

# Rentgenová difrakce – analýza krystalické struktury vzorku

F8544 Experimentální metody 2

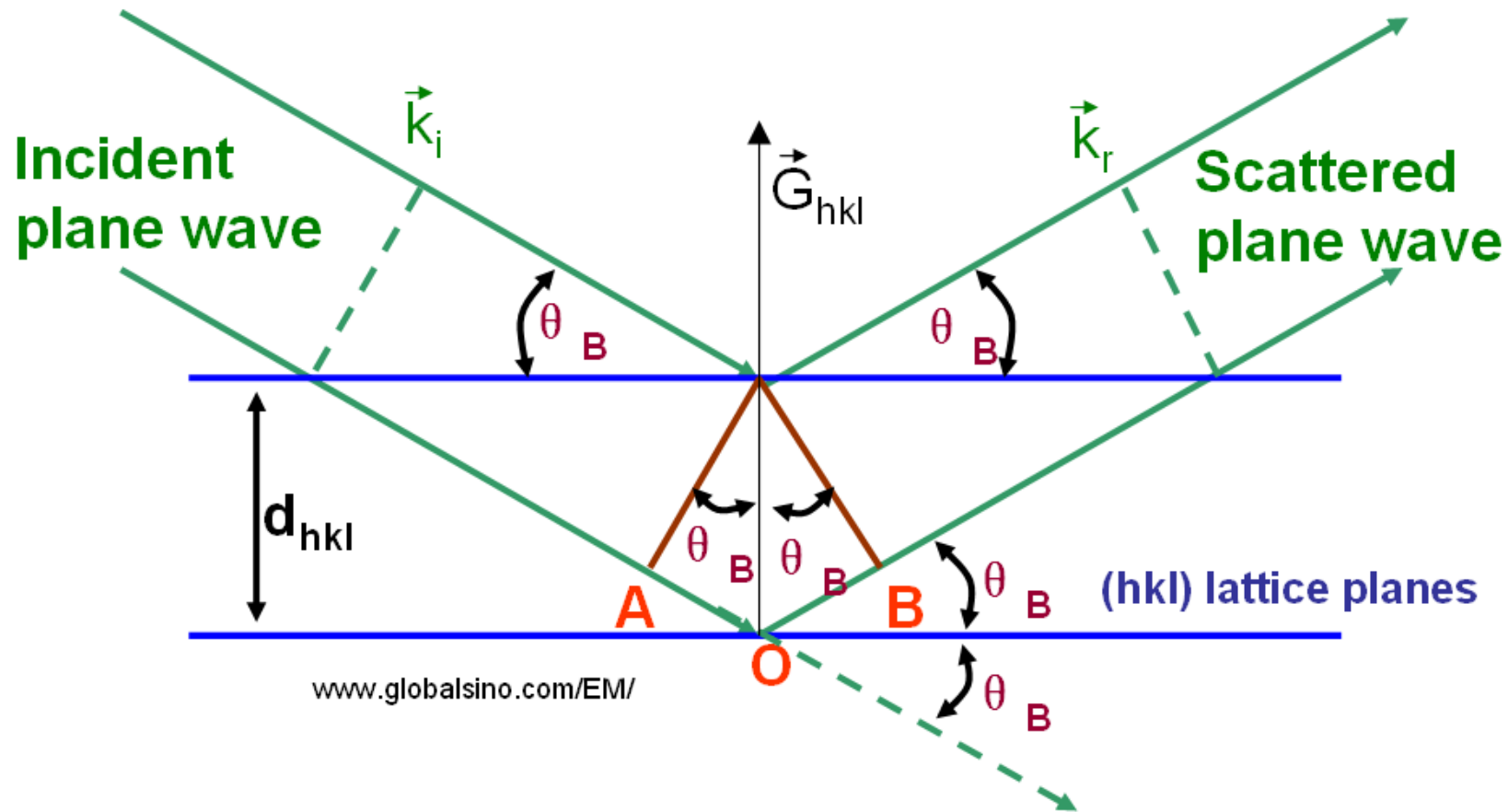
# Braggova difrakční podmínka I

- Monochromatické záření dopadá na polykrystalický vzorek + zrna jsou tak malá, že v ozářeném objemu jsou zastoupeny všechny orientace zrn.
- Difraktují zrna, pro něž je splněna difrakční Braggova podmínka (pro krystaly kubické syngonie)

$$2a \sin\theta = \lambda \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}, \quad (1)$$

