

# DYFRAKCJA RENTGENOWSKA NA MATERIALE PROSZKOWYM: JAKOŚCIOWA I ILOŚCIOWA ANALIZA MIESZANIN WIELOFAZOWYCH W CIELE STAŁYM

## 1. Cel doświadczenia

Celem ćwiczenia jest przeprowadzanie analizy jakościowej i ilościowej mieszaniny o nieznanym składzie metodą dyfrakcji proszkowej. Istotą doświadczenia będzie rejestracja i porównanie dyfraktogramów proszkowych próbki trójskładnikowej mieszaniny z dyfraktogramami możliwych substancji wchodzących w skład próbki.

## 2. Wykonanie doświadczenia

- a) W celu analizy jakościowej, dokonać pomiaru próbki mieszaniny składającej się z trzech nieznanymi składnikami.
- b) W celu analizy ilościowej, przygotować i dokonać pomiaru czterech mieszanin o różnym ułamku molowym ( $\text{Cu}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ ). Następnie dokonać pomiaru próbki o nieznanym składzie ilościowym  $\text{Cu}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ .
- c) Badaną próbkę utrzyć w moździerz agatowym.
- d) Wnękę w kuwecie wypełnić próbką i wyrównać powierzchnię substancji z powierzchnią kuwety. Tak przygotowaną próbkę umieścić na stoliku dyfraktometru proszkowego.
- e) Korzystając z oprogramowania DIFFRAC.MEASUREMENT, w zakładce COMMANDER ustawić odpowiednią pozycję próbki na stoliku. W tym celu należy ustawić Sample Position na tą gdzie została umieszczona kuweta.
- f) Zaznaczyć oba okienka przy Synchronous rotation i nacisnąć ikonę z literką X po prawej stronie.
- g) Ustawić parametry generatora wysokiego napięcia, natężenie 40 mA (*Current*) i napięcie na 40 kV (*Voltage*).
- h) Ustawić parametry pomiaru: krok skanowania  $0.012^\circ/\text{s}$  (*Increment*), czas na krok 0.1 s (*Time*) i zakres  $2\theta$  od  $20^\circ$  do  $70^\circ$  (*2Theta*). Rozpocząć pomiar klikając przycisk Start.
- i) Zapisać otrzymany dyfraktogram w formacie *.raw* i przeprowadzić te same czynności z podpunktów od a) do c) dla kolejnych próbek.

## 3. Analiza wyników

- a) Korzystając z oprogramowanie DIFFRAC.EVA, dokonać analizy dyfraktogramów. Wczytać pliki *.raw* do programu.
- b) Korzystając z funkcji *Create Area* zmierzyć intensywność wybranych pików i parametr FWHM dla wszystkich faz.
- c) Wyeksportować otrzymane dyfraktogramy do formatu *.xy* używając funkcji Export Scan (opcja w Data Tree).

#### 4. Opracowanie rezultatów

- a) Określić skład jakościowy próbki porównując zarejestrowany dyfraktogram z dyfraktogramami literaturowymi (podane przez asystenta).
- b) Wykreślić zależność intensywności refleksów w funkcji ułamka wagowego składników mieszaniny ( $\text{Cu}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ ). W przypadku pierwszego ze składników wybrać tylko jeden refleks, dla drugiego uwzględnić ich większą liczbę (np. pięć). Na podstawie tak otrzymanych krzywych kalibracyjnych określić skład ilościowy nieznanej próbki.
- c) Dla próbki trójskładnikowej z podpunktu a) określić zawartość trzeciego składnika korzystając z metody dodatku wzorca. Uznając  $\text{Al}_2\text{O}_3$  za wzorec porównać stosunek intensywności refleksu ( $311$ ) – kąt  $2\theta = 43,4^\circ$  z intensywnością danego refleksu dla trzeciego składnika. W obliczeniach należy uwzględnić stałą  $K_{a/c}$  (podaną przez asystenta).

#### 5. Wymagania kolokwialne

- a) Podstawy teorii dyfrakcji promieni rentgenowskich w ośrodkach periodycznych (teoria Lauego, Braggów, konstrukcja Ewalda).
- b) Podstawy krystalografii (grupy punktowe, przestrzenne, układy krystalograficzne).
- c) Podstawy dyfrakcji proszkowej, powiązanie właściwości strukturalnych w kontekście odpowiednich parametrów uzyskanych dyfraktogramów (pozycja, intensywność, szerokość w połowie wysokości refleksu).
- d) Pojęcie kryształu, krystalitu, domeny, rozmiar krystalitu i metody jego szacowania (równanie Schererra).
- e) Efekt tekstury i preferowana orientacja,
- f) Budowa i elementy dyfraktometru proszkowego,
- g) Ilościowa analiza składu metodą dyfrakcji proszkowej, metody wzorca wewnętrznego i krzywek kalibracyjnej.

#### 6. Literatura

- a) G. Cichowicz, *Dyfrakcja rentgenowska na materiale proszkowym: jakościowa i ilościowa analiza mieszanin wielofazowych w ciele stałym*, Warszawa (2018) – skrypt dostępny u prowadzącego.
- b) P. Luger, *Rengenografia strukturalna monokryształów*, PWN, Warszawa (1989).
- c) R. E. Dinnebier, S. J. L. Billinge, *Powder Diffraction: Theory and Practice*, RSC Publishing (2008).
- d) V. Pecharsky, P. Zavalij, *Fundamentals of Powder Diffraction and Structural Characterization of Materials*, Second Edition, Springer (2009).