимента, приведены в разделе "Теория".

### Принцип



Анализируются спектры рентгеновских лучей, отраженных монокристаллами NaCl с различной ориентацией. Соответствующие межплоскостные расстояния определяются на основе углов Брэгга характеристических линий.

Этот эксперимент включен в "XRS 4.0 Рентгеноструктурный анализ".

## Дополнительная информация (2/2)

**PHYWE**  
excellence in science

### Обучение

цель



### Задачи

Цель этого эксперимента - изучить структуру кристаллов NaCl в различных ориентациях.

1. Определите интенсивность рентгеновского излучения, отраженного монокристаллами NaCl с ориентациями [100], [110] и [111] в зависимости от угла Брэгга.
2. Присвойте отражения соответствующим плоскостям решетки, которые задаются через соответствующие индексы Миллера.
3. Определите постоянную решетки и вычислите межплоскостное расстояние.
4. Определите массу ячейки кристалла и количество атомов в ней.

## Теория (1/5)

Если рентгеновские лучи попадают в семейство параллельных плоскостей решетки с межплоскостным расстоянием  $d$  под углом скольжения  $\theta$ , излучение будет отражаться конструктивным образом при условии, что выполняется так называемое условие Брэгга (1) (см. рис. 1).

$$2d \sin(\theta) = n\lambda \quad (1) \quad (d: \text{межплоскостное расстояние; } n = 1, 2, 3, \dots)$$

При анализе кристаллической структуры  $n$  часто включается в расстояние между плоскостями решетки.

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

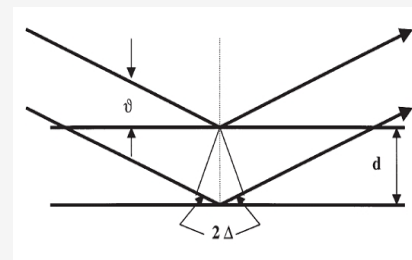


Рис. 1: Брэгговское рассеяние на паре плоскостей решетки

## Теория (2/5)

Отражения  $n$ -го порядка непосредственно связаны с дифракцией на различных плоскостях. Индексы Миллера - это метод наименования различных плоскостей в кристалле. В основном они указывают точки пересечения воображаемого сечения трехмерной элементарной ячейки кристалла. Симметричной фундаментальной единицей кристалла является элементарная ячейка. В кубической кристаллической решетке, как и в случае  $NaCl$ , все стороны этой ячейки имеют одинаковую длину. Длина стороны такой ячейки называется постоянной решетки  $a$ .

## Теория (3/5)

Как показано на рисунках 2а - 2с, монокристаллы NaCl имеют гранецентрированную кубическую решетку (ГЦК). В элементарной ячейке ион  $\text{Na}^+$  имеет координаты  $(0,0,0)$ , а ион  $\text{Cl}^-$  имеет координаты  $(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, \frac{1}{2})$ .

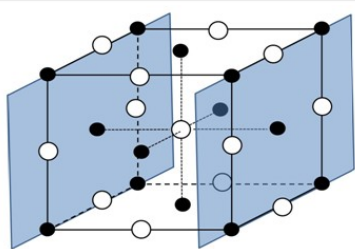


Рис. 2а: Кристалл NaCl с втянутыми (100) плоскостями решетки

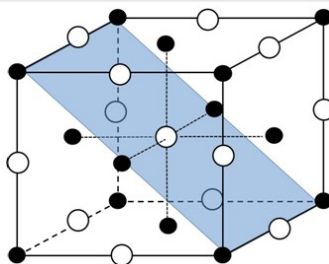


Рис. 2б: Кристалл NaCl с втянутой (110) плоскостью решетки

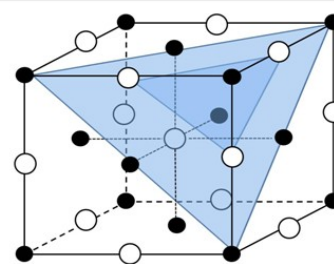


Рис. 2с: Кристалл NaCl с втянутыми плоскостями решетки (111) и (222).

