

1.5 RÖNTGENDIFFRAKTIO

snu, 27.10.2014

Työohje, 26.9.2006 aro,

Tarvittavat välineet:

- Röntgenlaitteisto
- Tietokone
- NaCl(100)-kidenäyte pöydällä olevassa lasiastiassa
- Si(100)-, Si(110)- ja Si(111)-kidenäytteet A, B ja C. Assistentti valitsee yhden mitattavaksi.
- Aluminiininen apukappale puutelineessä pöydällä
- Erilaisia suodattimia (Al, Fe, Zr, In) puutelineessä pöydällä
- Suojahanskat

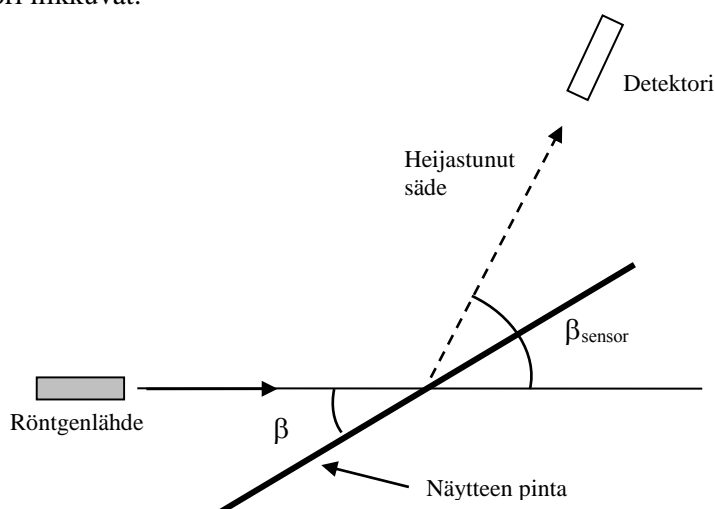
I YLEISTÄ

Laboratoriotyössä tarkastellaan röntgensäteilyn diffraktiota kiteisestä aineesta. Laitteiston alustamisen jälkeen mitataan NaCl-kiteen diffraktiospektri ja määritetään sen avulla NaCl:n hilavakio. Lisäksi työssä selvitetään diffraktiospektriä käyttäen tuntemattoman piikiekon leikkaussuunta ja tutkitaan suodattimen vaikutusta röntgensäteilyn spektriin.

NaCl on hygroσκοoppinen aine, joten se on säilytettävä kuivassa paikassa. Se absorboi myös herkästi rasvaa iholta, joten kideä käsiteltäessä on käytettävä suojahanskoja. Lisäksi kide on kallis ja särky *erittäin* helposti. Käytä sormenjalkien välttämiseksi suojahanskoja myös piinäytettä käsitellessäsi.

II LAITTEISTO

Työssä käytettävään mittauslaitteistoon kuuluu röntgenputki (anodimateriaali Mo, kiihdytysjännite 35 kV), kääntyvä näytteenpidin ja detektorina toimiva geigerputki. Laitteiston mittausgeometria on esitetty kuvassa 1. Röntgensäteiden tulokulma β (teoriaosassa kulma θ) on näytteen pinnan tasoon nähden sama kuin säteiden heijastuskulma. Näin ollen detektorin on oltava kulmassa 2β vaakatasoon nähden. Mittauksissa röntgenlähde pysyy paikallaan ja näyte sekä detektori liikkuvat.



Kuva 1. Laitteiston mittausgeometria. COUPLED-tilassa $\beta_{\text{sensor}} = 2\beta$.

Laitteistolla on kolme toimintatilaa:

1) COUPLED: Säädetty kulma β on näytteen kulma vaakatasoon nähden. Mikäli laitteisto on alustettu oikein, detektori on aina säteiden heijastuskulmassa (kulma β_{sensor} on vaakatasoon nähden kaksinkertainen näytteen kulmaan nähden). Sekä näyte että detektori liikkuvat siten, että detektorin kulma-askel on kaksinkertainen näytteen kulma-askeleeseen verrattuna. Mittausalue asetetaan β LIMITS -painikkeesta. Tätä toimintatilaa käytetään mittauksissa (vrt. teoriaosan kuva 4).

