

F2

LAUE-DIFFRAKTION

Teknisk fysik

Januari 2015

Mål

Målet är att förstå hur ett diffraktionsmönster kan motsvara plan i ett enkristallint material. Du kommer att få en bit enkristallint material och med hjälp av röntgendiffraktion ska du bestämma orienteringen av kristallen.

Förberedelser

Innan laborationen är det viktigt att du läser detta labb-pm.

1. Inhämta baskunskaper om kristallstruktur, Millerindex, och Braggs lag samt säkerhetsföreskrifter för röntgenljus.
2. Svara på de förberedande frågorna. Svaren ska lämnas till handledaren innan laborationen börjar.

Namn: Kurs:

CID: Handledare:

Datum: Signatur:

Förberedande frågor

Dessa frågor skall besvaras innan laborationen börjar.

1. Vad innebär det att ett material är kristallint? Kan du ge exempel på några kristallina material? Kan du ge exempel på några material som inte är kristallina? Vad kallas material som inte är kristallina?
2. Varför använder vi röntgenljus för diffraktionsmätningarna och inte någon annan typ av elektromagnetisk strålning, t.ex. synligt ljus?
3. Hur skapar man (vanligtvis) röntgenstrålning? Vilka huvudkomponenter består ett typiskt röntgenspektra av?
4. Vad är den maximala stråldosen man får utsättas för enligt svenska bestämmelser? Hur stor är stråldosen vid utträdesöppningen på apparaten som används i denna laboration?
5. Vilken strålning skulle du använda om du var intresserad av att bestämma kristallinstruktur på ytan av kristallen?
6. Om du skulle få enkristallint material som är mycket tyngre än det material som skall användas i denna laboration, skulle du då förlänga eller förkorta exponeringstiden för den nya kristallen? Motivera.

1 Introduktion

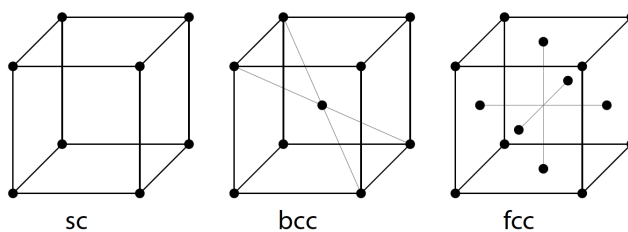
1.1 Kristallina material

De flesta fasta ämnen är kristallina, d.v.s. att atomerna är ordnade på ett regelbundet sätt. Metaller är ett bra exempel på kristallina material, men även oxider och material som utgörs av molekyler kan ha kristallstruktur. Att ett material är kristallint betyder att kristallstrukturen fyller ut hela materialets utbredning. Utan avbrott. Detta är relativt ovanligt och för t.ex. metaller så består de oftast av små enkristallina korn där kristallstrukturen är bruten mellan kornen (det är dock fortfarande starka bindningar mellan atomerna i de angränsande kornen), dessa material brukar benämnas polykristallina.

Det finns även material som helt saknar kristallstruktur, dessa kallas amorfa. Exempel på amorfa material är glas och vissa typer av plast.

1.2 Gitter

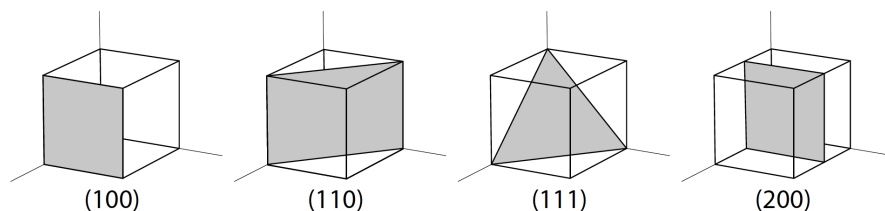
För ett kristallint material kan atomernas lägen beskrivas som punkter i rummet och man får då ett tredimensionellt gitter. Det finns 14 grundtyper av gitter (Bravais gitter) som skiljer sig åt på det att de har olika förhållanden för sidorna och vinklarna i enhetscellen. Enhetscellen är den minsta repeterbara enheten man kan definiera för ett fullständigt beskriva gittret. Det finns tre kubiska gitter, enkelt (Simple Cubic, SC), rymdcentrerat (Body Centered Cubic, BCC), och ytcentrerat (Face Centered Cubic, FCC). Enhetscellerna för de tre typerna av kubiska gitter kan ses i figur 1. Det finns också ett hexagonalt gitter (Hexagonal Close Packing, HCP) som vi inte kommer att gå igenom i detalj på denna laboration.



