 <p style="text-align: center;">POLITECHNIKA LUBELSKA WYDZIAŁ MECHANICZNY KATEDRA INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ</p>	<p>Laboratorium Inżynierii Materiałowej ĆWICZENIE Nr 27</p>
<p>Akceptował: Kierownik Katedry prof. dr hab. B. Surowska</p>	<p>Opracował: dr inż. S. Szewczyk</p>

I. Temat ćwiczenia: **Wyznaczanie orientacji monokryształów metodą Lauego.**

II. Cel ćwiczenia: Problematyka wyznaczania orientacji monokryształów rentgenowską metodą promieni zwrotnych Lauego, na przykładzie kryształów układu regularnego krzemu, germanu i aluminium.

III. Ważniejsze pytania kontrolne:

1. Lampy rentgenowskie do badań strukturalnych
2. Widmo ciągłe i charakterystyczne
3. Prawo Bragga: wyprowadzenie, wzór, interpretacja
4. Podział metod dyfrakcyjnych ze względu na rodzaj badanego preparatu i stosowanego promieniowania
5. Metoda promieni zwrotnych Lauego
6. Metoda promieni przechodzących Lauego
7. Projekcja sferyczna i stereograficzna
8. Siatka Wulffa i jej zastosowanie do wykonywania rzutu stereograficznego biegunów płaszczyzn i kierunków krystalograficznych w kryształach
9. Standardowe projekcje dla kryształów układu regularnego
10. Wyjaśnić pojęcie pasa krystalograficznego i podać warunek przynależności pasowej
11. Wyznaczania orientacji kryształów na podstawie zwrotnych zdjęć Lauego przy zastosowaniu siatki Greninger
12. Wpływ struktury krystalicznej i jej odkształceń na budowę refleksów zarejestrowanych na lauegramie.

IV. Literatura:

1. Bojarski Z., Gigla M., Stróż K., Surowiec M.: Krystalografia. Wydanie 3. PWN, Warszawa 2008.
2. Kosturkiewicz Z.: Metody krystalografii. Wydawnictwo Naukowe UAM, Poznań 2004.
3. Trzaska-Durski Z., Trzaska-Durska H.: Podstawy krystalografii strukturalnej i rentgenowskiej. PWN, Warszawa 1994.
4. Praca zbiorowa pod red. A. Werońskiego: Ćwiczenia laboratoryjne z Inżynierii Materiałowej. Wyd. Uczelniane PL, Lublin 2002.
5. Bojarski Z., Łągiewka E.: Rentgenowska analiza strukturalna. PWN, Warszawa 1988.
6. Cullity B.D.: Podstawy dyfrakcji promieni rentgenowskich. PWN, Warszawa 1964.
7. Wood E.A: Crystal Orientation Manual. Columbia University Press, 1963.
8. Davenport A.T., Booth A.R.: Stereographic projections. Butterworth & CO. LTD, London 1970.

V. Przebieg ćwiczenia:

1. Urządzenia i materiały do badań
 - 1.1. Aparat rentgenowski do metod fotograficznych Tur M-62
 - 1.2. Kamera Lauego do wykonywania dyfraktogramów metodą promieni zwrotnych, przy odległości kryształów – błona fotograficzna $D = 3$ cm
 - 1.3. Komplet instrukcji do w/w urządzeń
 - 1.4. Zestaw zgładów metalograficznych z makroskopowo widocznymi dużymi zianami oraz monokryształy krzemu, germanu i aluminium
 - 1.5. Zestaw gotowych lauegramów wykonanych metodą promieni zwrotnych
 - 1.6. Siatka Greninger do rozwiązywania zwrotnych zdjęć Lauego, dostosowana do odległości preparat – błona fotograficzna $D = 3$ cm
 - 1.7. Siatka Wulffa wykreślona co 2° , kalka techniczna
 - 1.8. Standardowe projekcje dla kryształów układu regularnego na płaszczyznę (001), (110) oraz (111)
 - 1.9. Tablice z wartościami kątów między płaszczyznami dla układu regularnego.
2. Przebieg badań

Przed rozpoczęciem ćwiczenia student obowiązkowo **zapoznaje się z zaleceniami instrukcji BHP**. Prowadzący zajęcia sprawdza opanowanie wiadomości podanych w instrukcji BHP i znajomość problematyki badawczej. Po dopuszczeniu do wykonywania ćwiczenia należy wykonać następujące czynności:

 - 2.1. Pobrać od prowadzącego zajęcia próbkę do analizy
 - 2.2. Badany kryształ zamocować w uchwycie kamery Lauego do wykonywania dyfraktogramów metodą promieni zwrotnych

- 2.3. Próbkę ustawić tak, aby jej powierzchnia była równoległa do płaszczyzny błony fotograficznej umieszczonej w kasecie i aby jedna krawędź próbki była równoległa do którejś krawędzi kasety
- 2.4. W przypadku kryształu o kształcie nieregularnym należy nanieść znaki odniesienia, które jednoznacznie ustalają jego orientację w stosunku do błony fotograficznej
- 2.5. Należy zachować odległości kryształ – błona fotograficzna $D = 3 \text{ cm}$
- 2.6. W ciemni fotograficznej zakładamy film do kasety kamery. Przed włożeniem filmu do kasety obcinamy górny prawy róg błony fotograficznej patrząc od strony preparatu. Podczas odczytywania lauegramu obcięty róg musi znajdować się z lewej strony na górze
- 2.7. Zamocować załadowaną kasetę w kamerze Lauego
- 2.8. Zapoznać się z budową, zasadą działania oraz warunkami bezpiecznej obsługi aparatu rentgenowskiego do badań strukturalnych Tur M-62
- 2.9. Warunki ekspozycji należy dobrać kierując się zaleceniami podanymi w instrukcji obsługi aparatu
Uwaga: Aparaturę rentgenowską do badań strukturalnych uruchamia i obsługuje wyłącznie prowadzący ćwiczenia lub upoważniony przez niego pracownik inżynierjno-techniczny
- 2.10. Po wywołaniu i wysuszeniu filmu przystępujemy do wyznaczania orientacji kryształu metodą podaną w punkcie 5.2 niniejszej instrukcji
- 2.11. W celu skrócenia czasu trwania ćwiczeń, wyznaczanie orientacji monokryształów można prowadzić na gotowych lauegramach dostarczonych przez prowadzącego ćwiczenia.

3. Opracowanie wyników i sprawozdania

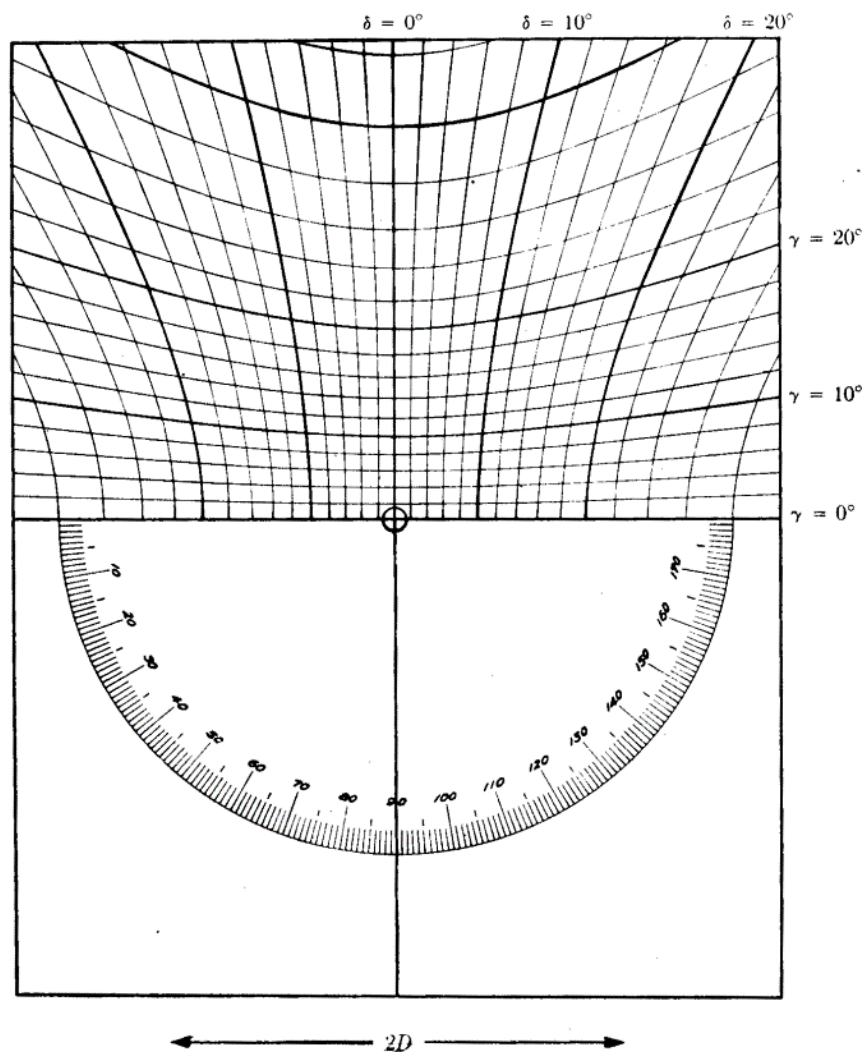
Sprawozdanie z przeprowadzonych badań powinno zawierać:

- 3.1. Cel badań, przedmiot badań, spis literatury pomocniczej
- 3.2. Sposób pobrania i przygotowania preparatu
- 3.3. Opis zastosowanej metody badań i schemat ilustrujący sposób rejestracji obrazu dyfrakcyjnego
- 3.4. Dobór materiału anody lampy rentgenowskiej i parametry badań
- 3.5. Schemat przedstawiający najsilniej zaznaczające się hiperbole na odczytywanym lauegramie i refleksy leżące na ich przecięciach
- 3.6. Tabelaryczne zestawienie zmierzonych wartości kątów γ i ε dla poszczególnych hiperbol oraz kąta δ dla płaszczyzn, które dały odosobnione plamki dyfrakcyjne
- 3.7. Kalka z naniesionymi rzutami pasów i płaszczyzn odczytanych z lauegramu oraz kąty pomiędzy nimi. Na załączonej kalce lub kserokopii należą również podać wskaźniki (h k l) przypisane znalezionym rzutom płaszczyzn i pasów kryształograficznych

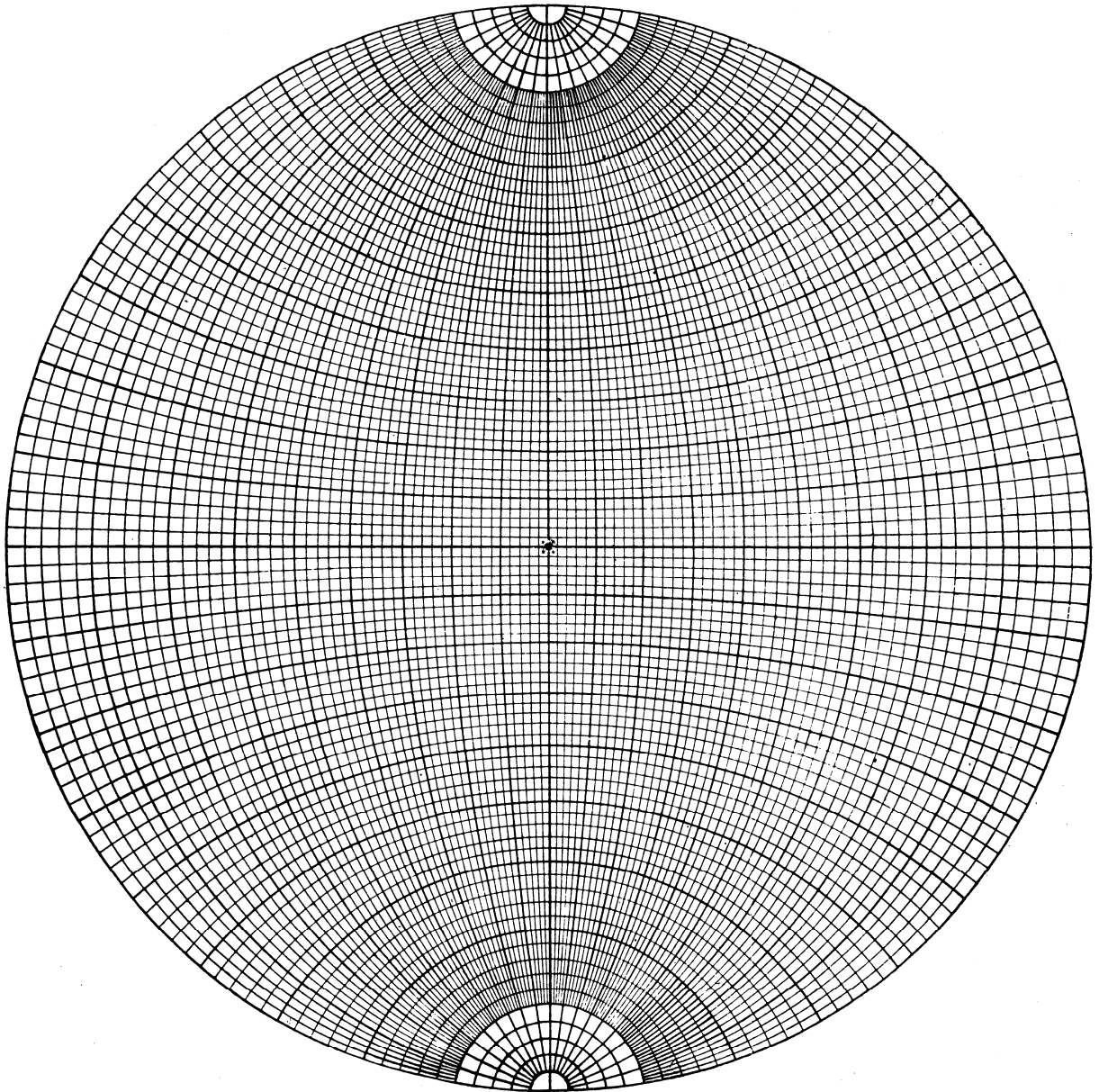
- 3.8. Określić orientację kryształu poprzez podanie wskaźnika (h k l) ściany tworzącej powierzchnię kryształu, prostopadłą do wiązki padającej
- 3.9. Wnioski odnośnie struktury krystalicznej i jej odkształceń na budowę refleksów zarejestrowanych na lauegramie.

4. Materiały uzupełniające

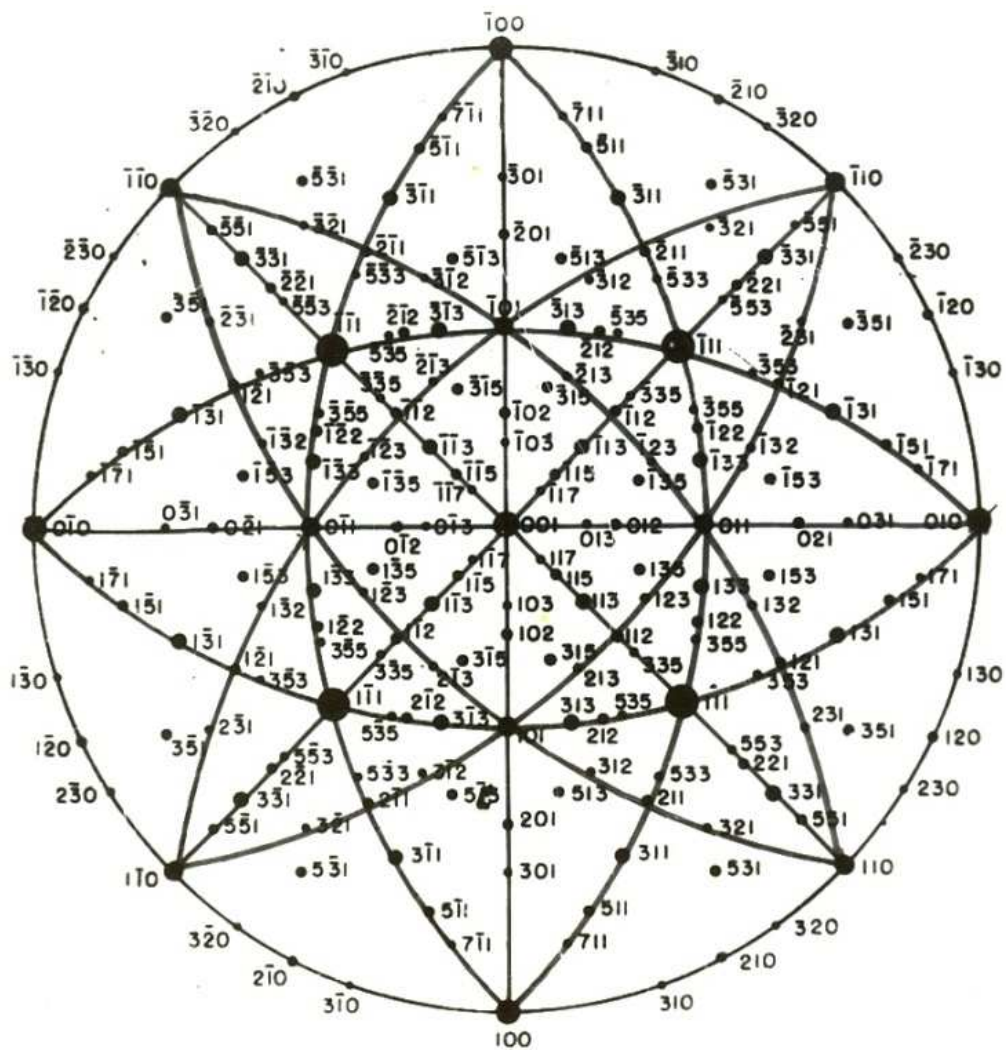
- 4.1. Siatka Greningera do rozwiązywania zwrotnych zdjęć Lauego, dostosowana do odległości kryształ – błona fotograficzna $D = 3$ cm (rys. 4.1)
- 4.2. Siatka Wulffa wykreślona co 2° (rys. 4.2)
- 4.3. Standardowa projekcja na płaszczyznę (001) kryształu regularnego (rys.4.3)
- 4.4. Standardowa projekcja na płaszczyznę (111) kryształu regularnego (rys.4.4)
- 4.5. Standardowa projekcja na płaszczyznę (110) kryształu regularnego (rys.4.5)
- 4.5. Tablica 4.1. Wartości kątów między płaszczyznami dla układu regularnego.



