

Ispitni zadaci za kolegij Difrakcija u polikristalnom materijalu 22. rujna 2021.

Zadatak 1.

Izvedite jednadžbu (1) prema tekstu i slici ispod.

1. Introduction

Flat-plate asymmetric reflection geometry is a useful arrangement for diffraction studies of surface phenomena and *in situ* experimentation, and is the only geometry possible when using a flat-plate sample with a wide-angle position-sensitive detector, such as the INEL CPS120 in laboratory instruments or the Mythen detector (Schmitt *et al.*, 2003) as used at a number of synchrotron facilities. As the use of this geometry becomes more widespread, it becomes increasingly important to correctly model the effects of the instrument on the measured diffraction patterns. Toraya & Yoshino (1994) have demonstrated the corrections for a pseudo-parallel beam using a modified Thompson-Cox-Hastings model (Thompson *et al.*, 1987); however, the geometry of the instrument described by Toraya and Yoshino included a Ge(111) analyser crystal in the diffracted beam, which has a significant impact on the observed peak widths and shapes. In the configuration described here, there are no diffracted beam optics; therefore, it is the size and intensity distribution of the footprint of the incident beam on the sample that governs the observed peak widths and shapes, and hence the overall peak resolution. This paper describes the development of a fundamental parameters model which uses the known instrument settings to calculate the instrument component of width.

In this asymmetric geometry, the observed intensity has a different variation as a function of diffraction angle compared with conventional Bragg-Brentano arrangements (Toraya *et al.*, 1993), and the effect of sample displacement is greatly enhanced (Masson *et al.*, 1996). In addition to these effects, the width of the peak profiles changes significantly with increasing diffraction angle (see Fig. 1) owing to the 2θ dependence of the apparent size of the beam on the sample, which is due to the absence of any diffracted beam optics.

Assuming a parallel incident beam, the width, w , of the diffracted beam, in degrees, is given by

$$w = \frac{b}{\sin(\alpha)} \frac{\sin(2\theta - \alpha)}{R} \frac{180}{\pi}, \quad (1)$$

where b is the beam height, α is the angle of the sample with respect to the incident beam (beam angle), R is the radius of the detector and 2θ is the diffraction angle. The first term is the actual length of the beam on the sample (beam footprint) and the second term modifies the beam footprint to give the apparent length as seen at a given diffraction angle. The width of the diffracted beam goes through a maximum at an angle perpendicular to the sample surface. All

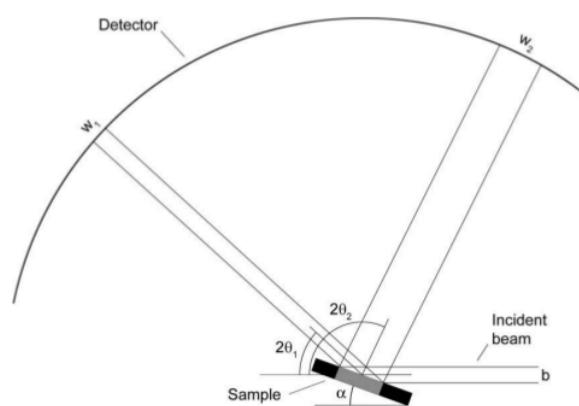


Figure 1

A schematic diagram showing the effect of diffraction angle (2θ) on the width (w) of the diffracted beam in flat-plate asymmetric reflection geometry. The height of the beam is given by b ; the angle of the sample with respect to the incident beam (beam angle) is given by α . The highlighted section of the sample indicates the beam footprint.

Zadatak 2.

Sakupljen je difraktogram praha uzorka bizmutovog salicilata pripravljanog mljevenjem bizmutovog oksida i salicilne kiseline u prisutnosti vode. Reakcijska smjesa pripravljena je tako da omjer atoma bizmuta i molekula salicilne kiseline iznosi 1:2. Difraktogram je sakupljen na sinkrotronu u geometriji Debye-Scherrer s uzorkom u kapilari. Kapilara je rotirana oko svoje osi tijekom snimanja. Difraktogram je sakupljen monokromatiziranim rendgenskim zračenjem energije fotona 40440 keV. Valja odrediti jediničnu ćeliju, prostornu grupu, riješiti kristalnu strukturu te ju utočniti Rietveldovom metodom.

Difraktogram se nalazi na linku: <https://mojoblak.irb.hr/s/s5Bea5985Br2Qd2>

Zadatak 3.

Sakupljen je difraktogram uzorka kojeg je pripremio Alen Bjelopetrović u sklopu svog doktorskog istraživanja. Alen najbolje zna kako ga je pripremio i kako mu je sakupio difraktogram. Uzorku valja riješiti i utočniti kristalnu strukturu.

Zadatak 4.

Što je Lorentzova korekcija i kako utječe na izmjereni intenzitet?

Zadatak 5.