## Теория (4/5)

Для кубического кристалла с постоянной решетки  $a$  плоскости решетки, характеризующиеся индексами Миллера  $(h, k, l)$ , имеют следующие межплоскостные расстояния  $d$ :

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

Подстановка (2) в (1b) приводит к следующему соотношению:

$$\sin(\theta_{hkl}) = \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \cdot \frac{\lambda}{2a} \quad (2b)$$

## Теория (5/5)

Относительная интенсивность отраженного излучения определяется рассеивающей способностью и положением отдельных атомов в элементарной ячейке кристалла. Она описывается так называемым структурным фактором  $F(h,k,l)$ :

$$F(h, k, l) = \sum_n f_n \cdot \exp[-2\pi i(hu_n + kv_n + lw_n)] \quad (3)$$

В этом уравнении (3),  $f_n$  = атомный форм-фактор (атомный фактор рассеяния), и  $u_n, v_n$  and  $w_n$  = координаты  $n$ -го атома в элементарной ячейке. Полная интенсивность обратно рассеянного луча  $I$  составляет:

$$I = F \cdot F = |F(h, k, l)|^2 \quad (4)$$

При 000; 011; 101 и 110 базисных атомов в элементарной ячейке ГЦК-кристалла, из (3) следует, что  $F = 0$ , когда триплет  $h, k, l$  содержит четные и нечетные числа, и  $F = 4f$ , когда все индексы либо четные, либо нечетные. Кроме того, в гранецентрированных кубических кристаллических структурах и в случае плоскостей решетки 100 и 110 отражения плоскостей с нечетными значениями  $h, k$  и  $l$  устраняются путем систематического поглощения.

## Оборудование

| Позиция | Материал                                                  | Пункт No. | Количество |
|---------|-----------------------------------------------------------|-----------|------------|
| 1       | XR 4.0 X-ray Базовая рентгеновская установка, 35 кВ       | 09057-99  | 1          |
| 2       | XR 4.0 X-ray Гониометр для рентгеновской установки, 35 кВ | 09057-10  | 1          |
| 3       | XR4 Съёмная рентгеновская трубка Plug-in Cu tube          | 09057-51  | 1          |
| 4       | XR 4.0 Рентгеноструктурный анализ, расширение             | 09145-88  | 1          |

**PHYWE**  
excellence in science

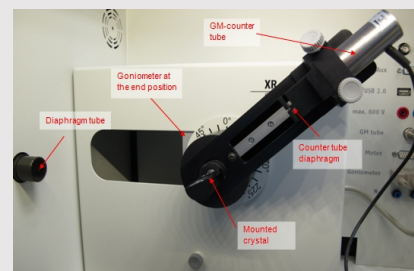
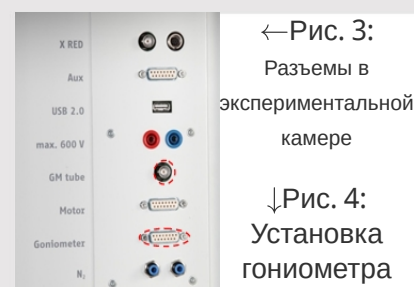
# Подготовка и выполнение работы

## Подготовка

**PHYWE**  
excellence in science

Подключите гониометр и счетчик Гейгера-Мюллера к соответствующим гнездам в экспериментальной камере (см. красная маркировка на рис. 3). Блок гониометра с кристаллом анализатора должен располагаться в крайнем положении с правой стороны. Закрепите трубку счетчика Гейгера-Мюллера с держателем на заднем упоре направляющих. Не забудьте установить перед счетчиком диафрагму (см. рис. 4). Вставьте диафрагменную трубку диаметром 2 мм в выходное отверстие блока подключения трубки.

**Для калибровки:** Убедитесь, что в параметры гониометра введен правильный кристалл. Затем выберите "Меню", "Гониометр", "Автокалибровка". Теперь прибор определит оптимальные положения кристалла и гониометра относительно друг друга, а затем и положения пиков.



## Выполнение работы

**PHYWE**  
excellence in science

- Подключите рентгеновскую установку через USB-кабель к USB-порту компьютера (нужный порт рентгеновской установки отмечен на рисунке 5).
- Запустите программу measure. На экране появится виртуальная рентгеновская установка.
- Вы можете управлять рентгеновской установкой, нажимая на различные функции на виртуальной рентгеновской установке и под ней. Кроме того, Вы можете изменить параметры на самой рентгеновской установке. Программа автоматически примет настройки.