2) TARGET: Säädetty kulma β on näytteen pinnan kulma vaakatasoon nähden. Näyte liikkuu asetetun kulmavälin (β LIMITS) yli, detektori pysyy paikallaan.

3) SENSOR: Säädetty kulma on detektorin kulma vaakatasoon nähden. Laitteistossa tätä on merkitty edelleen kulmalla β , mutta todellisuudessa kyseessä on kuvaan 1 merkitty β_{sensor} . Detektori liikkuu asetetun kulmavälin (β LIMITS) yli, näyte pysyy paikallaan.

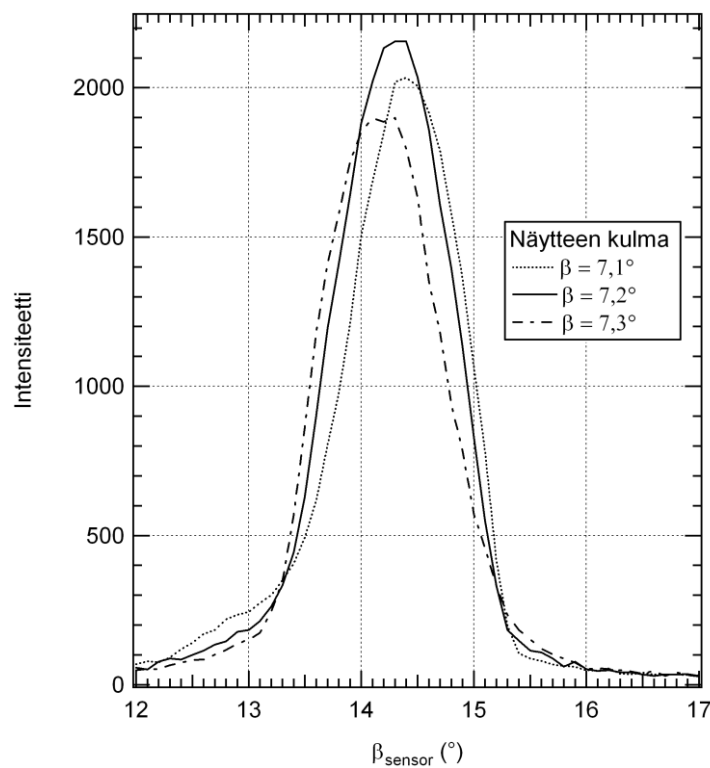
ZERO-painikkeella saadaan näytteen ja detektorin kulma nollattua. Mittaus käynnistetään ja pysäytetään SCAN ON/OFF -painikkeesta.

III LAITTEISTON ALUSTUS

Ennen mittauksia laitteisto on alustettava siten, että detektori on näytteeseen nähden säteilyn heijastuskulmassa. Alustus tehdään NaCl-kiteen voimakkainta diffraktiopiikkiä käyttäen. Näytteen kulmaa β muutetaan TARGET-tilassa ja kullakin näytteen kulmalla heijastuneen säteilyn intensiteettiä mitataan SENSOR-tilassa tietyn detektorin kulma-alueen (β LIMITS) yli. Tarkoitus on löytää sellaiset näytteen ja detektorin kulmat, joilla mitatun diffraktiopiikin intensiteetti on suurin. Vihje: NaCl:n voimakkain diffraktiopiikki löytyy näytteen kulmalla $\beta = 6,5^\circ\text{--}8,0^\circ$.

