



ΑΣΚΗΣΗ 1

Σκοπός της άσκησης 1 είναι ο υπολογισμός των μηκών κύματος λ_{α} και λ_{β} της ακτινοβολίας του μετάλλου της αντικαθόδου του εργαστηριακού περιθλασίμετρου.

- ΟΡΓΑΝΟ: Αυτόματο εργαστηριακό περιθλασίμετρο ακτίνων Χ, με αντικάθοδο Cu ή Mo.
- ΥΛΙΚΑ: Μονοκρύσταλλοι NaCl και LiF

$$\rho_{\text{NaCl}} = 2.16 \text{ gr/cm}^3 \text{ και } M_{\text{NaCl}} = 58.5$$

$$\rho_{\text{LiF}} = 2.64 \text{ gr/cm}^3 \text{ και } M_{\text{LiF}} = 25.94$$

Πορεία της άσκησης

1. Από την σχέση της πυκνότητας υπολογίζουμε τη σταθερά της κυψελίδας a των υλικών και την ισαπόσταση d_{200} των επιπέδων {200} που δίνουν την πρώτη ανάκλαση.
2. Στο εργαστηριακό περιθλασίμετρο δίνουμε από τον πίνακα ελέγχου τις τιμές των παραμέτρων εργασίας ως εξής: Πρώτα πιέζουμε τον διακόπτη της παραμέτρου και στη συνέχεια με τον περιστρεφόμενο διακόπτη ADJUST επιλέγουμε την αντίστοιχη τιμή. Για να δώσουμε την περιοχή β , πρώτα πιέζουμε τον διακόπτη COUPLED που συμπλέκει την κίνηση του κρυστάλλου με την κίνηση του ανιχνευτή σε σχέση 1:2. Πιέζουμε τον βlimits και επιλέγουμε την τιμή που θέλουμε με τον περιστρεφόμενο διακόπτη ADJUST, μετά ξαναπιέζουμε τον β και επιλέγουμε το άνω όριο πάλι με τον περιστρεφόμενο διακόπτη. Με τον τρόπο αυτό εισάγουμε τις παραμέτρους της μέτρησης ανάλογα με το μέταλλο της αντικαθόδου.
3. Τοποθετούμε στη βάση που βρίσκεται στο κέντρο του γωνιομέτρου, τον κρύσταλλο του πρώτου υλικού. Στη συνέχεια ενεργοποιούμε το μεγάφωνο με τον αντίστοιχο διακόπτη, μετά πιέζουμε τον HV/ON-OFF διακόπτη για να εφαρμόσουμε τον προεπιλεγείσα υψηλή τάση. Τέλος πιέζουμε τον διακόπτη SCAN για να αρχίσει η αυτόματη σάρωση η οποία καταγράφεται στην οθόνη του υπολογιστή που είναι συνδεδεμένος με το όργανο. Στην

οθόνη του υπολογιστή που συνδέεται με το όργανο καταγράφεται η λίστα των τιμών θ -I καθώς και το διάγραμμα θ -I.

4. Για κάθε ανάκλαση από το διάγραμμα θ -I του πρώτου υλικού που μετρήθηκε συμπληρώνουμε στον παρακάτω πίνακα 1.A τις τιμές του d και τις τιμές θ , $\sin\theta$.

Πίνακας 1.A

κορυφή	d_{200}	θ	$\sin\theta$	n	hkl	λ_{α}	λ_{β}
1							
2							
3							
4							

5. Συμπεραίνουμε την τάξη n και τους δείκτες κάθε ανάκλασης και τις καταχωρούμε στον ίδιο πίνακα.
6. Υπολογίζουμε τα μήκη κύματος λ_{α} , λ_{β} στις αντίστοιχες στήλες.
7. Τελικά προσδιορίζουμε μία τιμή για κάθε μ.κ. λ_{α} και λ_{β} του μετάλλου της αντικαθόδου.
8. Χρησιμοποιώντας τις τελικές τιμές λ_{α} και λ_{β} που προσδιορίσαμε, συμπληρώνουμε τον πίνακα 1.A και για τον κρύσταλλο του δεύτερου υλικού, υπολογίζοντας θεωρητικά τις γωνίες που θα εμφανίσει ανακλάσεις.
9. Υποθέτοντας ότι κάθε ανάκλαση είναι πρώτης τάξεως ($n=1$) και χρησιμοποιώντας τις γωνίες από τον πίνακα 1.A συμπληρώνουμε τον πίνακα 1.B με τις τιμές των d_{hkl} και των δεικτών hkl που υπολογίζουμε για τους κρυστάλλους και των δύο υλικών.

