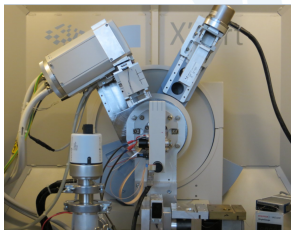


Rentgenová difrakce

Michal Malík

ČVUT, FJFI v Praze

2017



Obrázek: Difraktoměr zevnitř

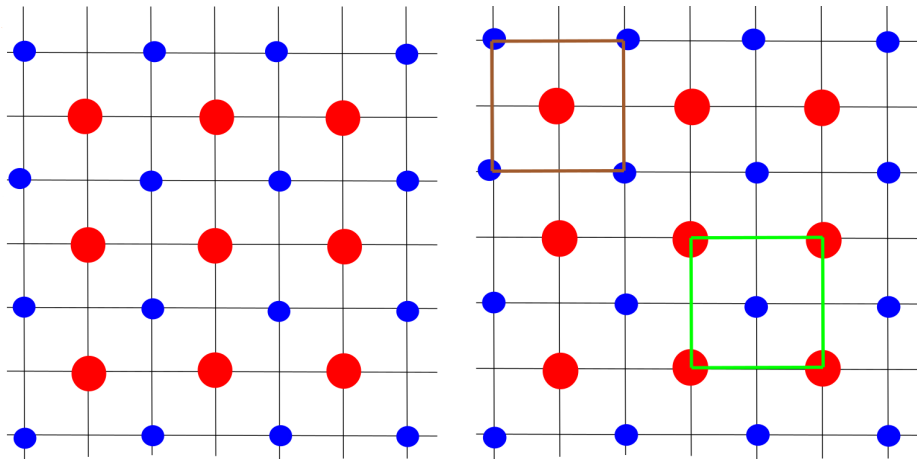
Rentgenová difrakce

- ▶ umožňuje řešit strukturu krystalických látek
- ▶ nedestruktivní charakter
- ▶ struktura a mikrostruktura
- ▶ povrch (μm)
- ▶ další možnosti:
 - ▶ neutronová difrakce (mm)
 - ▶ elektronová difrakce (nm)



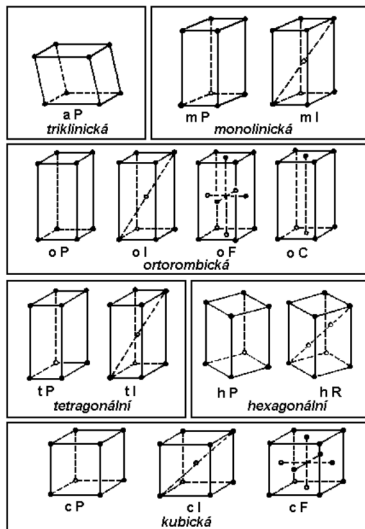
Obrázek: Difraktoměr zvenku, Difraktometr X'Pert PRO od firmy PANalytical ve Fyzikálním ústavu AV ČR.

Elementární buňka



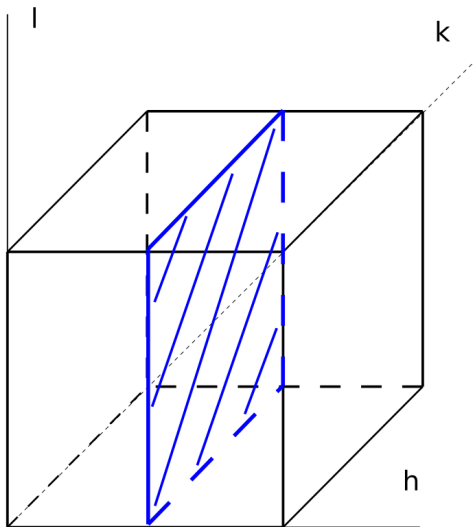
Obrázek: Volba el. buňky

Bravaisova mřížka



Obrázek: Bravaisovy mřížky [5], portál xray.cz, článek III. Prostorové mříže a krystalové soustavy, 2.12.2017