Figur 1: Kubiska gitter

1.3 Atomplan och Millerindex

Ett atomplan kan definieras som ett plan som skär genom vissa punkter i ett gitter, se figur 2. Millerindex används för att ange dessa plan och deras riktningar. Ett plan betecknas vanligen (hkl) , en klass av plan $\{hkl\}$, och en riktning $[hkl]$. Alla parallella plan har samma index. För Kubiska gitter gäller att planet (hkl) har normalen $[hkl]$.



Figur 2: Millerindex för några vanliga plan i ett kubiskt gitter.

1.4 Varför är det intressant att veta orienteringen av en kristall?

Enkristaller används inom flera områden av fysik, t.ex. i sveptunnelmikroskop (STM) och mekaniska studier av kemiska reaktioner på ytor. Då olika fasetter kan ha väldigt olika egenskaper måste man veta vilken/vilka ytor som är exponerade eller hur man ska klyva en kristall för att få de önskade ytorna exponerade. För detta är diffraktion ett användbart verktyg.

Man kan även se dessa experiment som ett bevis för att våra modeller för atomer, deras organisering, och interaktion med strålning fungerar i praktiken.

En enkristalls orientering är känd när enhetscellens läge (d.v.s. ett atomplans riktning) i förhållande till kristallens begränsningsytor är bestämd.

2 Diffraktion

2.1 Diffraktion i kristallstrukturer

Den australiensiske fysikern William L. Bragg formulerade ett enkelt villkor för konstruktiv interferens av ljus som reflekteras av plan separerade med ett avstånd d i en kristall:

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

Här markerar λ ljusets våglängd och θ infallsvinkeln relativt planet. Vänsterledet i ekvationen uttrycker vägskillnaden för ljus som reflekteras av två intilliggande plan och detta måste enligt högerledet motsvara ett helt antal våglängder för att ljusvågorna ska vara i fas och därmed förstärka varandra. Som framgår av formeln kan detta villkor uppfyllas endast då $\lambda < 2d$ vilket innebär att ju mindre struktur man vill studera desto kortare våglängd krävs. Det är dock inte bara ljus som besitter de vägegenskaper som manifesteras i form av diffraktionsmönster. Louis de Broglie postulerade att även massiva partiklar har vägegenskaper som kan uttryckas som en relation mellan våglängd och rörelsemängd p på följande sätt:

$$\lambda = \frac{h}{p} \approx \frac{h}{\sqrt{2mE}}, \quad (2)$$

där den sista likheten gäller för icke-relativistiska hastigheter, h är Plancks konstant. Detta kan jämföras med relationen mellan energi och våglängd för fotoner:

$$\lambda = \frac{hc}{E}. \quad (3)$$

Vid sidan av elektromagnetisk strålning används även elektroner och neutroner vid olika spridningsexperiment. Som framgår av ekvation 2 gäller att för massiva partiklar minskar våglängden med massan även om energin förblir konstant. Vilken typ av strålning som är mest fördelaktig att använda beror på det specifika studieobjektet. Nackdelen med elektromagnetisk strålning är att de i vissa fall absorberas av det bestrålade materialet. Neutroner har fördelen av att vara relativt tunga och dessutom elektriskt neutrala, något som dock samtidigt gör dem svårare att accelerera.