Рис. 5: Подключение компьютера

## Выполнение работы

**PHYWE**  
excellence in science

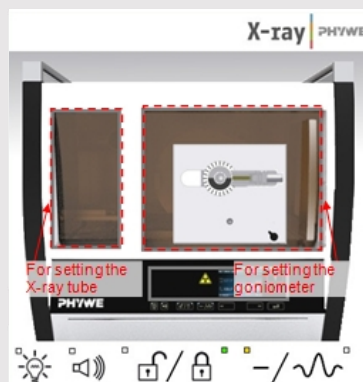


Рис. 6: Часть интерфейса программного обеспечения

- Нажмите на экспериментальную камеру (см. красную маркировку на рисунке 6), чтобы изменить напряжение и ток рентгеновской трубки. Выберите параметры, как показано на рис. 7.
- Выберите следующие параметры: напряжение анода  $U_A = 35 \text{ кВ}$ ; анодный ток  $I_A = 1 \text{ мА}$
- Установите один из кристаллов в универсальный держатель кристаллов и закрепите его на гониометре (рис. 4).

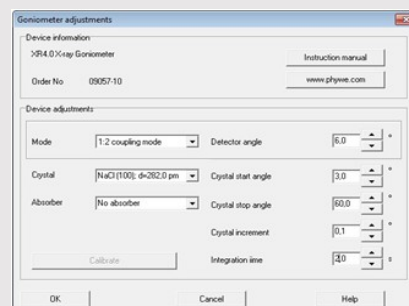
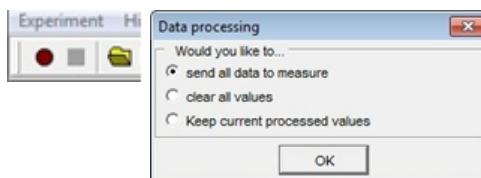


Рис. 7: Настройки гониометра, кристалл NaCl (100)

## Выполнение работы (3/3)

- Начните измерение, нажав на красный круг:
- После измерения появится следующее окно:



- Выберите первый пункт и подтвердите выбор нажатием кнопки ОК. Теперь измеренные значения будут переданы непосредственно в программу measure.

### Обзор настроек гониометра и рентгеновской установки:

- Режим сопряжения 1:2
- Время выхода 2 с; ширина углового шага 0,1°
- Диапазон сканирования 3° - 60°
- Анодное напряжение  $U_A = 35 \text{ кВ}$ ; анодный ток  $I_A = 1 \text{ мА}$



## Оценка

## Задание 1

Определите интенсивность рентгеновского излучения, отраженного монокристаллами NaCl с ориентациями [100], [110] и [111] в зависимости от угла Брэгга.

На рис. 8а - 8с показана интенсивность рентгеновского спектра меди в зависимости от угла  $\theta$ .

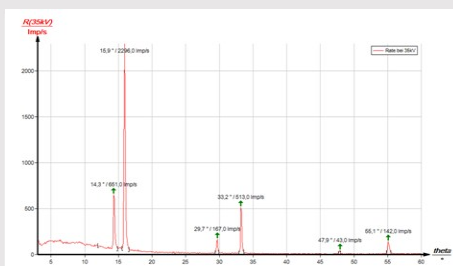


Рис. 8а: Ориентация кристалла [100]

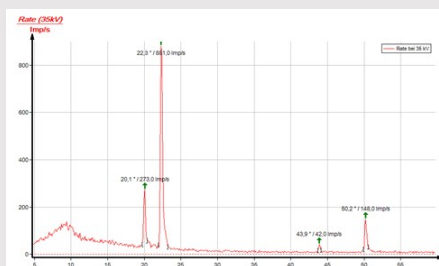


Рис. 8b: Ориентация кристалла [110]

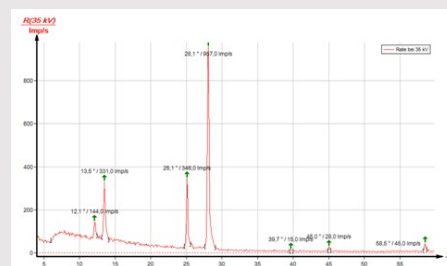


Рис. 8с: Ориентация кристалла [111]

## Задание 1 (часть 2)

По сравнению с другими спектрами, спектр кристалла [111] (рис. 8с) демонстрирует заметную особенность. В то время как в случае других спектров интенсивность характеристических линий всегда максимальна для отражений первого порядка ( $n = 1$ ). На рис. 8с это наблюдается в случае и  $n = 2$ .