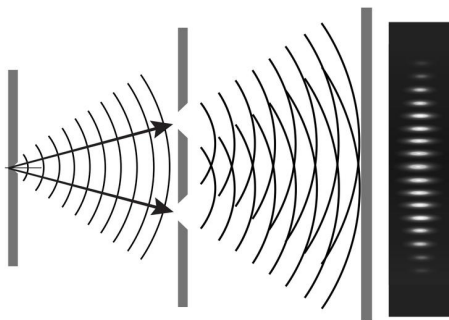
Millerovi indexy



Obrázek: $hkl = 200$

Dvoušterbinový experiment

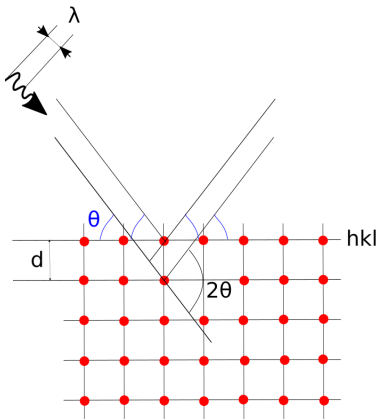
- ▶ Young
- ▶ 1912: Max Von Laue



Obrázek: Dvoušterbinový experiment, [4], portál curiosity.com, článek The Double-Slit Experiment Cracked the Reality Wide Open, 2.12.2017

Braggova podmínka

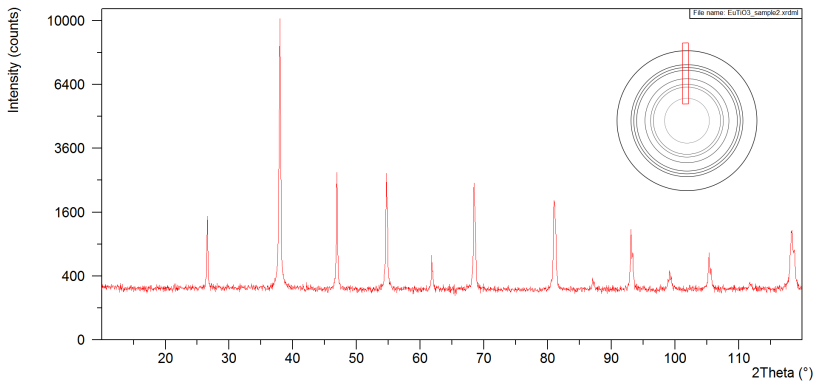
$$2d\sin\theta = \lambda. \quad (1)$$



Obrázek: Braggova podmínka

Difrakční záznam

- ▶ EuTiO_3
- ▶ postaru
- ▶ uspořádání peaků



Obrázek: Difrakční záznam

Určení typu elementární buňky

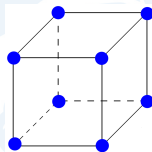
- Z Braggovy podmínky a úhlu θ jsme schopni vypočíst d (1).

$$Q_{hkl} = \frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2}. \quad (2)$$

Q_i / Q_1	1,00	2,01	3,03	4,03	5,06	6,03	-	8,16	9,14	10,13	11,11	12,16	13,15	14,12
P	1	2	3	4	5	6	-	8	9	10	11	12	13	14
I	-	2	-	4	-	6	-	8	-	10	-	12	-	14
F	-	-	3	4	-	-	-	8	-	-	11	12	-	-
h	0	0	1	0	0	1	-	0	0	0	1	2	0	1
k	0	1	1	0	1	1	-	2	0	1	1	2	2	2
l	1	1	1	2	2	2	-	2	3	3	3	2	3	3