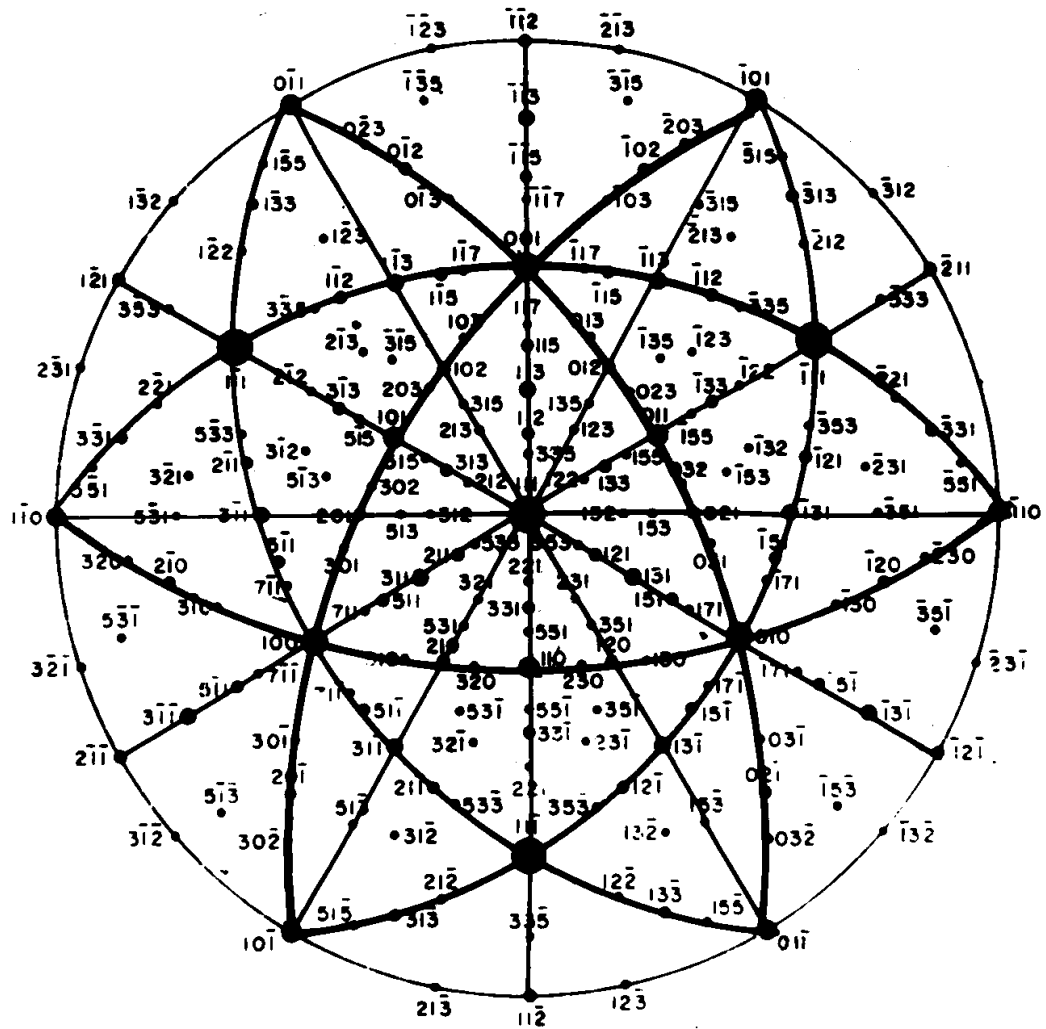
Rys.4.1. Siatka Greningera do rozwiązywania zwrotnych zdjęć Lauego, wydrukowana w wielkości dostosowanej do odległości kryształ – błona fotograficzna $D = 3$ cm [6]



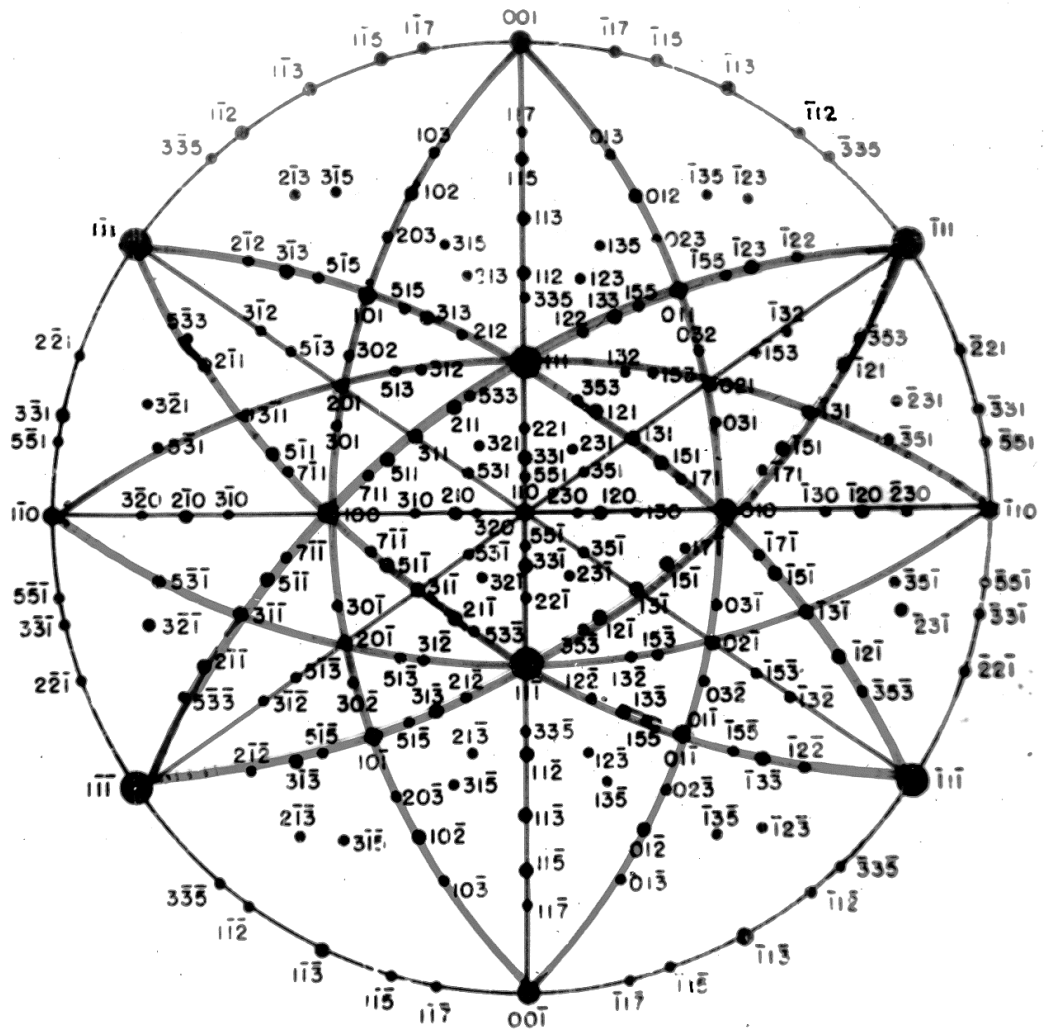
Rys.4.2. Siatka Wulffa wykreślona co 2°



Rys.4.3. Standardowa projekcja na płaszczyznę (001) kryształu regularnego



Rys.4.4. Standardowa projekcja na płaszczyznę (111) kryształu regularnego



Rys.4.5. Standardowa projekcja na płaszczyznę (110) kryształu regularnego

Tablica 4.1. Wartości kątów między płaszczyznami dla układu regularnego.