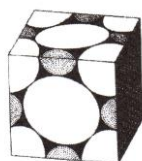
Πίνακας 1.B

κορυφή	$n=1$	θ	$\sin\theta$	$d(\text{\AA})$	hkl
1					
2					
3					
4					

ΑΣΚΗΣΗ 2

Σκοπός της άσκησης 2 είναι ο προσδιορισμός της παραμέτρου a κυβικής κυψελίδας σε πλέγμα F (τύπου NaCl) χρησιμοποιώντας δύο υποθέσεις για τον τρόπο επαφής των ιόντων. Δίνονται:

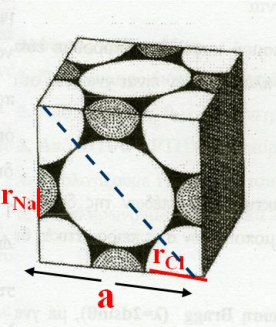
- οι ακτίνες των ιόντων και
- το μήκος κύματος του μετάλλου της αντικαθόδου του εργαστηριακού περιθλασίμετρου.

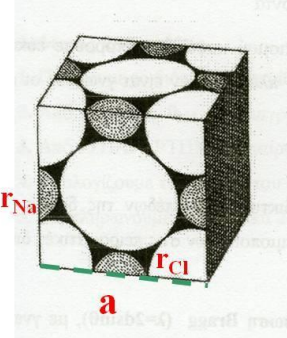


- ΟΡΓΑΝΟ: Αυτόματο εργαστηριακό περιθλασίμετρο ακτίνων X, με αντικάθοδο Cu ή Mo.
- ΥΛΙΚΑ: Μονοκρύσταλλοι NaCl και LiF (Χρησιμοποιούμε μονοκρυστάλλους που έχουν την δομή του NaCl)
- Περιοδικός Πίνακας των στοιχείων με τις ατομικές και ιοντικές τους ακτίνες

Πορεία της άσκησης

1. Δεχόμαστε δύο δυνατότητες σχηματισμού της κυψελίδας :

ΥΠΟΘΕΣΗ Α	
Τα μεγάλα ανιόντα βρίσκονται σε επαφή μεταξύ τους και τα κατιόντα διατάσσονται στα κενά που δημιουργούνται μεταξύ των ανιόντων	

ΥΠΟΘΕΣΗ Β	
Τα ανιόντα βρίσκονται σε επαφή με τα κατιόντα	

2. Από τις ακτίνες των ιόντων υπολογίζουμε θεωρητικά το a του κρυστάλλου για κάθε μία από τις δύο υποθέσεις (Α και Β).
3. Συμπληρώνουμε τον παρακάτω πίνακα για κάθε κρύσταλλο υπολογίζοντας τα d_{hkl} και θ_{hkl} για μήκη ακτινοβολίας $CuK\alpha$ και $CuK\beta$ ή $MoK\alpha$ και $MoK\beta$ (ανάλογα με την αντικάθοδο του περιθλασίμετρου).
4. Τοποθετούμε διαδοχικά τους κρυστάλλους στο περιθλασίμετρο και παίρνουμε τα διάγραμμα περιθλασης τους.
5. Καταγράφουμε στον πίνακα και τις πειραματικές τιμές θ και αποφαινόμεστε ποια από τις δύο υποθέσεις είναι η σωστή και γιατί.