- zakázané číslo
- Primitivní buňka

$$a = 3,9\text{\AA} \quad (3)$$



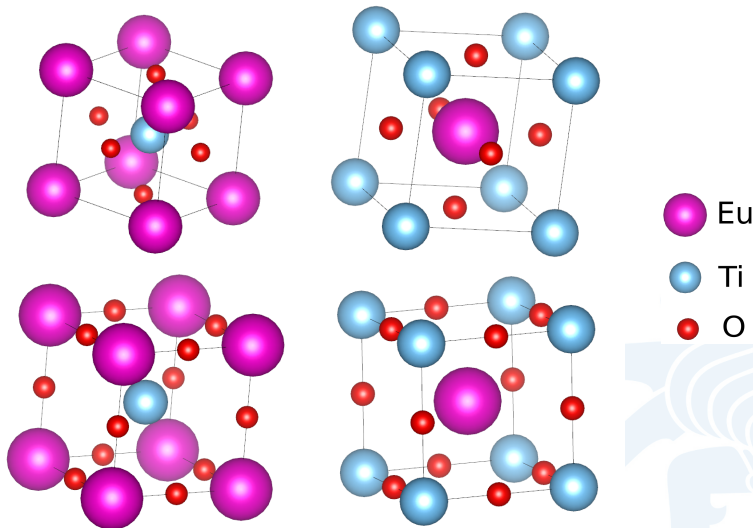
Metoda nejmenších čtverců

- ▶ aproximace řešení
 - ▶ funkční závislost

$$2\theta_{hkl} = 2 \frac{180^\circ}{\pi} \arcsin \left(\lambda \frac{\sqrt{(h^2 + k^2 + l^2)}}{2a} \right). \quad (4)$$

- ▶ diskrétní body
- ▶ minimalizace součtu čtverců odchylek
 - ▶ naměřené a napočtené hodnoty

Možné elementární buňky



Obrázek: Možné buňky EuTiO_3 , užít program VESTA,
<http://jp-minerals.org/vesta/en>. [6]

Intenzita

$$I_{hkl} = K p_{hkl} L_{\theta} P_{\theta} T_{hkl} E_{hkl} |\mathbf{F}_{hkl}|^2. \quad (5)$$

- ▶ počet fotonů
- ▶ výška peaku
- ▶ Škálovací faktor K
- ▶ Lorenzův-Polarizační faktor LP_{θ}
- ▶ Multiplikační faktor p_{hkl}
- ▶ Texturní faktor T_{hkl}
- ▶ Extinkční faktor E_{hkl}



Strukturní amplituda

$$\mathbf{F}_{\mathbf{hkl}} = \sum_{j=1}^n g_j t_j(s) f_j(s) \exp(2\pi i(hx_j + ky_j + lz_j)), \quad (6)$$
$$s = \frac{\sin\theta}{\lambda}.$$

- rozptylová schopnost atomu $f(s)_j$
- amplituda vlny
- Okupační faktor g_j
- Teplotní faktor $t(s)_j$

$$t_j = \exp\left(-B_j \frac{\sin^2\theta}{\lambda^2}\right). \quad (7)$$

Výpočty 1

měření	2 Θ	SIN Θ/λ	d (anks)	Q	Q/Q1	A	h	k	l	h'	k'	l'	a (ankst)
1	26,4	0,13	3,92	0,07	1,00	1,00	0,00	0,00	1,00				3,92
2	37,7	0,18	2,77	0,13	2,00	2,00	0,00	1,00	1,00				3,92
3	46,8	0,22	2,25	0,20	3,02	3,00	1,00	1,00	1,00				3,90
4	54,5	0,26	1,95	0,26	4,02	4,00	0,00	0,00	2,00				3,91
5	61,8	0,29	1,74	0,33	5,06	5,00	0,00	1,00	2,00				3,89
6	68,2	0,31	1,60	0,39	6,03	6,00	1,00	1,00	2,00				3,91
7	81,4	0,36	1,37	0,53	8,15	8,00	0,00	2,00	2,00				3,88
8	87,3	0,39	1,30	0,60	9,14	9,00	0,00	0,00	3,00	1,00	2,00	2,00	3,89
9	93,2	0,41	1,23	0,66	10,12	10,00	0,00	1,00	3,00				3,89
10	99,1	0,43	1,18	0,72	11,11	11,00	1,00	1,00	3,00				3,90
11	105,5	0,44	1,12	0,79	12,15	12,00	2,00	2,00	2,00				3,89
12	111,8	0,46	1,08	0,86	13,15	13,00	0,00	2,00	3,00				3,89
13	118,2	0,48	1,04	0,92	14,12	14,00	1,00	2,00	3,00				3,90
													3,90