1. Avaa tietokone. Työn suorittajille on mittaustietokoneessa oma tunnus [opplab] ja salasana [labrat]. Odota, kunnes käyttöjärjestelmä on käynnistynyt kokonaan. Kytke virta päälle röntgenlaitteeseen; virtakytkin on vasemmalla sivulla melko takana. Avaa Windowsin työpöydältä ohjelma *X-Ray Apparatus*. Mikäli ohjelman käynnistämisen yhteydessä tulee virheilmoitus "COM port does not exist...", sulje ohjelma ja käynnistä tietokone uudestaan.
2. Röntgenlähteen katodi alkaa hehkua pian virran päälle kytkemisen jälkeen. Testaa laitteiston varoimenpiteitä avaamalla laitteiston lasiovi (paina alas kammioiden keskellä oleva varopainike ja liu'uta ovi auki). Varopainikkeen painamisen pitäisi sammuttaa katodin hehku. Jos näin ei tapahdu, pyydä apua assistentilta.
3. Kiinnitä NaCl-kide näytteenpitimeen (muista suojahanskat). Näytteenpidin löysätään edessä olevasta ruuvista. Varo kuitenkin, että näytteenpidin ei putoa paikaltaan. Näyte kiinnitetään asettamalla se pidikkeen takareunaa vasten; tue näytteenpidintä alhaalta takaa ja kiristä ruuvi varovasti. Näytteen tulisi pysyä paikallaan mittausten edetessä.
4. Paina ZERO-painiketta.
5. Aseta röntgenlaitteiston etupaneelista kiihdytysjännitteeksi $U = 35,0$ kV (paina U-painiketta ja säädä jännite pyörää pyörittämällä), emissiovirraksi $I = 1,00$ mA, aika-askeleeksi $\Delta t = 2$ s ja kulma-askeleeksi $\Delta\beta = 0,1^\circ$.

6. Aseta näytteen kulmaksi TARGET-toimintatilassa $6,5^\circ$ (asettaessasi kulmaa huomaat, miten näyte kääntyy: kyseessä eivät siis ole mittausalueen rajat).
7. Aseta SENSOR-tilassa mittausalueen (β LIMITS) alarajaksi (\downarrow) 12° ja ylärajaksi (\uparrow) 17° . Tässä toimintatilassa mittausalue on siis detektorin liikkuma kulmaväli.
8. Suorita mittaus SENSOR-tilassa. Mittaus käynnistetään ja pysäytetään SCAN ON/OFF -nappulasta. Näytteen pitäisi nyt pysyä paikallaan kulmassa $6,5^\circ$ ja detektorin liikkua kulmasta 12° kulmaan 17° . Detektorin mittaama intensiteetti kulman funktiona piiryy näytölle (ks. kuva 2).
9. Kasvata näytteen kulmaa $0,1^\circ$ kerrallaan ja toista edellisen kohdan mittaus. Aseta laite TARGET-tilaan muuttaessasi näytteen kulmaa ja suorita mittaus SENSOR-tilassa. Kun diffraktiopiikki alkaa pienentyä, on oikea diffraktiokulma ohitettu ja voit lopettaa mittaukset.



Kuva 2. Kolmella eri näytteen kulmalla mitattu diffraktiopiikki. Piikin muoto sekä kulmien arvot voivat poiketa paljonkin kuvan esimerkkiin verrattuna. Tärkeintä on löytää korkein piikki ja sitä vastaavat kulmat.

10. Kirjoita muistiin korkeimman diffraktiopiikin tuottanut näytteen kulma sekä piikin keskikohtaa vastaava detektorin kulma vaaka-akselilta. Liikuteltaessa hiirtä näytöllä kulmien arvot näkyvät vasemmassa alalaidassa (jos eivät näy, paina Alt+C).
11. Säädä sekä näyte (TARGET) että detektorin (SENSOR) erikseen edellä määrittämiisi kulmiin. Nyt näyte on Braggin lain mukaisessa diffraktiokulmassa ja detektorin on säteiden heijastuskulmassa. Paina COUPLED-painiketta ja pienennä kulmaa niin paljon, että näyte on silmämääräisesti vaakatasossa. Merkitse muistiin, kuinka paljon pienensit kulmaa. Huomaa, että koska tarkastellun diffraktiopiikin todellista kulmaa ei tunneta, ei kulma-asteikon nollakohtaa saada tarkasti oikein. Tämä aiheuttaa

mitattuihin diffraktiospektreihin vakiosiirtymän eli kaikki piikit siirtyvät saman verran jompaankumpaan suuntaan.