	100	110	111	210	211	221	310	311
100	2 90° 0'	2 45° 0' 90° 0'	3 54°44'	26°34' 63°26' 90° 0'	35°16' 2 65°54'	2 48°11' 70°32'	18°26' 71°34' 90° 0'	25°14' 2 72°27'
110	4 45° 0' 2 90° 0'	4 60° 0' 90° 0'	3 35°16' 3 90° 0'	18°26' 2 50°46' 3 71°34'	2 30° 0' 54°44' 2 73°13' 90° 0'	19°28' 2 45° 0' 2 76°22' 90° 0'	26°34' 2 47°52' 63°26' 2 77° 5'	2 31°29' 3 64°46' 90° 0'
111	4 54°44'	2 35°16' 2 90° 0'	3 70°32'	2 39°14' 2 75° 2'	19°28' 2 61°52' 90° 0'	15°48' 54°44' 2 78°54'	2 43° 5' 2 68°35'	29°30' 2 58°31' 79°58'
210	4 26°34' 4 63°26' 4 90° 0'	2 18°26' 4 50°46' 6 71°34'	6 39°14' 6 75° 2'	3 36°52' 53° 8' 4 66°25' 2 78°28' 90° 0'	2 24° 6' 2 43° 5' 4 56°47' 2 79°29' 2 90° 0'	2 26°34' 2 41°49' 4 56°47' 2 79°29' 2 90° 0'	8° 8' 2 31°57' 2 45° 0' 2 64°54' 2 73°34' 3 81°52'	2 19°17' 4 47°36' 2 66° 8' 4 82°15'
211	4 35°16' 8 65°54'	4 30° 0' 2 54°44' 4 73°13' 2 90° 0'	3 19°28' 6 61°52' 3 90° 0'	2 24° 6' 2 43° 5' 4 56°47' 2 79°29' 2 90° 0'	2 33°33' 2 48°11' 2 60° 0' 70°32' 4 80°24'	2 17°43' 35°16' 2 47° 7' 2 65°54' 3 74°12' 2 82°11'	2 25°21' 4 49°48' 2 58°55' 2 75° 2' 2 82°35'	10° 2' 4 42°24' 3 60°30' 2 75°45' 2 90° 0'
221	8 48°11' 4 70°32'	2 19°28' 4 45° 0' 4 76°22' 2 90° 0'	3 15°48' 3 54°44' 6 78°54'	2 26°34' 2 41°49' 2 53°24' 2 63°26' 2 72°39' 2 90° 0'	2 17°43' 35°16' 2 47° 7' 2 65°54' 3 74°12' 2 82°11'	2 27°16' 38°57' 4 63°37' 2 83°37' 2 90° 0'	2 32°31' 2 42°27' 4 58°12' 2 65° 4' 2 83°57'	2 25°14' 2 45°17' 2 59°50' 4 72°27' 84°14'
310	4 18°26' 4 71°34' 4 90° 0'	2 26°34' 4 47°52' 2 63°26' 4 77° 5'	6 43° 5' 6 68°35'	8° 8' 2 31°57' 2 45° 0' 2 64°54' 2 73°34' 3 81°52'	2 25°21' 4 49°48' 2 58°55' 2 75° 2' 2 82°35'	2 32°31' 2 42°27' 4 58°12' 2 65° 4' 2 83°57'	2 25°51' 36°52' 53° 8' 4 72°33' 2 84°16' 90° 0'	2 17°33' 2 40°17' 2 55° 6' 2 67°35' 2 79° 0' 2 90° 0'

5. Wyznaczanie orientacji monokryształów przy użyciu rentgenowskiej metody promieni zwrotnych Lauego

5.1. Metoda Lauego

Dyfrakcja promieni rentgenowskich wystąpi, gdy jest spełnione prawo Bragga:

$$2 d \sin \theta = n \lambda$$

gdzie: d – odległość międzypłaszczyznowa,

θ – kąt ugięcia,

n – rząd ugięcia,

λ – długość fali padającej.

W metodzie Lauego wiązkę promieniowania białego (widmo ciągłe) rzucamy na nieruchomy kryształ. W tych warunkach kąt Bragga dla każdej rodziny płaszczyzn w kryształach jest ustalony i każda z nich ugina promieniowanie o odpowiedniej długości fali, spełniającej prawo Bragga dla określonych d i θ . Istnieją dwie odmiany metody Lauego.

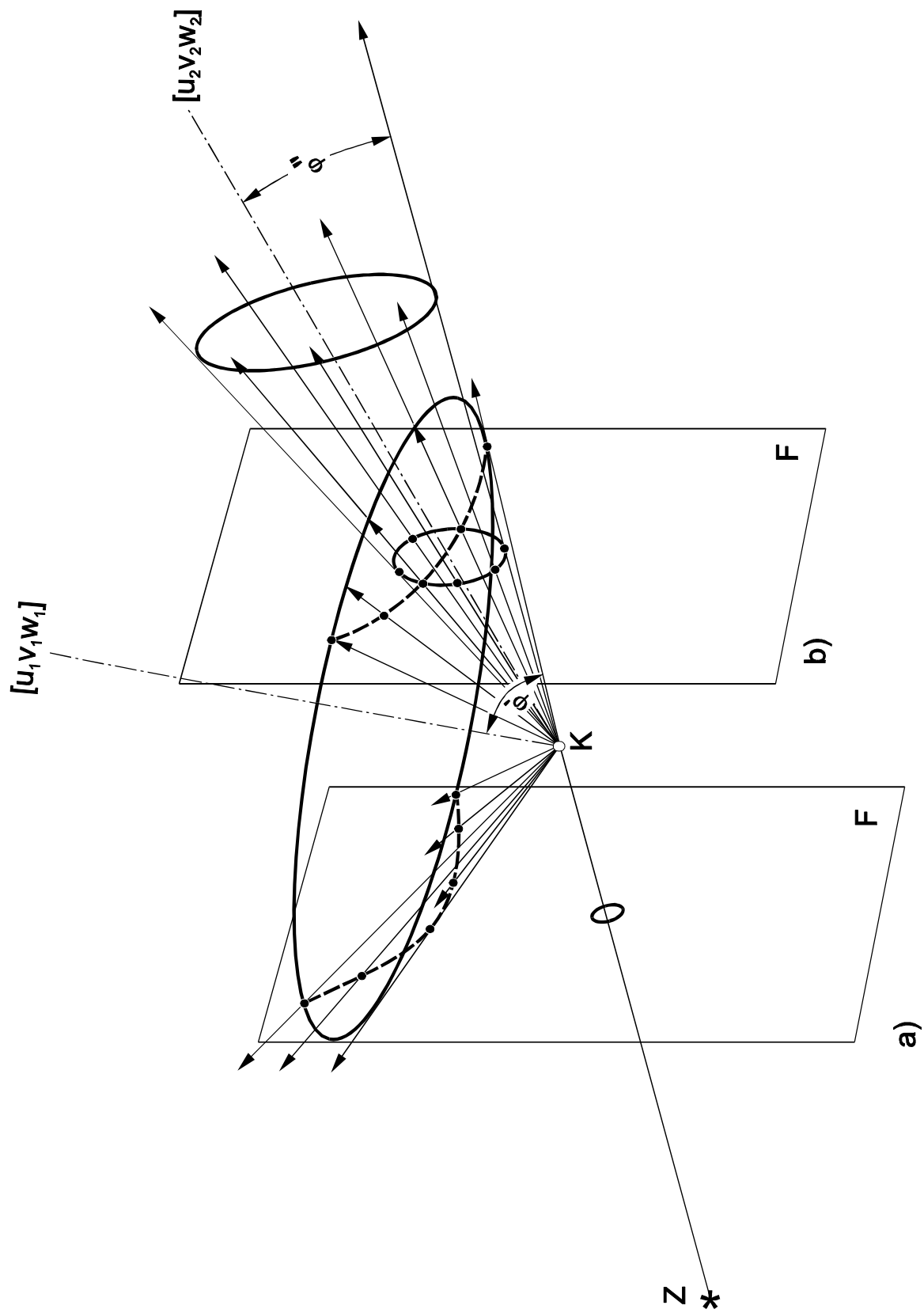
W metodzie promieni przechodzących płaska błona fotograficzna, prostopadła do wiązki padającej, znajduje się za kryształem i są na niej rejestrowane wiązki dyfrakcyjne przechodzące (rys.5.1b).