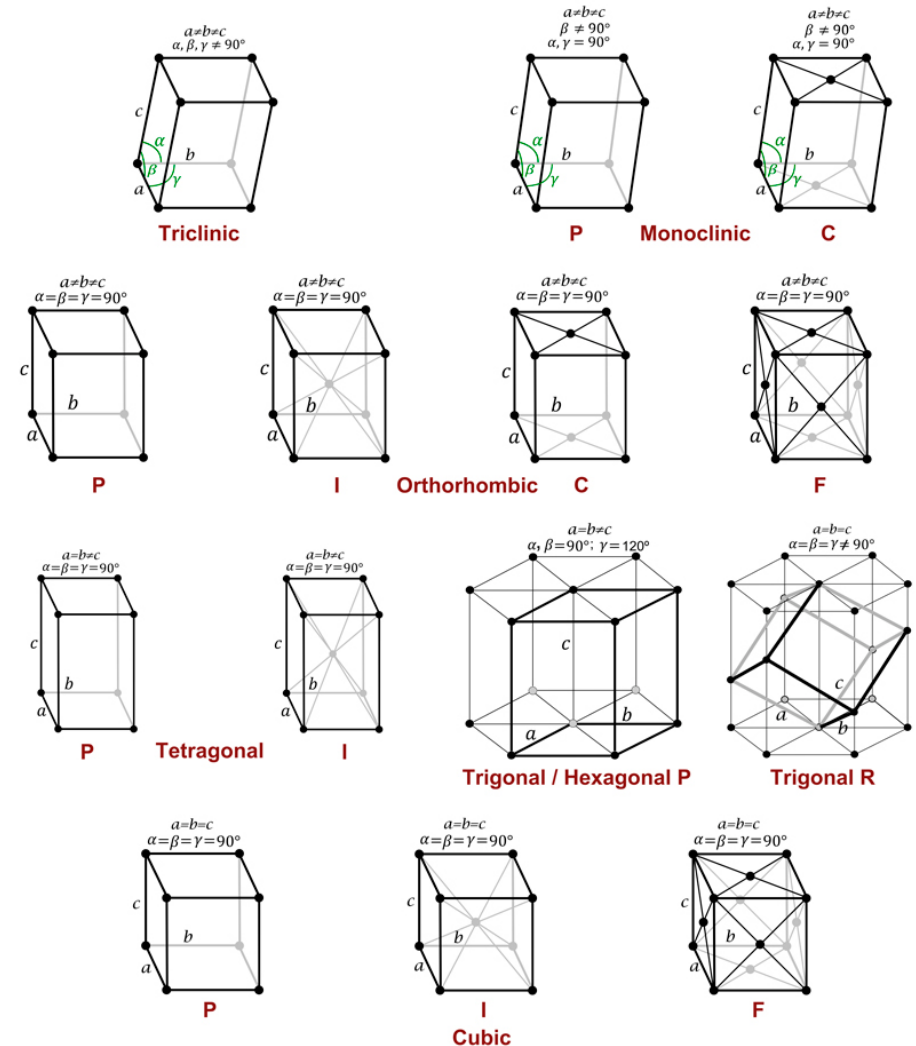
kde  $\lambda$  je vlnová délka záření,  $a$  je mřížkový parametr a  $h, k, l$  jsou Laueho indexy. Ty vzniknou vynásobením Millerových indexů  $h_0, k_0, l_0$  roviny přirozeným číslem  $n$ , které je řádem difrakce.