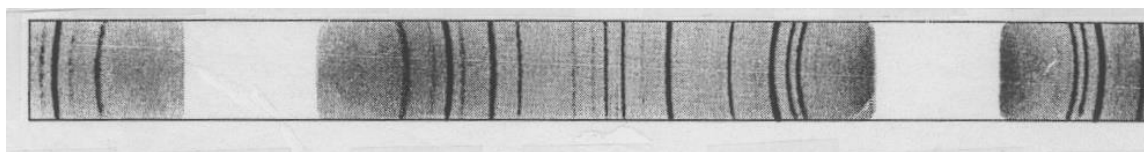
1 ^{ος} ΚΡΥΣΤΑΛΛΟΣ				
ΥΠΟΘΕΣΗ Α			ΥΠΟΘΕΣΗ Β	
$a=$			$a=$	
d_{hkl}	θ_{hkl} (θεωρητικό)	θ_{hkl} (πειραματικό)	d_{hkl}	θ_{hkl} (θεωρητικό)

2 ^{ος} ΚΡΥΣΤΑΛΛΟΣ				
ΥΠΟΘΕΣΗ Α			ΥΠΟΘΕΣΗ Β	
$a=$			$a=$	
d_{hkl}	θ_{hkl} (θεωρητικό)	θ_{hkl} (πειραματικό)	d_{hkl}	θ_{hkl} (θεωρητικό)

ΑΣΚΗΣΗ 3

Σκοπός της άσκησης 3 είναι η αποτίμηση ακτινογραφημάτων κρυστάλλων (μονατομικό στοιχείο) κυβικής συμμετρίας, τα οποία λήφθηκαν με τη μέθοδο Debye-Scherrer. Με τον όρο αποτίμηση εννοείται ότι με την βοήθεια των ακτινογραφημάτων πρέπει να χαρακτηριστεί το υλικό ως προς το είδος του πλέγματος (P, I, F), να υπολογιστούν η σταθερά της κυψελίδας και να βρεθεί το είδος των ατόμων που την αποτελούν. Δίνονται:

1. Ακτινογράφημα Debye-Scherrer μιας ουσίας



2. Η ακτίνα του θαλάμου

3. Το μήκος κύματος λ της ακτινοβολίας που χρησιμοποιήθηκε

Πορεία της άσκησης

1. Μετρώνται οι αποστάσεις S μεταξύ δύο γραμμών συμμετρικών ως προς το ίχνος της πρωτογενούς.
2. Καταρτίζουμε τον πίνακα των πέντε πρώτων ανακλάσεων όπως στο υπόδειγμα του Πίνακα Α. Για καλύτερη ακρίβεια οι υπολογισμοί πρέπει να γίνονται με δύο τουλάχιστον δεκαδικά ψηφία.

Πίνακας Α

α/α	S_i	θ_i	$\sin\theta_i$	$\sin^2\theta_i$	$\frac{\sin^2\theta_i}{\sin^2\theta_1}$	$\frac{\sin^2\theta_i}{(\sin^2\theta_1)/2}$	$\frac{\sin^2\theta_i}{(\sin^2\theta_1)/3}$	a	hkl

3. Από τις τιμές που υπολογίστηκαν στις τρεις στήλες με τα πηλικά αποφαινόμενα σε ποια από τις τρεις κυψελίδες ανήκει η δομή που μελετούμε.
4. Δεικτοδοτούμε τις ανακλάσεις. Από το N της κάθε ανάκλασης συμπεραίνουμε και γράφουμε τους δείκτες χρησιμοποιώντας και κατανοώντας τον πίνακα 3.2 των σημειώσεων.
5. Υπολογίζουμε τη σταθερά της κυψελίδας από το d_{hkl} της κάθε ανάκλασης και τελικά από το μέσο όρο όλων των ανακλάσεων. Ακριβέστερα υπολογίζουμε τη σταθερά από ανακλάσεις με μεγάλη τιμή θ .
6. Από την τιμή της παραμέτρου a και την βοήθεια των πινάκων του παραρτήματος 1 (ΧΑΡΑΚΤΗΡΙΣΤΙΚΕΣ ΚΡΥΣΤΑΛΛΙΚΕΣ ΔΟΜΕΣ) των σημειώσεων, βρίσκουμε ποιο υλικό μελετήσαμε.
7. Με βάση τους παραπάνω υπολογισμούς υπολογίζουμε θεωρητικά τις αποστάσεις S_6 και S_7 της 6ης και 7ης ανάκλασης αντίστοιχα.