2.2 Laues diffraktionsvillkor

Vi ska nu härleda en formulering av Bragg-villkoret uttryckt i termer av det reciproka gittret. Om vi låter $(\vec{a}_1, \vec{a}_2, \vec{a}_3)$ beteckna de primitiva vektorerna för det direkta gittret så spänns motsvarande reciproka gitter upp av vektorerna $(\vec{b}_1, \vec{b}_2, \vec{b}_3)$ vilka definieras på följande sätt:

$$\vec{b}_1 = 2\pi \frac{\vec{a}_2 \times \vec{a}_3}{\vec{a}_1 \cdot (\vec{a}_2 \times \vec{a}_3)} \quad \vec{b}_2 = 2\pi \frac{\vec{a}_3 \times \vec{a}_1}{\vec{a}_2 \cdot (\vec{a}_3 \times \vec{a}_1)} \quad \vec{b}_3 = 2\pi \frac{\vec{a}_1 \times \vec{a}_2}{\vec{a}_3 \cdot (\vec{a}_1 \times \vec{a}_2)} \quad (4)$$

För ett rätvinkligt gitter förenklas dessa formler till:

$$\vec{b}_i = \frac{2\pi}{|\vec{a}_i|} \hat{a}_i, \quad (5)$$

där \hat{a}_i betecknar enhetsvektorn i \vec{a}_i s riktning. Generellt gäller dock följande samband:

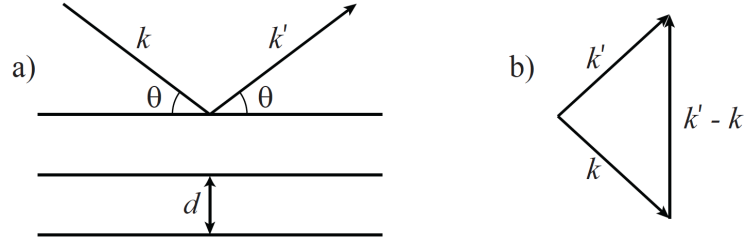
$$\vec{a}_i \cdot \vec{b}_j = 2\pi \delta_{ij}, \quad (6)$$

Det enklaste uttrycket för en plan elektromagnetisk våg lyder:

$$\Psi(\vec{r}) = e^{i\vec{k} \cdot \vec{r}} \quad k = |\vec{k}| = \frac{2\pi}{\lambda}, \quad (7)$$

där k betecknar det så kallade vågtalet. Vi betraktar nu en våg som reflekteras elastiskt mot ett plan bestående av punkter i det direkta gittret. Infallande stråle har vågvektorn \vec{k} och reflekterad stråle har vågvektorn \vec{k}' , se figur 3. Uppenbart är att vektordifferensen $\Delta\vec{k} = \vec{k}' - \vec{k}$ är normal till reflektionplanet och att dess belopp ges av

$$|\Delta\vec{k}| = 2 \sin \theta |\vec{k}| = 2 \sin \theta \frac{2\pi}{\lambda}, \quad (8)$$



Figur 3: Elastiskt reflektion av en ljusstråle i ett plan bestående av punkter i det direkta gitter.

vilket reduceras till Bragg-villkoret precis när

$$|\Delta \vec{k}| = \frac{2\pi n}{d}, \quad (9)$$

Detta kan man dock visa är ekvivalent med att

$$\Delta \vec{k} = h\vec{b}_1 + k\vec{b}_2 + l\vec{b}_3 \quad (10)$$

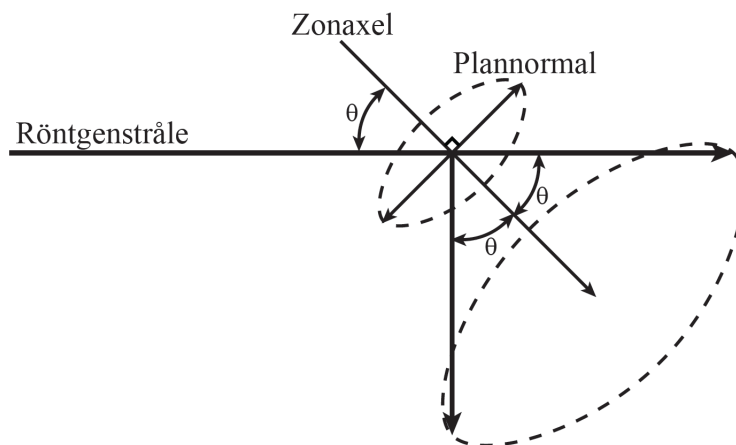
för någon taltrippel (h, k, l) som uppfyller