# Braggova difrakční podmínka II



# Povolené/zakázané difrakce I

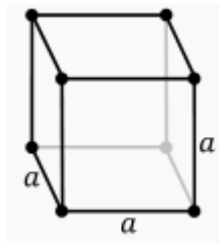
- Intenzita difrakce je dána strukturním faktorem, který závisí na struktuře elementární buňky.
- V různých translačních typech Bravaisovy mřížky existují Laueho indexy, pro něž je intenzita difrakce nulová (zakázané difrakce). V těchto difrakcích se vlny rozptýlené jednotlivými atomy v elementární buňce ruší.



# Povolené/zakázané difrakce – kubická mřížka

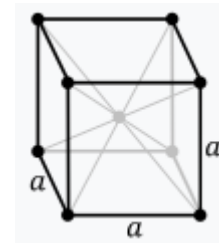
## Prostá

všechny difrakce jsou povoleny



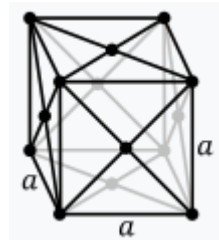
## Prostorově centrovaná

$h + k + l$  je sudé



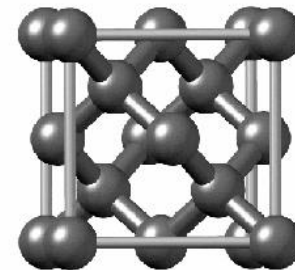
## Plošně centrovaná

Laueho indexy mají stejnou paritu



## Diamantová

Liché Laueho indexy, nebo sudé Laueho indexy, jejichž součet je dělitelný 4



# Velikost krystalitů – Scherrerova rovnice

- Pro nejjednodušší výpočet velikosti krystalitů se využívá Scherrerovy rovnice. Je to poloempirická rovnice dávající do souvislosti pološířku difrakčního píku s velikostí krystalitů za předpokladu, že píky jsou rozšířeny jen kvůli malé velikosti krystalitů.

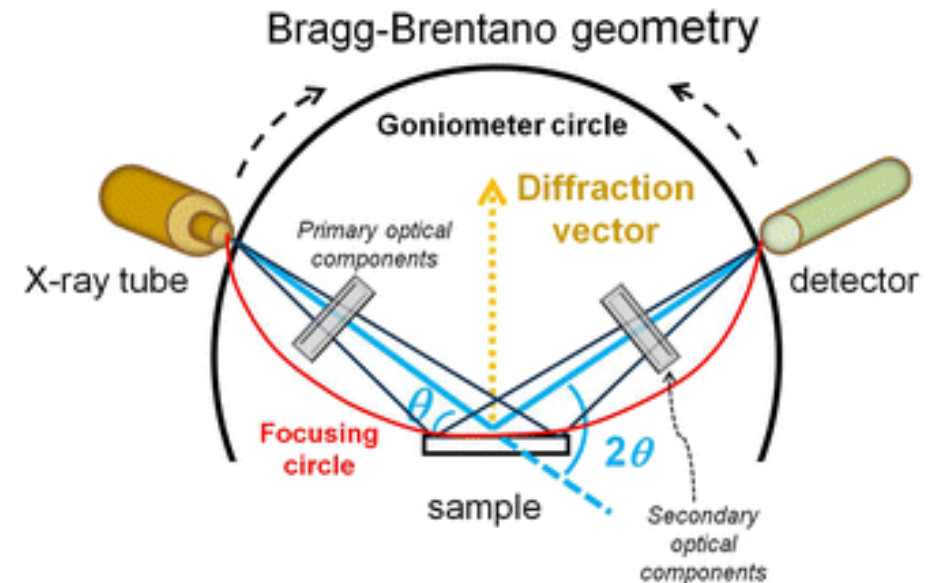
$$\tau = \frac{K\lambda}{\beta \cos\theta}, \quad (2)$$

kde  $\tau$  je velikost krystalitů,  $K$  je empirický faktor udávající tvar krystalitů (typicky 0,94),  $\beta$  je pološířka (FWHM) píku a  $\theta$  je úhel udávající pozici píku. Úhel a pološířka jsou v radiánech.