В кристалле [111] параллельные плоскости решетки заняты либо только ионами  $\text{Na}^+$ , либо только ионами  $\text{Cl}^-$ . Поскольку эти два иона имеют разные факторы рассеяния, интенсивности также отличаются друг от друга. Если  $f_{\text{Na}}$  и  $f_{\text{Cl}}$  являются факторами рассеяния, из (3) вытекает следующее для плоскостей решетки с исключительно нечетными или исключительно четными ( $h, k, l$ ) индексами:

$$F = 4(f_{\text{Na}} + f_{\text{Cl}}) \text{ и } I \propto F^2 = 16(f_{\text{Na}} + f_{\text{Cl}})^2$$

## Задание 2

### Присвоение индексов Миллера

В таблице 1 углы скольжения  $\theta$ , определенные с помощью рисунков 8a - 8c, соотнесены с их соответствующими индексами Миллера. Исходя из (3), мы знаем, что для плоскостей решетки 100 и 110 возможны только четные или только нечетные значения для триплета  $h, k, l$  и что для нечетных значений  $h, k$  и  $l$  на 100 и 110 отражений фактически нет. Эти соображения привели к распределениям, показанным в таблице 1.

| Таблица 1             | $\theta(K_\alpha)$ | $\theta(K_\beta)$ | $(h, k, l)$ | $h^2 + k^2 + l^2$ |
|-----------------------|--------------------|-------------------|-------------|-------------------|
| <b>(100) кристалл</b> |                    |                   |             |                   |
|                       | 15.9               | 14.3              | 200         | 4                 |
|                       | 33.2               | 29.7              | 400         | 16                |
|                       | 55.1               | 47.9              | 600         | 36                |
| <b>(110) кристалл</b> |                    |                   |             |                   |
|                       | 22.3               | 20.1              | 220         | 8                 |
|                       | 50.2               | 43.9              | 440         | 32                |
| <b>(111) кристалл</b> |                    |                   |             |                   |
|                       | 13.5               | 12.1              | 111         | 3                 |
|                       | 28.1               | 25.1              | 222         | 12                |
|                       | 45.0               | 29.7              | 333         | 27                |
|                       | --                 | 58.5              | 444         | 48                |

## Задание 3

### Определите постоянную решетки и вычислите межплоскостное расстояние.

Если решить уравнение (2b) для  $a$ , то можно получить постоянную решетки  $a$  для различных отражений на основе триплетов  $hkl$ , которые были определены в задании 1, а также на основе угла скольжения  $\theta$  и длины волны характеристического рентгеновского излучения меди ( $\lambda_{K_\alpha} = 154,4$  пм;  $\lambda_{K_\beta} = 139,2$  пм). В таблице 2 приведены соответствующие значения. Сравнение среднего значения с табличным значением  $a = 564$  пм показывает хорошее соответствие. Уравнение (2) теперь может быть использовано для вычисления межплоскостного расстояния для первой плоскости, поскольку постоянная решетки  $a$  относится к элементарной ячейке, имеющей всего две плоскости. При таком значении и в соответствии с уравнением (1) расстояния между отдельными плоскостями решетки следующие:  $d(200) = 282,0$  пм,  $d(220) = 201,9$  пм и  $d(111) = 330,2$  пм.

Табличные значения:  $d(200) = 282,0$  пм,  $d(220) = 199,4$  пм, и  $d(111) = 325,6$  пм.

Очень хорошее согласие между значением расстояния между плоскостями решетки (100), определенным экспериментально, и табличным значением объясняется тем, что ионные кристаллы могут быть расщеплены очень точно параллельно этой плоскости. Отклонения других кристаллов обусловлены незначительной разориентацией.