$$d = \frac{1}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}, \quad (11)$$

se till exempel J.M. Ziman, Theory of Solids (s. 9). En annan typ av härledning finns i C. Kittel, Introduction to Solid State Physics (s. 29-31). Talen (h, k, l) är Millerindex och innehåller information både om reflektionsplanens riktning samt avståndet mellan planen. I denna laboration kommer ni endast att registrera planfamiljernas orientering. Viktigt att notera är alltså att två uppsättningar Millerindex där den ena är en heltalsmultipel av den andra endast kommer att ge upphov till en punkt på diffraktionsbilden. Beroende på typen av gitterstruktur (BCC, FCC, diamant) kommer dessutom några vinklar vara så kallade döda vinklar, se Kittel (s. 39-40).

2.3 Zoner

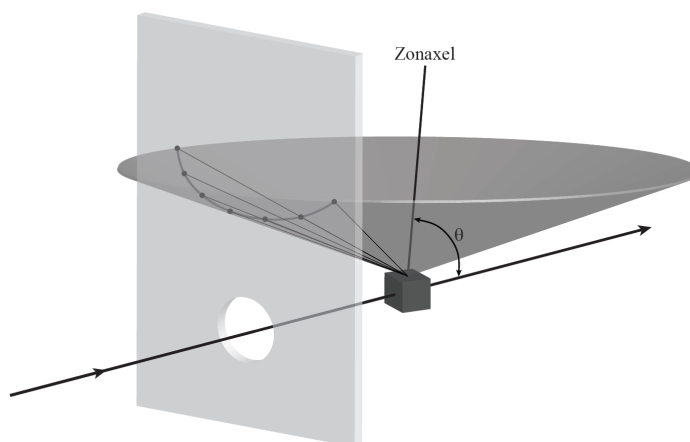
Plan sägs tillhöra samma zon om deras normaler är ortogonala mot en och samma linje, kallad zonaxel. Härav följer att två ickeparallella plan alltid kan anses tillhöra en zon där zonaxeln utgörs av skärningslinjen mellan planen. Från Braggs lag följer att de reflekterade strålarna från plan tillhörande samma zon bildar generatriser i en kon med zonaxeln som axel, enligt figur 4.



Figur 4: Diffraktion från planskaror som tillhör samma zon.

2.4 Laue fram- och bakåtrefleksion

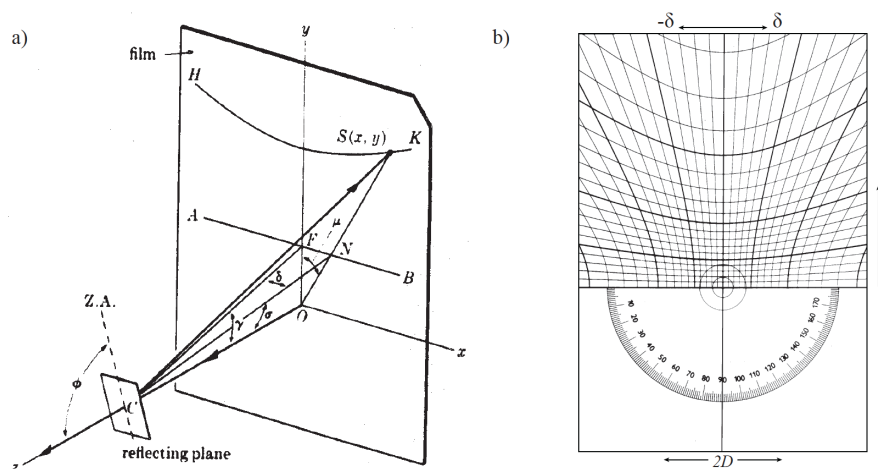
När en kristall träffas av en röntgenstråle skickas diffraktionsljus ut som strålar i en kon runt varje zonaxel. Om ett diffraktionsmönster upptas *efter* kristallen avbildas koner med toppvinkel $< 90^\circ$. Diffraktionspunkterna kommer att ligga på ellipser och metoden kallas Laue framåtrefleksion. Om diffraktionsmönstret upptas *framfr* kristallen avbildas koner med toppvinkel $> 90^\circ$. Diffraktionspunkterna ligger då på hyperblar och metoden kallas Laue bakåtrefleksion. Denna metod är lämplig för tjocka, metalliska prov som annars absorberar en stor del av strålningen. Laue bakåtrefleksion kommer att användas i denna laboration och metoden kan ses i figur 5.