W metodzie promieni zwrotnych błona fotograficzna umieszczona jest między kryształem i źródłem promieni rentgenowskich. Wiązka pierwotna przechodzi przez otwór w błonie fotograficznej i rejestrowane są wiązki ugięte w kierunku wstecznym (rys.5.1a).

W obu metodach wiązki ugięte tworzą szeregi plam na błonie fotograficznej. Plamy leżące na jednej krzywej są refleksami pochodzącymi od płaszczyzn należących do jednego pasa. Wynika to z faktu, że promienie rentgenowskie ugięte przez wszystkie płaszczyzny dowolnego pasa krystalograficznego leżą na powierzchni stożka, którego oś jest osią pasa i którego kąt półwierzchołkowy jest równy kątowi φ , pod którym oś pasa nachylona jest do wiązki padającej. W zależności od sposobu przecięcia się stożka interferencyjnego z błoną fotograficzną (rys.5.1) otrzymujemy krzywe tak jak to podaje tablica 5.1.

Tablica 5.1 Kształt krzywych obserwowanych na lauegramach

$0^\circ \leq \varphi \leq 90^\circ$	Kształt krzywej	Metoda promieni	
		przechodzących	zwrotnych
0°	---	---	---
$0^\circ \div 45^\circ$	elipsa	+	---
45°	parabola	+	---
$45^\circ \div 90^\circ$	hiperbola	+	+
90°	prosta	+	+



Rys.5.1. Rozkład plam lauegramu: a) metoda promieni zwrotnych, b) metoda promieni przechodzących. Z - źródło promieni rentgenowskich, K - kryształ, F - błona fotograficzna, $\phi' > 45^\circ$, $\phi'' < 45^\circ$

5.2. Wyznaczanie orientacji ze zdjęć wykonanych metodą promieni zwrotnych, przy zastosowaniu siatki Greninger

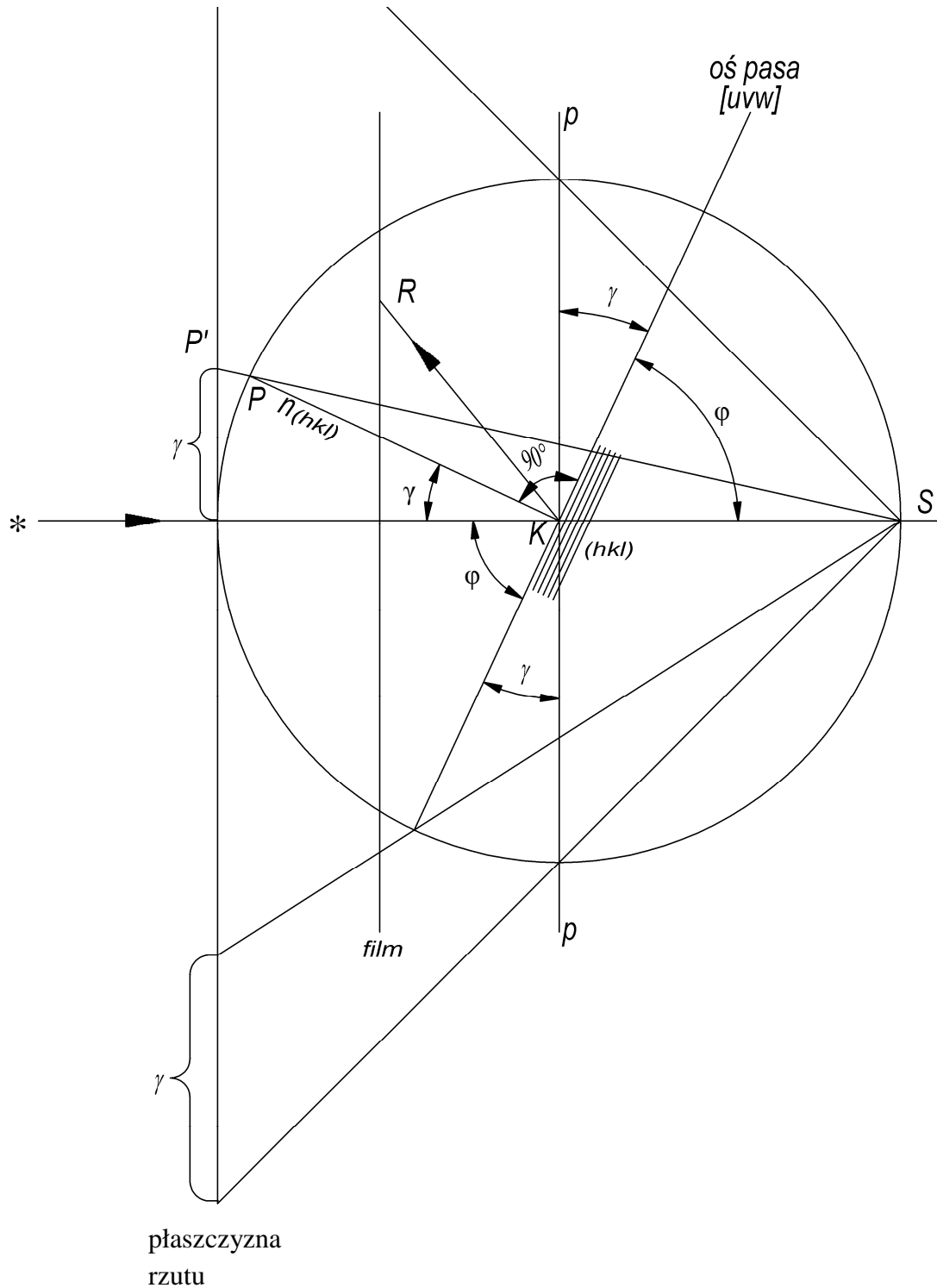
Na zdjęciu Lauego pojedynczego kryształu widzimy wiele plamek dyfrakcyjnych pochodzących od promieni rentgenowskich ugiętych na płaszczyznach kryształu. Układ plamek na filmie zależy od orientacji kryształu, czyli jego ustawienia względem filmu. Odnosi się to do obu metod Lauego. Jednakże metoda odbicia zwrotnego jest dużo bardziej rozpowszechniona, gdyż nie wymaga ona specjalnego przygotowania preparatu, który może mieć dowolną grubość.

W przypadku odbicia zwrotnego (tabl.5.1) kąt nachylenia osi pasa $\varphi > 45^\circ$ i plamki dyfrakcyjne leżą na hiperbolach lub liniach prostych. Odległość każdej hiperboli od środka filmu jest miarą nachylenia osi pasa (rys.5.2).

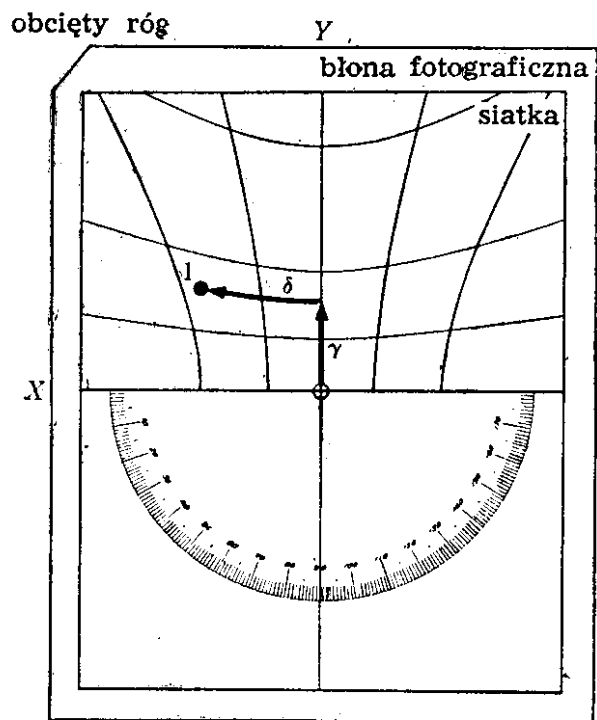
Do odczytywania współrzędnych kątowych γ i δ poszczególnych płaszczyzn sieciowych czy kierunków (pasów krystalograficznych) w oparciu o położenie refleksów lub krzywych na zdjęciu Lauego, używamy siatki Greninger (rys.4.1). Siatka ta daje bezpośrednio współrzędne kątowe γ i δ normalnej do płaszczyzny, od której dana plamka powstała (rys.5.3). Hiperbole biegnące „poziomo” na siatce Greninger odpowiadają stałym wartościom γ i każda z nich jest miejscem geometrycznym plamek dyfrakcyjnych pochodzących od płaszczyzn sieciowych należących do pasa, którego oś jest odchylona od płaszczyzny filmu o kąt γ . Jeśli punkty mające tę samą wartość δ połączymy razem, otrzymamy układ hiperbol biegnących z góry na dół.