12. Tallenna uusi nollakohta painamalla TARGET-, COUPLED- ja β LIMITS -painikkeita yhtä aikaa. Tällöin painikkeiden led-valot palavat ja uusi tila tallentuu laitteiston muistiin.
13. Tyhjennä ohjelman näyttö valitsemalla yläreunasta ”Clear Measurements or Settings”.

IV MITTAUKSET

NaCl(100)-kiteen hilavakion määrittäminen

Tarkoituksena on mitata NaCl(100)-näytteen diffraktiospektri ja määrittää sen avulla aineen hilavakio eli yksikkökopin sivun pituus.

1. Aseta kiihdytysjännitteeksi $U = 35,0$ kV, emissiovirraksi $I = 1,00$ mA, aika-askeleeksi $\Delta t = 2$ s ja kulma-askeleeksi $\Delta\beta = 0,1^\circ$. Mittaa kiteestä heijastuvan röntgensäteilyn intensiteettiä COUPLED-tilassa kulmasta $2,5^\circ\downarrow$ kulmaan $35,0^\circ\uparrow$ (β LIMITS). Spektristä tulee tunnistaa ainakin kolmea diffraktiomaksimia vastaavat K_α - ja K_β -piikit. Merkitse piikkien paikat mittauspöytäkirjaan ja arvioi virhe.
2. Tallenna spektri tietokoneen kovalevylle hakemistoon
D:\users\opiskelijat\oma_hakemisto

Nimeä oma hakemisto niin, että siitä ilmenee lukukausi, ryhmän numero sekä parin numero (esim. s06_r21_p3). Tallenna mittausdata samaan hakemistoon myös tekstimuodossa (ASCII-tiedostona), jotta voit käyttää sitä valitsemallasi ohjelmalla (esim. Excel tai Matlab) selostusta tehdessäsi: Paina hiiren oikeanpuoleista nappulaa ja valitse aukeavasta valikosta ”Copy table”. Avaa Notepad-ohjelma työpöydältä ja liitä taulukko siihen painamalla Ctrl+v (tai valikon kautta). Tallenna tiedosto omaan hakemistoosi.
3. Paina ZERO-painiketta.

K_β -piikkien vaimentaminen suodattimen avulla

Röntgenputki lähettää säteilyä laajalla energia-alueella (ks. teorian kuva 5). Sopivalla suodatinmateriaalilla voidaan spektristä vaimentaa haluttu osa ja näin saada diffraktiospektreistä helpommin tulkittavia.

1. Valitse mittauspaikalta (sekä teoriamonisteen liitteestä 1) löytyvän massavaimennuskertoimen kuvaajan avulla suodatin, joka parhaiten vaimentaa diffraktiospektristä K_β -piikkejä. Kiinnitä suodatin röntgenlähteen eteen.
2. Mittaa NaCl-kiteen diffraktiospektri uudestaan suodattimen kanssa. Anna spektrin piirtyä edellisen spektrin kanssa samaan kuvaan, jotta voit tarkastella suodattimen vaikutusta.
3. Tallenna spektri samoin kuin edellä sekä suoraan mittausohjelmasta että Notepadin kautta tekstimuodossa. Tyhjennä ohjelman näyttö valitsemalla yläreunasta ”Clear Measurements and Settings”.

4. Paina ZERO-painiketta. Palauta NaCl-näyte paikalleen lasiastiaan (muista suojahanskat).

Piikiekon leikkaussuunnan tunnistaminen

Piikiekkaja käytettäessä tärkeä ominaisuus on niiden leikkaussuunta. Yleisimmin käytetyt suunnat ovat (100), (110) ja (111). Tässä työssä on tarkoituksena tunnistaa piikiekon leikkaussuunta näytepalasta mitattavan diffraktiospektrin avulla.