Figur 5: Lauediffraktion i bakåtrefleksion.

2.5 Greningernät

Ett användbart verktyg för att utvärdera diffraktionsmönster från Laue bakåtrefleksion är ett så kallat Greningernät. Med detta diagram kan man transformera de upptagna diffraktionspunkterna till stereografiska projektioner av dithörande poler samt bestämma vinklar mellan plan och zoner direkt från ett diffraktionsmönster. Figur 6a visar sambandet mellan ett plan och den diffraktionspunkt det orsakar. Den reflekterade strålen träffar kameran i punkten $S(x, y)$. Normalen $C - N$ till planet anges med vinkelkoordinaterna (γ, δ) . γ är vinkeln OCF och δ är vinkeln FCN . Reflexer från övriga plan tillhörande samma zon kommer att falla längs hyperbeln $H - K$, medan normalerna kommer att falla längs den rätta linjen $A - B$ (d.v.s. γ konstant). För ett fixt avstånd mellan kamera och kristall är det nu möjligt att konstruera ett nät som direkt ger sambandet mellan diffraktionspunkt och vinkelkoordinaterna för normalen till planet. Detta diagram kallas Greningernät och kan ses i figur 6b. Observera att Greningernätet endast kan användas för just det avstånd mellan kristall och kamera som det tagits fram för.



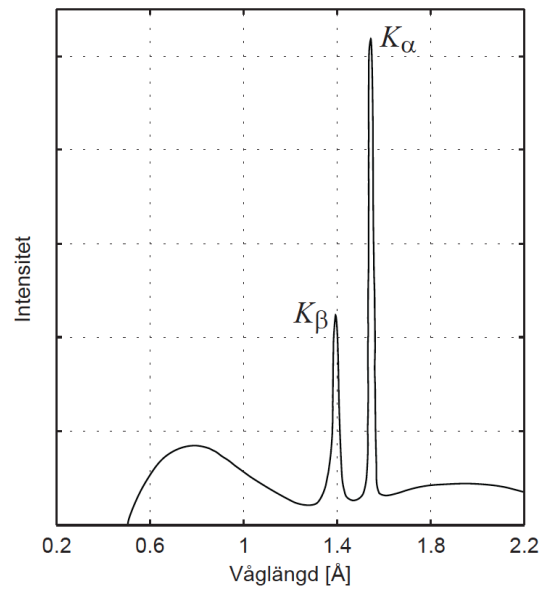
Figur 6: a) Sambandet mellan en diffraktionspunkt och normalen till de plan som orsakar den. b) Greningernät

3 Röntgenstrålning

Röntgenstrålning kan skapas genom att accelerera elektroner mot ett metallstycke. När elektronerna kolliderar med metallen bromsas de hastigt in och skillnaden i rörelseenergi förvandlas till elektromagnetisk strålning enligt:

$$E_b - E_s = h\nu \quad (12)$$

där ν är strålningsfrekvensen, E_b är begynnelseenergin och E_s slutenergin. Den strålning som uppkommer när elektronerna bromsas upp i metallen kallas bromsstrålning och har ett kontinuerligt spektrum. Bromsstrålningen är mer eller mindre oberoende av vilken metall elektronerna kolliderar med. Parallellt med denna process kan de inkommande elektronerna, om de ha tillräckligt med energi, också slå ut en elektron från något av de inre skalerna hos atomerna i metallen. Härvid bildas en vakans som snabbt fylls av en elektron från ett yttre skal. Överskottsenergin avges även i detta fall som strålning, men våglängden bestäms av energiskillnaden mellan de två elektrontillstånden. Då det bara finns ett givet antal möjliga övergångar så skapas det bara strålning med vissa givna våglängder. På detta sätt fås ett linjespektrum som benämns karakteristisk röntgenstrålning som överlagras på det kontinuerliga spektrumet. Ett schematiskt spektra från en Cu-källa kan ses i figur 7.