Mając naniesione na kalkę rzuty płaszczyzn, które dały plamki dyfrakcyjne na zdjęciu, możemy dla tych płaszczyzn za pomocą siatki Wulffa (rys.4.2), wykazu kątów międzypłaszczyznowych (tabl.4.1) i rzutów standardowych (rys.4.3 ÷ 4.5) znaleźć ich wskaźniki (hkl) i tym samym wyznaczyć orientację kryształu.

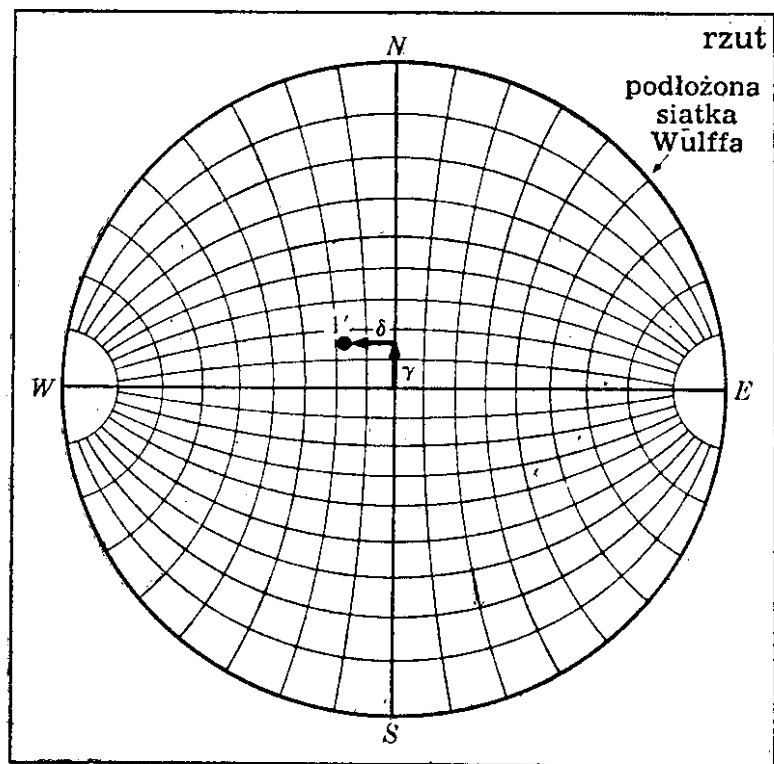
Mamy tutaj kilka rodzajów postępowania. Najdogodniejsza i najszybsza jest metoda identyfikowania płaszczyzn o najniższych wskaźnikach poprzez pomiar kątów między głównymi pasami, do których ona należy. Płaszczyzny te dają na zdjęciach stosunkowo silne refleksy, leżące na przecięciu się wielu wyraźnych hiperbol i w pobliżu których brak jest innych plamek dyfrakcyjnych. Dla układu regularnego będzie to refleks (refleksy) pochodzący od którejś z płaszczyzn $\{100\}$, $\{110\}$ lub $\{111\}$. Kąty między pasami krystalograficznymi, do których należą te płaszczyzny podano na rys.5.4 ÷ 5.6.



Rys.5.2. Związek między plamką dyfrakcyjną R na filmie i rzutem stereograficznym P' płaszczyzny (hkl) dającej plamkę w przypadku odbicia zwrotnego. Należy zauważyć, że $\varphi + \gamma = 90^\circ$, płaszczyzna „p-p” jest równoległa do pł. rzutu, $n_{(hkl)}$ – normalna do płaszczyzny (hkl)

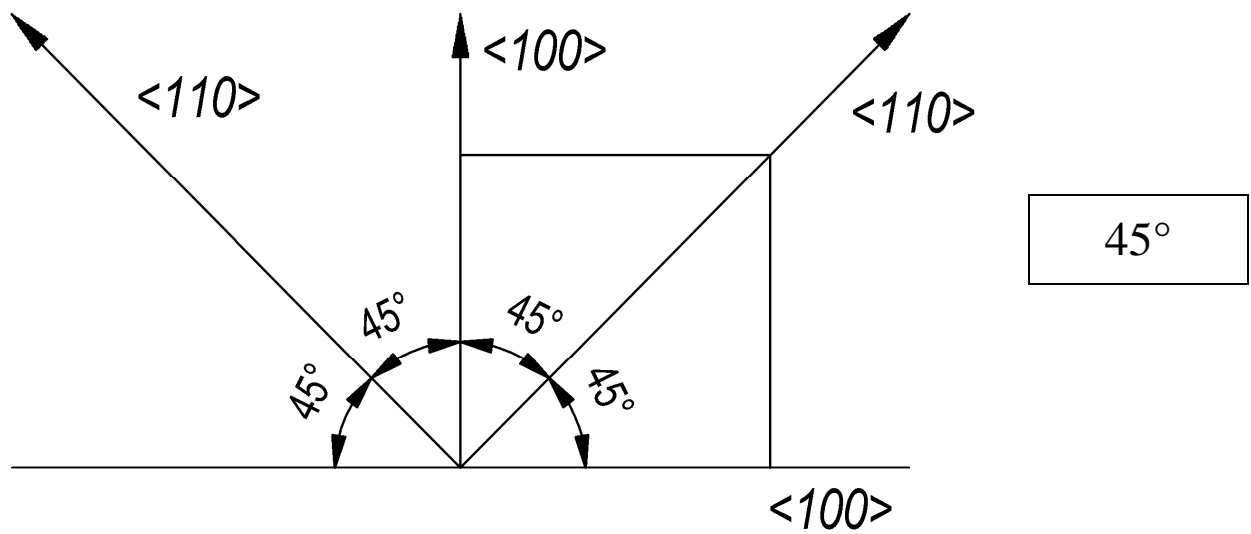


a)

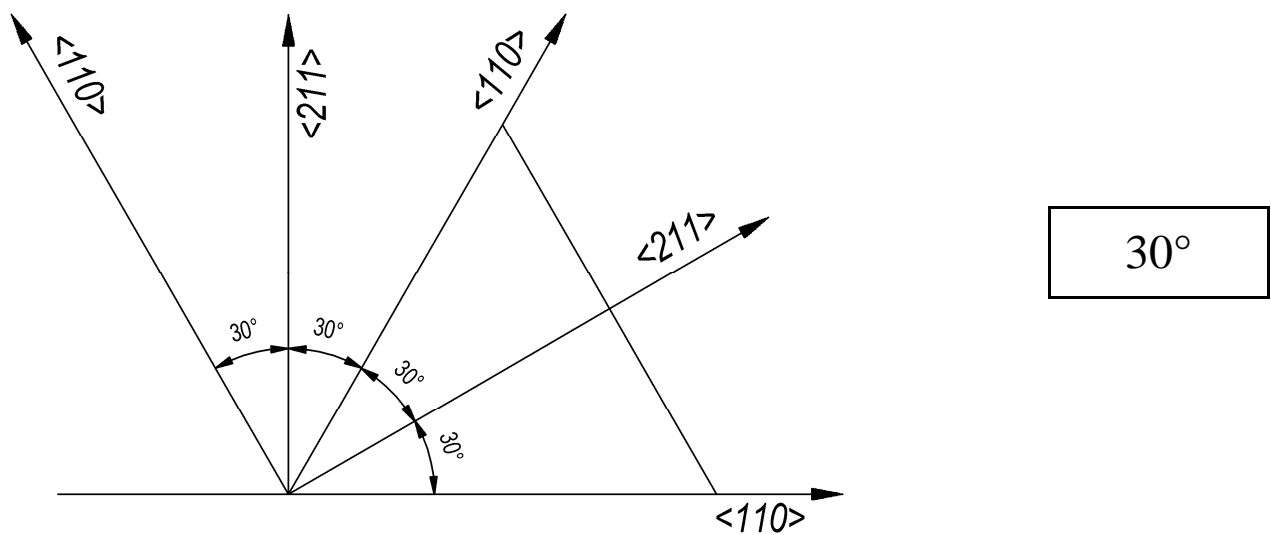


b)