ΑΣΚΗΣΗ 4

Σκοπός της άσκησης 4 είναι η εξοικείωση με την εικόνα των ακτινογραφημάτων με τη μέθοδο Bragg-Brentano, αφενός μεν για την αναγνώριση και τον διαχωρισμό κρυσταλλικών φάσεων αφετέρου δε για τη μελέτη άμορφων υλικών.

1^ο μέρος

Πολυκρυσταλλικά Υλικά

Αντικείμενο της άσκησης είναι:

- Να βρεθεί σε ποιο υλικό ανήκει κάθε ανάκλαση (peak στο διάγραμμα) και
- Να δεικτοδοτηθούν οι ανακλάσεις αυτές με τη βοήθεια των σχέσεων του πίνακα 4.1 και των γνωστών κρυσταλλογραφικών σταθερών.

Δίνονται:

- Διάγραμμα περίθλασης κόνεως μίγματος δύο ή περισσότερων πολυκρυσταλλικών υλικών που λήφθηκε με τη μέθοδο Bragg-Brentano
- Το μήκος κύματος λ_{Cu} του μετάλλου της αντικαθόδου του περιθλασίμετρου
- Πίνακας 4.1 : Ισαπόσταση d_{hkl} σε σχέση με τις σταθερές της κυψελίδας και τους δείκτες

Κυβικό	$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2}$
Τετραγωνικό	$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2}$
Ρομβικό	$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2}$
Εξαγωνικό	$\frac{1}{d^2} = \frac{4(h^2 + hk + k^2)}{3a^2} + \frac{l^2}{c^2}$

- Ο χημικός τύπος των υλικών του μίγματος, οι τιμές των d , το σύστημα που κρυσταλλώνονται και οι κρυσταλλογραφικές σταθερές τους

Πορεία του 1^{ου} μέρους της άσκησης

1. Μετρούνται οι γωνίες 2θ όλων των μεγίστων επάνω στο διάγραμμα
2. Υπολογίζονται οι ισαποστάσεις d
3. Καταρτίζεται Πίνακας της παρακάτω μορφής

a/a	2θ	θ	d	Υλικό	hkl

4. Συγκρίνονται οι τιμές των d με τις τιμές των d των υλικών του μίγματος που δόθηκαν και γίνεται η αναγνώριση κάθε φάσεως. Σε περίπτωση καλής συμφωνίας η μελετώμενη ανάκλαση χαρακτηρίζεται ότι ανήκει στην αντίστοιχη φάση
5. Με βάση τις τιμές των παραπάνω d και τη βοήθεια των σχέσεων (Πιν. 4.1), έχοντας γνωστές τις σταθερές a,b,c , δεικτοδοτούνται οι ανακλάσεις των ευρεθέντων στο διάγραμμα υλικών, δίνοντας αυθαίρετες ακέραιες τιμές στα h,k,l .
6. Οι τιμές των h,k,l για τις οποίες υπάρχει ικανοποιητική συμφωνία του πρώτου με το δεύτερο μέλος των σχέσεων (Πιν. 4.1) αποτελούν τους δείκτες hkl της ανάκλασης, οι οποίοι και καταχωρούνται στον πίνακα

2^ο μέρος

Άμορφα Υλικά

Αντικείμενο της άσκησης είναι να υπολογιστεί το μέγεθος L μιας συσσωμάτωσης άμορφου υλικού.

Δίνονται:

- Διάγραμμα περίθλασης αμόρφου υλικού που λήφθηκε με τη μέθοδο Bragg-Brentano
- Το μήκος κύματος λ

Πορεία του 2^{ου} μέρους της άσκησης

Υπολογίζεται το πλήρες εύρος στο μέσο του μεγίστου (Full Width at Half Maximum -FWHM) Το FWHM μετράται αφού αφαιρεθεί το υπόβαθρο και υπολογίζεται σε rad. Συμπληρώνεται η τιμή του L .