Figur 7: Röntgenspektrum för Cu.

3.1 Strålskydd

Att arbeta med röntgenljus är farligt och särskilda säkerhetsföreskrifter måste beaktas! Röntgenstrålning är av samma natur som synligt ljus men har mycket kortare våglängd. Den kan skada levande vävnad och man måste minimera mängden röntgenljus man exponeras för. Enligt svenska bestämmelser får den som deltar i röntgenarbete inte utsättas för högre doser än 0.9 mSv (millisievert) per vecka detta kan jämföras med att en genomsnittlig svensk får en stråldos på ca 3 mSv/år . För att få lite fortsatt perspektiv, så ger en röntgen av arm eller ben ca $0.1\text{-}0.15\text{ mSv}$ per undersökning.

Man kan skydda sig mot bestrålning genom att låta strålningen absorberas av ett strålskydd. Ämnen som samtidigt är tunga och har högt atomnummer, t.ex. Pb, har stor absorptionsförmåga. Men, alla material som träffas av röntgenstrålning utsänder i sin tur sekundär röntgenstrålning i alla riktningar. Denna strålning har mycket lägre intensitet, men har i övrigt samma egenskaper som primärstrålningen.

Vid röntgenrörets utträdesöppning är doshastigheten ca 2 Sv per sekund, då röntgenröret arbetar med 40 kV och 20 mA .

En sekunds bestrålning kan ge upphov till obotliga skador!

Följande bestämmelser skall beaktas:

1. Ej använda utträdesöppningar skall skärmas med 1 mm Pb eller ekvivalent tjocklek av annat material.
2. Röntgenapparaten skall vara avstängd då kamera eller preparat monteras.
3. Under inga omständigheter får fingrar eller andra kroppsdelar träffas av primärstrålen. Detta måste särskilt beaktas vid injustering av kamera eller preparat.
4. Primärstrålen skall slutligen uppfångas av minst 1 mm Pb.
5. Källor till sekundärstrålning skall avskärmas.
6. Doshastigheten i närheten av experimentanordningen skall kontrolleras med mätinstrument.

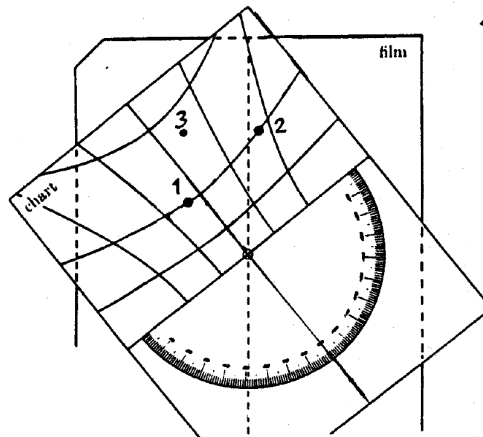
4 Experiment

4.1 Upptagning av Laue-diffraktionsmönster

I denna laboration kommer ett diffraktionsmönster från en enkristall av Cu att upptas. Provet är monterat på en goniometer, som gör det möjligt att rotera provet kring vertikal- och horisontalaxeln. Metoden som kommer att användas är Laue bakåtrefleksion, vilket innebär att detekteringen kommer att göras mellan röntgenkällan och provet. Här används en CCD kamera för att detektera de reflekterade strålarna. Det kommer finnas beskrivning på hur detta genomförs och labbhandledaren kommer givetvis finnas tillhands.