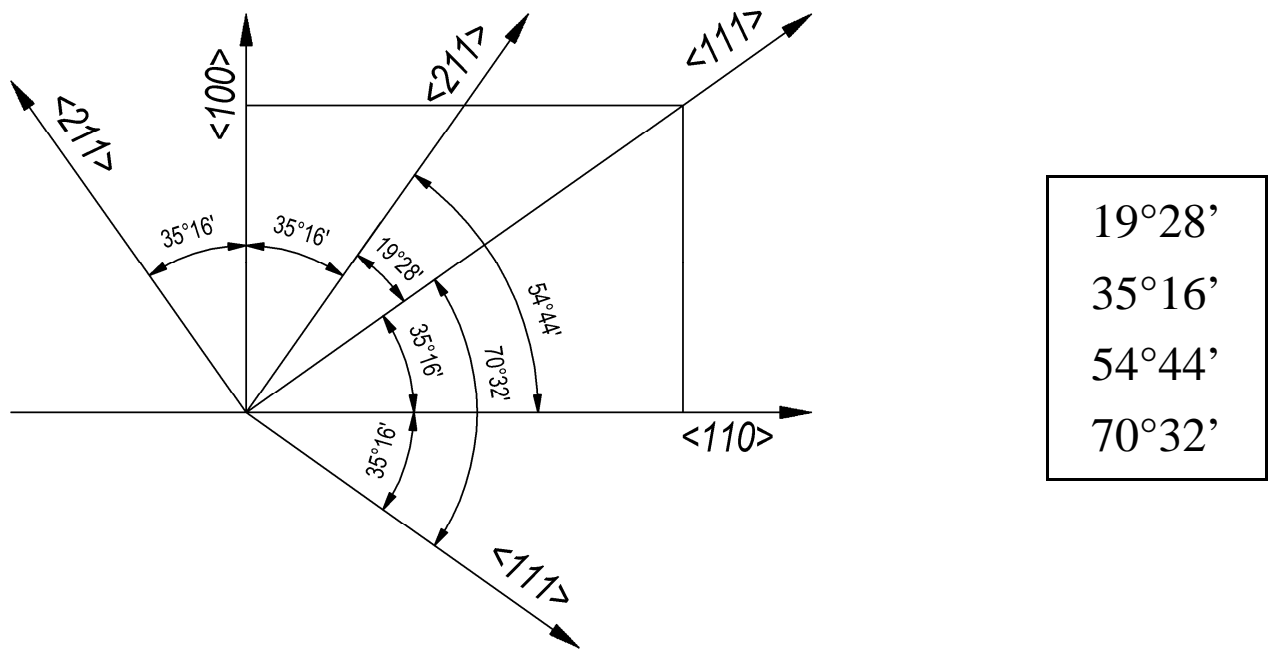
Rys.5.3. Zastosowanie siatki Greninger do wykreślenia bieguna płaszczyzny odbijającej na rzucie stereograficznym. Biegun 1' na rys.b) jest biegunem płaszczyzny dającej plamkę dyfrakcyjną 1 na rys.a) [6]



Rys.5.4. Kąty między głównymi pasami krystalograficznymi, do których należą płaszczyzny $\{100\}$



Rys.5.5. Kąty między głównymi pasami krystalograficznymi, do których należą płaszczyzny $\{111\}$



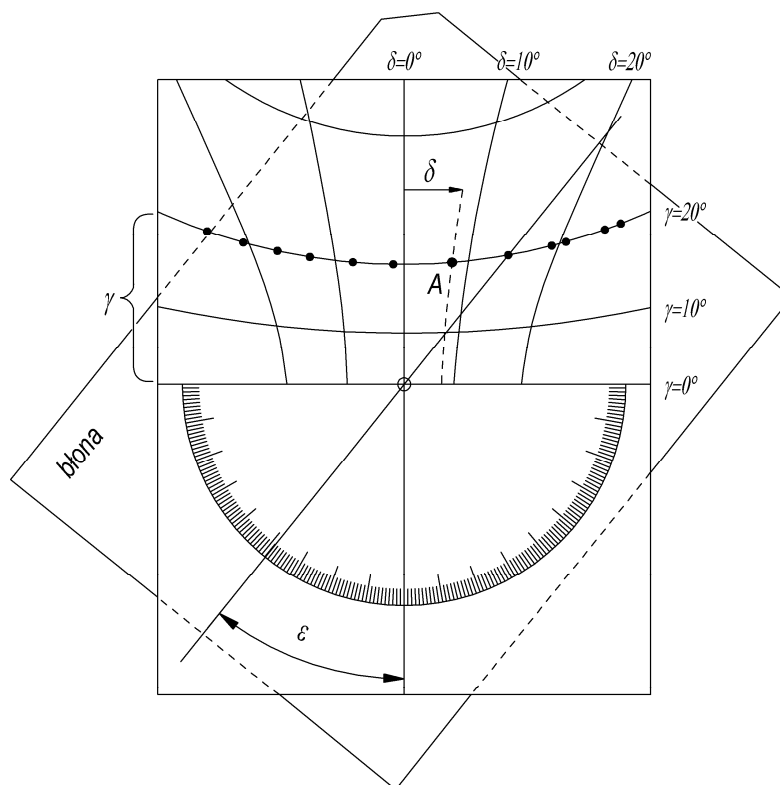
Rys.5.6. Kąty między głównymi pasami krystalograficznymi, do których należą płaszczyzny $\{110\}$

Sposób posługiwania się siatką Greningera wygląda następująco. Zdjęcie Lauego obraca się nad siatką tak długo, aż jedna z hiperbol utworzona z plamek dyfrakcyjnych znajdzie się na hiperboli (lub między) odpowiadającej stałym wartościom γ . Notujemy wartość kąta γ oraz kąta ϵ , tj. kąta o jaki dokonano obrotu filmu nad siatką. Jednocześnie odczytujemy wartość kąta δ dla płaszczyzn, które dały odosobnione plamki dyfrakcyjne leżące na przecięciu się większej ilości hiperbol licznie obsadzonych refleksami (rys.5.7).

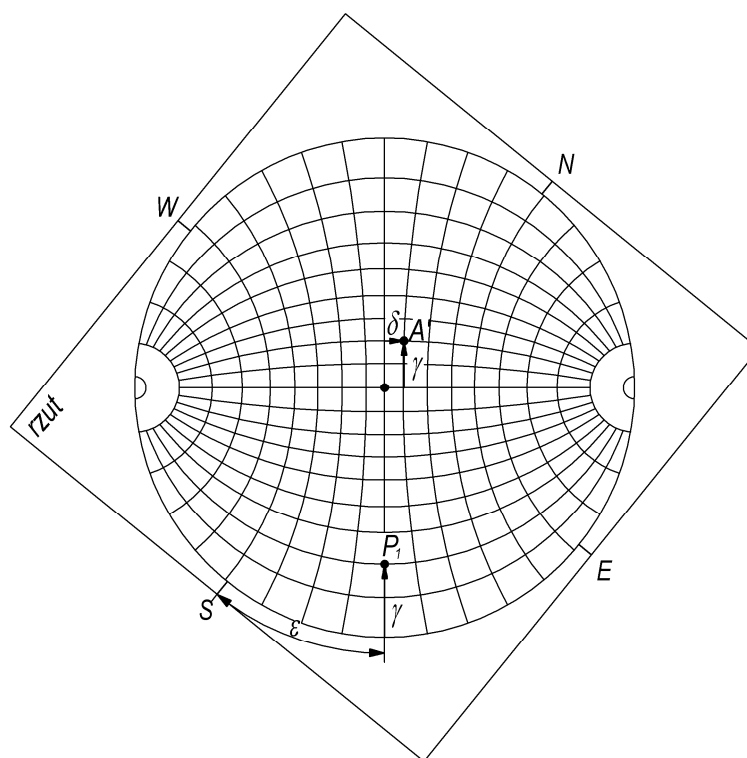
Następnie o ten sam kąt ϵ i w tym samym kierunku obracamy kalkę nad siatką Wulffa. Podłożona siatka Wulffa musi być zorientowana tak, aby jej południki biegły z lewa na prawo. Powodem tego jest fakt, że plamki dyfrakcyjne, które leżą na krzywych o stałym γ pochodzą od płaszczyzn jednego pasa, a zatem bieguny tych płaszczyzn muszą leżeć na wielkim kole rzutu.

