

Instrukcja do zajęć laboratoryjnych:

- Na wszystkich zajęciach obowiązuje ubiór ochronny (fartuchy)!
- Po zakończeniu każdego zajęcia prowadzący zalicza danemu zespołowi udział w laboratorium na podstawie przedstawionych, zgromadzonych wyników.
- Łączne sprawozdanie z wszystkich czterech laboratoriów każdy zespół oddaje do prowadzącemu do tygodnia od ostatnich zajęć z dyfrakcji rentgenowskiej. Opóźnienia będą związane z obniżeniem końcowej oceny za sprawozdanie.

Laboratorium 1

Pokaz i opis aparatury do badań XRD w Wydziałowej Pracowni Dyfrakcji Rentgenowskiej (H114 B-6)
Zapoznanie z oprogramowaniem oraz ćwiczenia w programie X'Pert High Score.

Przygotowanie próbek do rentgenowskiej analizy fazowej w dwuosobowych zespołach:

Wykonać naważkę próbki i naważkę wzorca (Al_2O_3) z dokładnością do 0,0001g, dobierając do próbki masę wzorca z przedziału ($20\% < [masa\ wzorca/masa\ próbki * 100\%] < 30\%$). Starannie homogenizować próbkę (nie krócej niż 3 min). Przeliczyć % zawartość wzorca ($masa\ wzorca/masa\ całości * 100\%$). Przygotowane próbki podpisać podwójnymi inicjałami osób z zespołu i nadanym numerem (np.: JKIBN3 – Jan Kowalski i Beata Nowak; próbka nr 3).

Zaliczenie laboratorium wymaga przedstawienia wyników związanych z przygotowywaniem próbek. Krótki opis wykorzystywanego do badań dyfraktometru rentgenowskiego oraz sposobu przeprowadzania rentgenowskiej analizy fazowej jakościowej wraz z wynikami (naważki + obliczenia) dla przygotowanej próbki należy zamieścić w sprawozdaniu.

Laboratorium 2

Wykorzystanie dostępnego oprogramowania oraz umiejętności nabytych na poprzednich zajęciach do wykonania rentgenowskiej analizy fazowej jakościowej i ilościowej.

Etap 1. Rentgenowska analiza fazowa jakościowa.

W programie X'Pert High Score Plus należy otworzyć wskazany plik pomiarowy (pomiar dla przygotowanej przez dany zespół próbki) i zaznaczyć występujące refleksy (treatment - search peaks). Wykonać ręcznie weryfikację zaznaczonych pików (insert peaks lub delete z listy pików). Dopasować profile refleksów (treatment - fit profile), zaznaczając i dopasowując po kilka refleksów, po kolei ale nie cały dyfraktogram jednocześnie. i w programie Excel zapisać listę pików. Po zaznaczeniu dostępnych informacji o składzie pierwiastkowym próbki (analysis – search match – execute- restrictions) wykonać analizę fazową jakościową. Na podstawie kart identyfikacyjnych znalezionych faz krystalicznych uzupełnić wskaźniki hkl na zapisanej liście pików. Każdy zespół zapisuje wszystkie swoje wyniki na własnym nośniku pamięci (np. pen drive).

Do zaliczenia laboratorium wymagany będzie wydruk: dyfraktogramu z pokazanymi położeniami refleksów oraz z ich dopasowanymi profilami m pików, drugiego dyfraktogramu z analizę fazową w opcji separate patterns lub patterns view oraz uzupełnionej listy pików.

Do sprawozdania, oprócz wymienionych wcześniej wydruków, należy dopisać wnioski z analizy fazowej jakościowej.

Laboratorium 3

Etap 2. Rentgenowska analiza fazowa ilościowa.

Analiza ilościowa opiera się na zależności pomiędzy intensywnością refleksów pochodzących od danej fazy a zawartością tej fazy:

$$I_i = (K_i x_i) / (\rho_i \mu^*)$$

I_i - intensywność wybranego refleksu i-tej fazy

K_i - stała eksperymentalna (zależna od składu chemicznego i struktury fazy oraz warunków pomiaru)

x_i - ułamek wagowy (lub udział procentowy) fazy w mieszaninie

ρ_i - gęstość fazy

μ^* - masowy współczynnik absorpcji prom. X ($m^*=m/r$)

W metodzie wzorca wewnętrznego:

$$I_i = (K_i x_i) / (\rho_i \mu^*)$$

$$I_w = (K_w x_w) / (\rho_w \mu^*)$$

$$\text{Stąd } I_i/I_w = C \cdot x_i/x_w$$

gdzie C – stała uwzględniająca wielkości K , ρ , μ

Na podstawie dostarczonych danych sporządzić krzywe wzorcowe (np.: przy pomocy programu Excel) i dla poszczególnych faz, obecnych w badanej próbce, wyznaczyć stałe C .

W oparciu o krzywe wzorcowe i wyniki pomiarów swojej próbki z wzorcem (znając wyznaczoną uprzednio zawartość wzorca w próbce) wyznaczyć zawartość procentową poszczególnych faz w próbce z wzorcem i w próbce wyjściowej (w obliczeniach uwzględnić refleksy o maksymalnej intensywności dla faz oznaczanych oraz refleks 104 dla korundu jako wzorca).

Krzywe wzorcowe, obliczenia oraz wyniki są podstawą do zaliczenia laboratorium.

Wszystkie wyniki razem z odpowiednimi wnioskami należy załączyć do sprawozdania.

Laboratorium 4

Obliczenia parametrów komórek elementarnych.

Wykorzystanie prawa Vegarda do badania roztworów stałych w kryształach jonowych.

Znając wartości d_{hkl} oraz wskaźniki refleksów dla danej fazy, możemy wyliczyć jej parametry sieciowe.

Obliczenia oparte są na równaniach kwadratowych, w szczególności dla układów prostokątnych:

$$1/d_{hkl}^2 = h^2/a^2 + k^2/b^2 + l^2/c^2$$

Prawo Vegarda pozwala potwierdzić obecność roztworów stałych w próbce oraz podać zakres ich występowania.

Prawo Vegarda : Parametry komórek elementarnych roztworów stałych soli jonowych zmieniają się liniowo wraz ze wzrostem zawartości składnika podstawiającego się, zgodnie z zależnością:

$$a_r = a_1 + (a_2 - a_1) c_2/100$$

gdzie:

a_r - parametr sieciowy roztworu

a_1 – parametr sieciowy rozpuszczalnika

a_2 - parametr sieciowy substancji rozpuszczonej

c_2 – zawartość substancji rozpuszczonej (% mol.)

Prawo Vegarda przedstawia się w postaci graficznej, tworząc wykres funkcji $a_r = f(c_2)$. Dla materiałów spełniających prawo Vegarda, wykres funkcji ma przebieg liniowy i jest to jednocześnie zakres występowania roztworów stałych. W zakresach, w których wykres przestaje być liniowy, nie występują roztwory stałe.

Podstawą zaliczenia laboratorium jest wykonanie obliczeń parametrów sieciowych dla otrzymanych danych pomiarowych oraz sprawdzenie zakresu stosowalności prawa Vegarda (wymagany jest odpowiedni wykres w Excelu).

Wszystkie wyniki razem z wnioskami należy dołączyć do sprawozdania.