## Задание 3 (часть 2)

| Таблица 2      | $\theta$ [°] | (h, k, l)        | $h^2 + k^2 + l^2$ | a [пм] |
|----------------|--------------|------------------|-------------------|--------|
| (100) кристалл |              |                  |                   |        |
| $K_\alpha$     | 15.9         | 200              | 4                 | 567    |
|                | 33.2         | 400              | 16                | 564    |
|                | 55.1         | 600              | 36                | 565    |
| $K_\beta$      | 14.3         | 200              | 4                 | 564    |
|                | 29.7         | 400              | 16                | 562    |
|                | 47.9         | 600              | 36                | 563    |
|                |              | Среднее значение |                   | 564    |

| Таблица 2      | $\theta$ [°] | (h, k, l)        | $h^2 + k^2 + l^2$ | a [пм] |
|----------------|--------------|------------------|-------------------|--------|
| (110) кристалл |              |                  |                   |        |
| $K_\alpha$     | 22.3         | 220              | 8                 | 575    |
|                | 50.2         | 440              | 32                | 568    |
| $K_\beta$      | 20.1         | 220              | 8                 | 573    |
|                | 43.9         | 440              | 32                | 568    |
|                |              | Среднее значение |                   | 571    |

## Задание 3 (часть 3)

| Таблица 2      | $\theta$ [°] | (h, k, l)        | $h^2 + k^2 + l^2$ | a [пм] |
|----------------|--------------|------------------|-------------------|--------|
| (100) кристалл |              |                  |                   |        |
| $K_\alpha$     | 13.5         | 111              | 3                 | 573    |
|                | 28.1         | 222              | 12                | 586    |
|                | 45.0         | 333              | 27                | 567    |
| $K_\beta$      | 12.1         | 111              | 2                 | 575    |
|                | 25.1         | 222              | 12                | 568    |
|                | 39.7         | 333              | 27                | 566    |
|                | 58.5         | 444              | 48                | 566    |
|                |              | Среднее значение |                   | 572    |

## Задание 4

Определите массу элементарной ячейки и число атомов в ней.

Если рассчитать объем элементарной ячейки хлорида натрия

$$a = 1.79 \cdot 10^{-28} \text{ м}^3$$

и зная плотность хлорида натрия  $\rho = 2.163 \text{ г/см}^3$ , можно вычислить массу элементарной ячейки как:

$$m = \rho \cdot V = 3.87 \cdot 10^{-25} \text{ кг} = 233 \text{ u}$$

Поскольку число атомов  $Na$  в  $NaCl$  равно числу атомов  $Cl$ , молярные массы  $M_{(Na)} = 22,990 \text{ г/моль}$  и  $M_{(Cl)} = 35,453 \text{ г/моль}$  приводят к числу  $3,99 = 4$  атома в решетке Браве, чего также можно было ожидать и для ГЦК-решетки, исходя из следующих соображений (см. также рис.9):

## Задание 4 (часть 2)

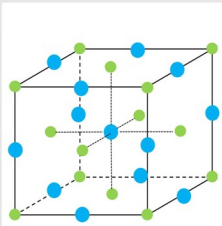


Рис. 9:  
 Элементарная  
 ячейка  $NaCl$ ,  
 синий: атомы  $Cl$   
 ; зеленый:  
 атомы  $Na$

Каждая элементарная ячейка включает 4 катиона (зеленые) :

Каждый из катионов на 8 углах считается в элементарную ячейку только как  $\frac{1}{8} : 8$   
 "угловых катионов"  $\cdot \frac{1}{8} \rightarrow 1$  катион

Катионы на поверхностях считаются только как  $\frac{1}{2} : 6$  "поверхностные катионы"  $\cdot \frac{1}{2} \rightarrow 3$   
 катиона

Каждая элементарная ячейка включает 4 аниона (синие):

Каждый из анионов на 12 краях считается в элементарную ячейку только как  $\frac{1}{4} : 12$   
 "краевых анионов"  $\cdot \frac{1}{4} \rightarrow 3$  аниона

Анион в центре полностью принадлежит элементарной ячейке: 1 "анион в центре"  $\rightarrow$   
 1 анион