Eu	měřeno	SIN θ/λ	f	p. f.	x	y	z	x'	y'	z'	Re	Im g	Re'	Im g'	t_A	t_B	t_C	t_D	Fe_A	Fe_B	Fe_C	Fe_D
1	0,13	41,68	1	0	0	0	0	0,5	0,5	0,5	1	0	0	-1	1,2E-16	9,8E-01	9,8E-01	9,7E-01	4,1E+01	4,1E+01	-4,1E+01	-4,1E+01
2	0,18	38,10	1	0	0	0	0	0,5	0,5	0,5	1	0	1	0	-2,5E-16	9,7E-01	9,7E-01	9,5E-01	3,7E+01	3,7E+01	3,7E+01	3,6E+01
3	0,22	35,99	1	0	0	0	0	0,5	0,5	0,5	1	0	-1	0	-3,7E-16	9,5E-01	9,5E-01	9,2E-01	3,4E+01	3,4E+01	-3,4E+01	-3,3E+01
4	0,26	34,48	1	0	0	0	0	0,5	0,5	0,5	1	0	1	0	-2,5E-16	9,4E-01	9,4E-01	9,0E-01	3,2E+01	3,2E+01	3,2E+01	3,1E+01
5	0,29	33,31	1	0	0	0	0	0,5	0,5	0,5	1	0	-1	0	-3,7E-16	9,2E-01	9,2E-01	8,7E-01	3,1E+01	3,1E+01	-3,1E+01	-2,9E+01
6	0,31	32,34	1	0	0	0	0	0,5	0,5	0,5	1	0	1	0	-4,9E-16	9,1E-01	9,0E-01	8,5E-01	2,9E+01	2,9E+01	2,9E+01	2,7E+01
7	0,36	30,81	1	0	0	0	0	0,5	0,5	0,5	1	0	1	0	-4,9E-16	8,8E-01	8,7E-01	8,1E-01	2,7E+01	2,7E+01	2,7E+01	2,5E+01
8	0,39	30,18	1	0	0	0	0	0,5	0,5	0,5	1	0	-1	0	-3,7E-16	8,6E-01	8,6E-01	7,8E-01	2,6E+01	2,6E+01	-2,6E+01	-2,4E+01
9	0,41	29,61	1	0	0	0	0	0,5	0,5	0,5	1	0	1	0	-4,9E-16	8,5E-01	8,5E-01	7,6E-01	2,5E+01	2,5E+01	2,5E+01	2,3E+01
10	0,43	29,10	1	0	0	0	0	0,5	0,5	0,5	1	0	-1	0	-6,1E-16	8,3E-01	8,3E-01	7,4E-01	2,4E+01	2,4E+01	-2,4E+01	-2,2E+01
11	0,44	28,63	1	0	0	0	0	0,5	0,5	0,5	1	0	1	0	-7,4E-16	8,2E-01	8,2E-01	7,2E-01	2,3E+01	2,3E+01	2,3E+01	2,1E+01
12	0,46	28,20	1	0	0	0	0	0,5	0,5	0,5	1	0	-1	0	-6,1E-16	8,1E-01	8,0E-01	7,0E-01	2,3E+01	2,3E+01	-2,3E+01	-2,0E+01
13	0,48	27,81	1	0	0	0	0	0,5	0,5	0,5	1	0	1	0	-7,4E-16	7,9E-01	7,9E-01	6,8E-01	2,2E+01	2,2E+01	2,2E+01	1,9E+01

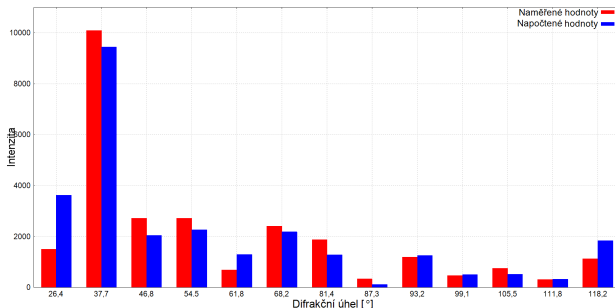
Obrázek: Ukázka výpočtů strany a Strukturní amplitudy Eu