4.2 Utvärdering med Greningernät

1. Rita av ett antal tydliga reflexer från diffraktionsbilden på overheadplast och se till att markera Både primärstrålen och bildens kanter. Handledaren kommer att instruera vilka tre reflexer som kan användas för att lösa uppgiften.
2. Markera de tre reflexerna och ge dem namn, t.ex. 1, 2, och 3. Mät vinklarna mellan de tre reflexerna (1-2, 2-3, 3-1) med hjälp utav Greningernätet. För att mäta vinkeln mellan två punkter läggs först nätet över overheadbladet, så att nätets centrum ligger mitt i primärstrålen. Sedan vrider man nätet så att de två reflexerna är parallella med en hyperbelgren (eller ligger på en hyperbelgren). När två punkter ligger parallellt med en hyperbelgren (konstant gamma) kan de anses tillhöra samma zon och vinkeln (delta) mellan planen, som gett upphov till reflexerna kan bestämmas med Greningernätet. Rakna antalet rutor mellan de två punkterna, en ruta motsvarar 2° . Figur 8 visa hur mätningen går till.



Figur 8: Mätning av vinkeln mellan två poler med Greningernät.

3. Tabellen som handledaren delar ut innehåller vinklarna mellan olika grupper av plan i ett kubiskt gitter. Använd denna tabell för att identifiera möjliga plan som givit upphov till de uppmätta reflexerna. För att bestämma vilka plan som givit reflexerna, rekommenderas det att alla tänkbara planpar, med vinklar ± 1 från det som mättes upp med Greningernätet också tas med. Tabellen kan se ut på följande sätt:

1-2, vinkel 12	2-3, vinkel 23	3-1, vinkel 31
(hkl)-(hkl)	(hkl)-(hkl)	(hkl)-(hkl)
...

Gå sedan systematiskt igenom listan för att hitta en uppsättning av tre plan från vilka de tre reflexerna kan ha kommit ifrån. För detta kan man börja med att göra ett antagande för reflex 1, vilket ger ett möjligt plan för reflex 2. Om det nu finns ett plan för reflex 3 som gör att vinklarna uppfyller det som uppmätts har man en möjlig lösning, om inte kan antagandet förkastas och ett nytt antagande görs. Även om en möjlig lösning hittas måste proceduren göras om för alla möjliga antaganden, det är troligt att flera möjliga lösningar hittas. Om flera möjliga lösningar hittas, kommer labbhandledaren att peka ut en fjärde reflex. Mät vinkeln till de första tre och med en liknande analys som ovan bör sedan endast en lösning vara kvar. Vi vet nu vilka plan som givit upphov till de olika reflexerna!

4. Med hjälp av ett genererat diffraktionsmönster för FCC, där alla planen är angivna, ska sedan proceduren genomföras baklänges. Välj ett plan på bilden och räkna ut vad vinkeln borde vara till något utav planen som tidigare identifierades. Titta sedan på det detekterade diffraktionsmönstret och se om uträkningen stämmer eller inte.

4.3 Injustering av kristallen

Med hjälp av Greningernätet kan man nu bestämma hur mycket kristallen skall vridas för att ett visst plan skall stå vinkelrätt mot röntgenstrålen. Med den tillgängliga apparaturen kan kristallen roteras kring en axel genom röntgenstrålen, samt vridas kring en vertikal axel. Uppmät därför med gradskivan på Greningernätet den vinkel kristallen skall vridas för att reflexen skall hamna på en horisontell linje genom centrum. Med hjälp av nätet avläses sedan vinkeln som kristallen skall vridas kring vertikalexeln. Sedan går vi tillbaka till labbet, justerar kristallen och tar upp ett nytt diffraktionsmönster.

4.4 3D modell av kristallstrukturen/gittret

För att få en ökad förståelse över hur planen och kristallstrukturen/gittret ser ut på atomnivå, kommer vi nu bygga en 3D modell med hjälp utav pingisbollar.

För varje kristallstruktur/gitter ska koordinationsstalet och enhetscellen redovisas.

Följande kristallstrukturer/gitter ska byggas:

1. enkelt kubiskt gitter (Simple Cubic, SC)
2. rymdcentrerat kubiskt gitter (Body Centerd Cubic, BCC)
3. hexagonalt gitter (Hexagonal Close Packing, HCP)
4. ytcentrerat kubiskt gitter (Face Centered Cubic, FCC)

FCC kan sedan jämföras med den tillhandahållna modellen i metall.

Ha en lärorik och rolig laboration!