Dan je difraktogram praha sakupljen monokromatiziranim zračenjem dobivenim s bakrene anode. Odredite položaje 10 najintenzivnijih difrakcijskih maksimuma te izračunajte položaje na kojim bi ti difrakcijski maksimumi bili opaženi da je za snimanje korišteno monokromatizirano zračenje dobiveno molibdenskom anodom.

Zadatak 6.

U prilogu je dan difraktogram magnezij oksida sa zamjetnim proširenjem difrakcijskih linija (MgO_600.rd). Izračunajte veličinu kristalita i iznos deformacija Williamson-Hallovom metodom. Prije primjene Williamson-Hallove metode uklonite instrumentalno proširenje. Kao instrumentalni standard korišten je lantan heksaborid, čiji je difraktogram također priložen (LaB6.rd).

Za konverziju difrakcijskih podataka možete koristiti program PowDLL (<http://users.uoi.gr/nkourkou/powdll/>).

Zadatak 7.

U prilogu je dan difraktogram cerij oksida sa zamjetnim proširenjem difrakcijskih linija (CeO2_br.xy). Izračunajte veličinu kristalita i iznos deformacija Williamson-Hallovom metodom. Prije primjene Williamson-Hallove metode uklonite instrumentalno proširenje. Kao instrumentalni standard korišten je popušteni cerij oksid, čiji je difraktogram također priložen (CeO2_st.xy).

Zadatak 8.

Odredite kristalnu strukturu NaCl.

Zadatak 9.

Koje klase refleksa će biti sistematski pogašene u C centriranoj jediničnoj ćeliji.

Zadatak 10.

Riješite kristalnu strukturu lantanovog heksaborida (LaB6) kojem je difraktogram praha sakupljen zračenjem valne duljine 0.412235 Å. Za rješavanje koristite se s kristalografskim programima koji se uobičajeno koriste za rješavanje struktura iz podataka dobivenih difrakcijom na jediničnim kristalima. Pazite na multiplicete pojedinih refleksa.

Difraktogram je dan na sljedećem linku:
<https://mojoblak.irb.hr/s/n6KcD3iTQnBdLQX>

Zadatak 11.

Priložen je difraktogram smjese vaterita i kalcita. Odredite (ručno) njihove udjele u smjesi.

Uputa: Površina (intenzitet) difrakcijskog maksimuma razmjerna je snazi po jedinici dužine difrakcijske kružnice P , za koju vrijedi sljedeće:

$$P' \propto \frac{m_{hkl} F_{hkl}^2}{V^2} \left(\frac{1 + \cos^2 2\theta}{\sin\theta \cdot \sin 2\theta} \right)_{hkl},$$

Gdje je m_{hkl} multiplicitet difrakcijskog maksimuma hkl , F_{hkl} je strukturni faktor difrakcijskog maksimuma, V je volumen jedinične ćelije i $\left(\frac{1+\cos^2 2\theta}{\sin\theta \cdot \sin 2\theta}\right)$ je Lorentzova i polarizacijska korekcija za difraktometar. Pomoću te relacije možete izračunati površine (intenzitete) difrakcijskih maksimuma čistih faza te uspoređivanjem njihovih omjera s izmjerenim omjerima izračunati udjele faza.

Također su priloženi cifovi vaterita i kalcita, kao i izvadci iz *International Tables of Crystallography* gdje možete naći simetrijske ekvivalente za položaj svakog pojedinog atoma u cifu. Ovo je potrebno za računanje strukturnih faktora.

Za konverziju difrakcijskih podataka možete koristiti program PowDLL (<http://users.uoi.gr/nkourkou/powdll/>).

Zadatak 12.

Priložen je difraktogram smjese getita i korunda (Al_2O_3). Odredite (ručno) njihove udjele u smjesi.

Uputa: Površina (intenzitet) difrakcijskog maksimuma razmjerna je snazi po jedinici dužine difrakcijske kružnice P , za koju vrijedi sljedeće:

$$P' \propto \frac{m_{hkl} F_{hkl}^2}{V^2} \left(\frac{1+\cos^2 2\theta}{\sin\theta \cdot \sin 2\theta} \right)_{hkl},$$

Gdje je m_{hkl} multiplicitet difrakcijskog maksimuma hkl , F_{hkl} je strukturni faktor difrakcijskog maksimuma, V je volumen jedinične ćelije i $\left(\frac{1+\cos^2 2\theta}{\sin\theta \cdot \sin 2\theta}\right)$ je Lorentzova i polarizacijska korekcija za difraktometar. Pomoću te relacije možete izračunati površine (intenzitete) difrakcijskih maksimuma čistih faza te uspoređivanjem njihovih omjera s izmjerenim omjerima izračunati udjele faza.

Također su priloženi cifovi getita i korunda, kao i izvadci iz *International Tables of Crystallography* gdje možete naći simetrijske ekvivalente za položaj svakog pojedinog atoma u cifu. Ovo je potrebno za računanje strukturnih faktora.

Za konverziju difrakcijskih podataka možete koristiti program PowDLL (<http://users.uoi.gr/nkourkou/powdll/>).