# Měření

# Bragg-Brentanova konfigurace

- Měření se provádí v Bragg-Brentanově konfiguraci – samofokusující konfigurace.
- vzdálenosti zdroj–střed goniometru a střed goniometru–detektor stejné, a zároveň je úhel dopadu středního paprsku na vzorek roven úhlu výstupu středního paprsku ze vzorku do detektoru.

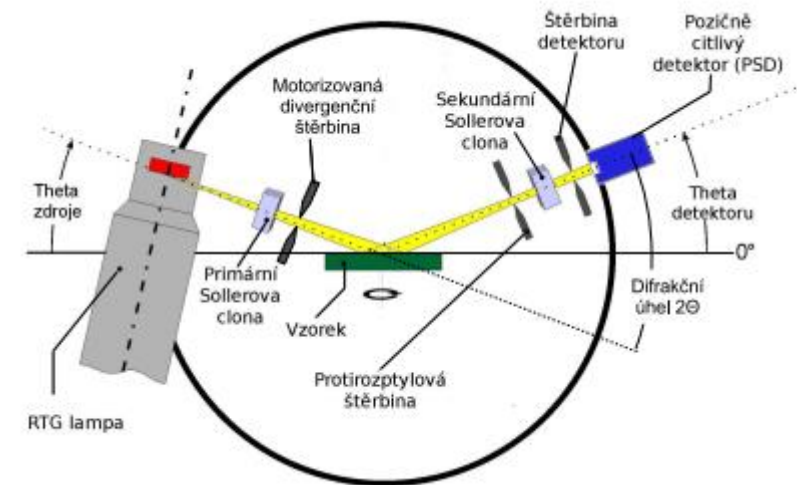


<https://link.springer.com/article/10.1007/s40828-016-0033-5>



# Měřicí konfigurace

- Cu rentgenka -v měřícím svazku pak dominuje záření vlnových délek  $1,540601 \text{ \AA}$  a  $1,544430 \text{ \AA}$  ( $\text{Cu } K_{\alpha 1}$  a  $K_{\alpha 2}$ )
- Sollerovy clony vymezují úhlovou aperturu ve směru kolmém na rozptylovou rovinu a motorizovaná štěrbina ve směru podélném
- Pozičně citlivý (1D) detektor



<https://www.physics.muni.cz/ufkl/Vyuka/Praktika/F6390-PraktikumFPL-Navody-2018.pdf>

# Měření I - přístroj

- Před samotným měřením je potřeba přístroj najustovat, což se děje automaticky
- Při měření práškového vzorku bude využito měřicího rozsahu 20-100° s krokem 0,01°
- data budou uložena na počítači - první sloupec odpovídá difrakčnímu úhlu  $2\theta$ , druhý měřené intenzitě, třetí absorpčnímu faktoru (typicky konstantní).

# Měření II - zpracování

- V naměřených datech nafitujte 5 nejvýraznějších píků. Odečtěte  $2\theta$  polohy maxim difrakčních čar (pozor, difrakční čáry jsou při vyšších úhlech  $2\theta$  rozštěpeny) a pološířky píků.
- Pomocí databáze jako je <http://www.crystallography.net/cod/> identifikujte tyto píky a určete typ přítomné mřížky vzorku – ověřte splnění předpokladů pro povolené difrakce. Pomocí rovnice (1) určete velikost mřížového parametru a pomocí rovnice (2) velikost krystalitů ze všech 5 fitovaných píků.