Vypočty 2

měření	Fe_c_A	Fe_c_B	Fe_c_C	Fe_c_D	Fe_c_A^2	Fe_c_B^2	Fe_c_C^2	Fe_c_D^2	p	p'	LP	I_A	I_B	I_C	I_D
1	26,08	32,77	-32,77	-25,80	680,17	1073,55	1073,55	665,88	6		35,09	3475,95	4848,94	4848,94	3626,25
2	44,17	44,15	44,15	43,24	1951,25	1949,49	1949,49	1870,10	12		16,27	9249,41	8167,62	8167,62	9446,57
3	32,27	18,01	-18,01	-31,25	1041,10	324,51	324,51	976,83	8		10,11	2044,63	563,27	563,27	2044,32
4	47,23	47,19	47,19	45,26	2230,46	2226,45	2226,45	2048,79	6		7,12	2314,22	2041,71	2041,71	2265,25
5	20,68	24,65	-24,65	-19,61	427,59	607,75	607,75	384,51	24		5,41	1347,56	1692,83	1692,83	1291,33
6	35,02	34,97	34,97	32,86	1226,45	1223,14	1223,14	1079,70	18		4,34	2325,61	2049,92	2049,92	2181,72
7	39,10	39,03	39,03	35,91	1528,64	1523,14	1523,14	1289,76	12		3,19	1422,51	1252,75	1252,75	1279,00
8	17,65	20,86	-20,86	-16,04	311,36	435,15	435,15	257,19	6	18	2,91	132,19	163,29	163,29	116,36
9	30,07	30,00	30,00	27,04	904,21	900,15	900,15	731,19	24		2,77	1457,55	1282,45	1282,45	1256,00
10	22,49	13,40	-13,40	-20,01	505,93	179,46	179,46	400,52	18		2,73	603,18	189,10	189,10	508,85
11	34,01	33,92	33,92	29,94	1156,48	1150,25	1150,25	896,29	8		2,79	626,93	551,12	551,12	517,77
12	15,40	18,17	-18,17	-13,41	237,13	330,31	330,31	179,92	24		2,96	408,75	503,21	503,21	330,48
13	26,50	26,41	26,41	22,84	702,12	697,71	697,71	521,52	42		3,25	2324,63	2041,69	2041,69	1840,02

Obrázek: Ukázka výpočtu Intenzity

Výsledky

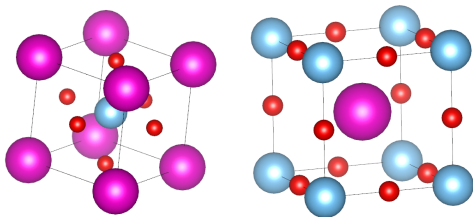


Obrázek: Porovnání naměřených a napočtených hodnot Intenzity

- ▶ $a = 3,9\text{\AA}$
- ▶ $K = 0,026$
- ▶ $B = 1,6$

Poděkování

Ing. Jan Drahekoupil, Ph.D. Katedra inženýrství
pevných látek, ČVUT, FJFI



Obrázek: Výsledná elementární buňka. [6]

Literatura



Vitalij K. Pecharsky, Peter Y. Zavalij *Fundamentals of Powder Diffraction and Structural Characterization of Materials*, 2nd edition, New York, Springer, 2009. ISBN 978-0-387-09578-3.



Prof. RNDr. Ivo Kraus, DrDc., Ing. Nikolaj Ganey, CSc. *Technické aplikace difrakční analýzy*, 1st edition, Praha, Vydavatelství ČVUT, 2004. ISBN 80-01-03099-7.



Theo Hahn *International Tables of Crystallography, Volume A: Space-Group Symmetry* 5th edition, Springer 2005. ISBN 0-7923-6590-9.



The Double-Slit Experiment Cracked Reality Wide Open <https://curiosity.com/topics/the-double-slit-experiment-cracked-reality-wide-open-curiosity/> 2.12.2017.



III. Prostorové mříže a krystalové soustavy <http://www.xray.cz/kryst/str03a.htm> 2.12.2017.



Amakubo, Tsukuba-shi, Ibaraki (Japonsko) *Program Vesta* <http://jp-minerals.org/vesta/en/> Program umožňuje vizualizaci 3D modelů elementárních buněk, elektronů, atd.



AK LECTURES *X-Ray Diffraction and Bragg Equation* <https://www.youtube.com/watch?v=aFyJUhFCL5Q> 2.12.2017