1. Aseta assistentin valitsema piinäyte näytteenpitimeen kiiltävä puoli ylöspäin (muista suojahanskat). Laita piinäytteen alle tueksi mittauspaikalla oleva alumiinipala. Älä kiristä liikaa. Jätä edellä valitsemasi suodatin paikalleen röntgenlähteen eteen.
2. Pidennä mittauksen aika-askeleeksi $\Delta t = 3$ s ja mittaa näytteen spektri suodattimen kanssa COUPLED-tilassa kulmaväliltä $2,5^\circ$ – $35,0^\circ$.
3. Odotellessasi mittauksen päättymistä laske mitattavalle kulmavälille tulevat K_α -säteilyn diffraktiokulmat kullekin leikkaussuunnalle (100), (110) ja (111) teoriaohjeen mukaisesti.
4. Spektristä tulisi osata tunnistaa ainakin kahta diffraktiomaksimia vastaavat K_α -piikit. Merkitse kulmat mittauspöytäkirjaan ja arvioi niiden virhe.
5. Tallenna spektri samoin kuin edellä sekä suoraan mittausohjelmasta että *Notepadin* kautta tekstimuodossa. Tyhjennä ohjelman näyttö valitsemalla yläreunasta "*Clear Measurements and Settings*".
6. Paina ZERO-painiketta. Irrota pii- ja alumiinikappaleet näytteenpitimestä sekä suodatin röntgenlähteestä ja palauta ne paikoilleen (muista suojahanskat). Merkitse piinäytteen kirjaintunnus mittauspöytäkirjaan.

Mittausten lopetus

1. Tarkista, että olet tallentanut kaikki spektrit tekstimuodossa. Jos et ole, voit vielä avata tallentamasi mittauksen mittausohjelmassa ja tallentaa sen *Notepadin* kautta. Siirrä tekstimuotoon tallentamasi mittausdatatiedostot esim. *SSH:n* (työpöydällä) avulla ATK-keskuksen kotihakemistoosi, jotta pystyt käyttämään niitä selostusta tehdessäsi.
2. Sulje ohjelmat ja sammuta tietokone sekä röntgenlaite.

V TYÖSELOSTUKSEEN

1. Selitä laitteiston toimintaperiaate ja kerro, miten se alustettiin.

2. Esitä NaCl(100):n diffraktiospektri ja nimeä siinä näkyvät piikit (K_α/K_β , indeksit (hkl)). Laadi mittaustuloksista teorian kaavan (7) mukainen graafinen esitys ja määritä sen avulla NaCl:n hilavakio virhearvioineen; käytä ainakin kuutta diffraktiopiikkiä. Vertaa tulosta kirjallisuusarvoon.
3. Selitä, minkä suodatinmateriaalin valitsit ja millä perusteella. Vertaa ilman suodatinta ja suodattimen kanssa mitattua NaCl:n diffraktiospektriä ja kerro, miten suodatin vaikutti.
4. Piikiekon leikkaussuunnan tunnistaminen: Laske mitta-alueeseen ($2,5^\circ$ – $35,0^\circ$) kuuluvat K_α -säteilyn diffraktiokulmat kullekin leikkaussuunnalle ((100), (110) ja (111)) ja vertaa niitä mittaamassasi spektrissä näkyvien piikkien paikkoihin. Piillä on timanttihila ja sen hilavakio on $5,431 \text{ \AA}$ [1]. Tunnista tarkastelemasi piikiekon leikkaussuunta. Huomaa, että koska laitteiston kulma-asteikon nollakohtaa ei ole kalibroitu, saattaa diffraktiospektrissä olla vaakasuuntainen vakiosiiirtymä jompaankumpaan suuntaan (kaikki diffraktiopiikit ovat siirtyneet saman verran). Liitä selostukseesi kuva diffraktiospektristä ja nimeä tunnistamiseen käyttämäsi diffraktiopiikit.

Lähteet

[1] N. Ashcroft and N. Mermin, *Solid State Physics*, International edition, Saunders College Publishing, 1976

Liite 1 Massavaimennuskertoimen energiariippuvuus eri suodatinmateriaaleille