Aby nanieść na kalkę rzut osi pasa krystalograficznego, kąt γ odmierzamy od obwodu siatki na dole wzdłuż pionowo ustawionego równika siatki Wulffa (rys.5.8). Przy tym samym ułożeniu kalki nanosimy też biegun płaszczyzny dającej najważniejszą plamkę. Postępując w ten sposób nanosimy rzuty wszystkich ważnych pasów i bieguny najważniejszych płaszczyzn na płaszczyznę rzutu.

Mierząc kąty między rzutami pasów możemy łatwo wywskaźnikować naniesione bieguny najważniejszych płaszczyzn, gdyż płaszczyzny te należą równocześnie do kilku pasów krystalograficznych, których rzuty zostały naniesione. Kąty te dla płaszczyzn $\{100\}$, $\{110\}$ i $\{111\}$ układu regularnego zostały podane na rys. 5.4÷5.6.



Rys.5.7. Odczytywanie kątów γ i ε dla jednej hiperboli utworzonej z plamek dyfrakcyjnych oraz kątów γ i δ płaszczyzny dającej najważniejszą plamkę A przy pomocy siatki Greningera



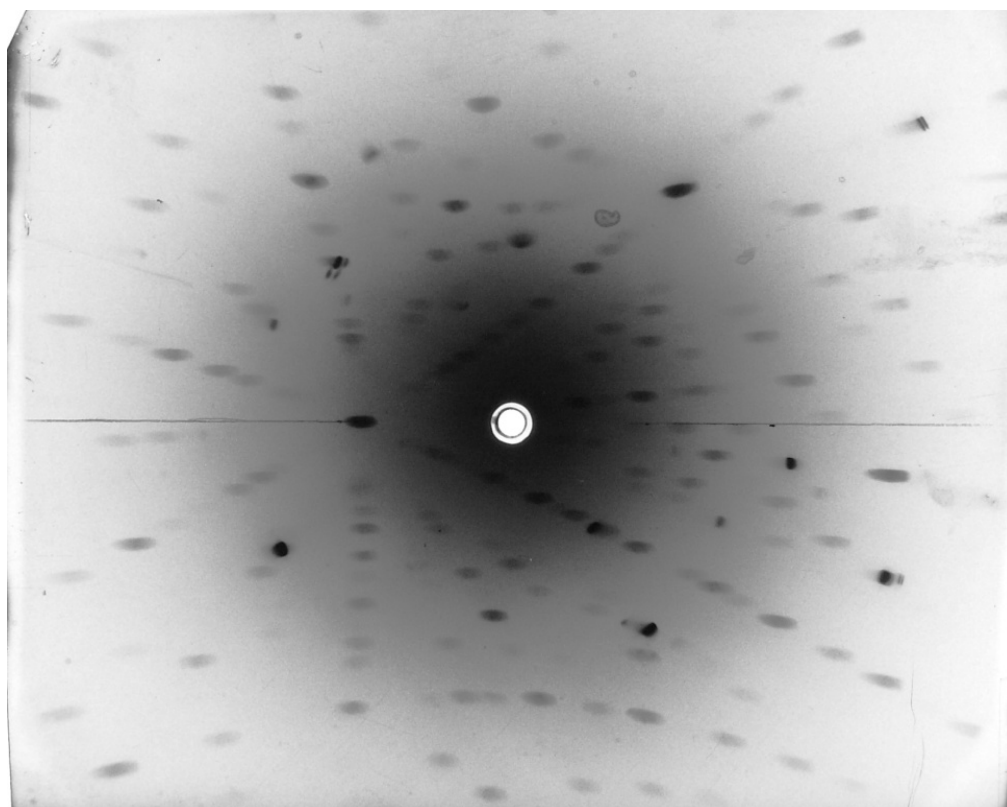
Rys. 5.8. Nanoszenie na kalkę rzutu stereograficznego P_1 osi pasa krystalograficznego oraz bieguna A' płaszczyzny dającej najważniejszą plamkę dyfrakcyjną

5.3. Wyznaczanie orientacji kryształów na przykładzie monokryształu krzemu

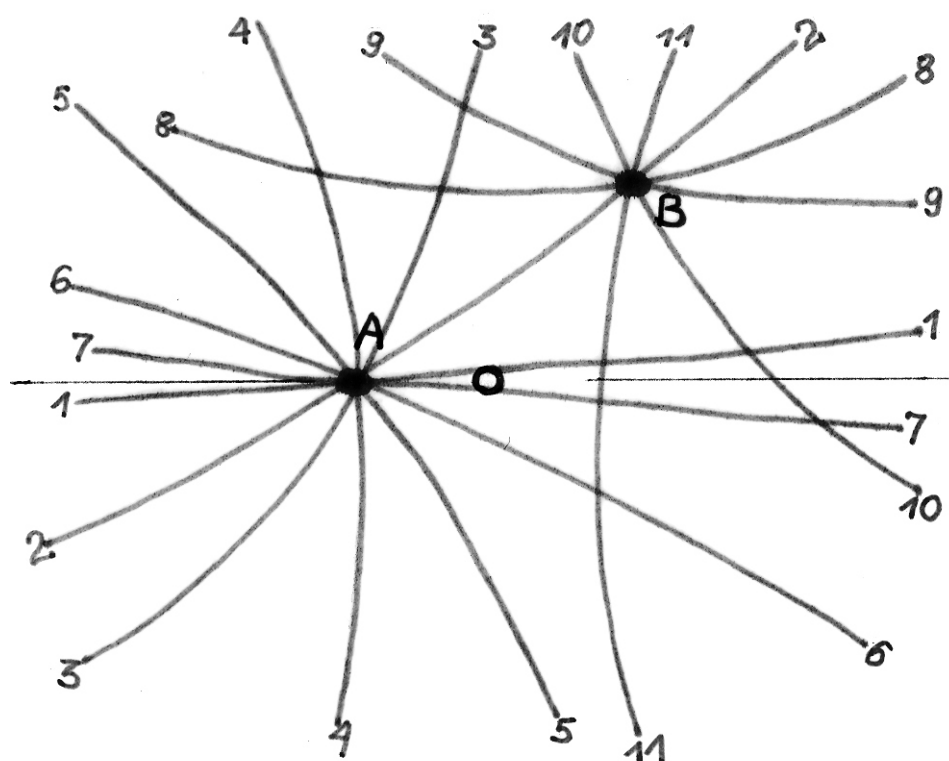
Zdjęcie monokryształu krzemu (rys.5.9) wykonano metodą promieni zwrotnych Lauego za pomocą stolika z uchwytem goniometrycznym, przy odległości kryształ – film 3cm. Źródłem promieniowania była lampa o anodzie molibdenowej. Zastosowano następujące warunki ekspozycji: napięcie 40kV, prąd 14mA i czas naświetlania 4 godz.

Ażeby wiedzieć po wywołaniu, jaką orientację miała klisza podczas naświetlania, przed włożeniem jej do kasety obcinamy górny prawy róg błony fotograficznej – patrząc od strony kryształu. Podczas odczytywania kliszy obcięty róg musi zatem znajdować się z lewej strony na górze. Tak zorientowane zdjęcie Lauego układamy na siatce Greninger'a oświetlonej od spodu i stopniowo obracamy dla doprowadzenia kolejnych hiperbol, złożonych z plamek dyfrakcyjnych, do pokrycia się z krzywymi siatki wykreślonymi dla stałych kątów γ .

Dla każdej hiperboli odczytujemy wartość kąta γ oraz kąt obrotu ε zdjęcia nad siatką. Hiperbole ze zdjęcia, dla których odczytano kąty γ i ε , oznaczono kolejnymi numerami i pokazano na rys.5.10. Wartości tych kątów zestawiono w tabelicy 5.2. Równocześnie odczytujemy wartości kątów δ dla dwóch płaszczyzn, które dały odosobnione plamki dyfrakcyjne. Refleks A leży na hiperbolach 1,2,3,4,5,6,7. Dlatego przy odczytywaniu kątów γ i ε odpowiadających wymienionym hiperbolom, kilkakrotnie dla kontroli odczytujemy kąt δ_A . Identyfikujemy postępujemy przy refleksie B.



Rys.5.9. Lauegram kryształu krzemu wykonany metodą promieni zwrotnych



Rys.5.10. Najsilniej zaznaczające się hiperbole z rys.5.9 i odosobnione refleksy leżące na ich przecięciach

Tablica 5.2. Wartości kątów γ i ϵ dla poszczególnych hiperbol oraz kąta δ dla związanych z nimi płaszczyzn A i B

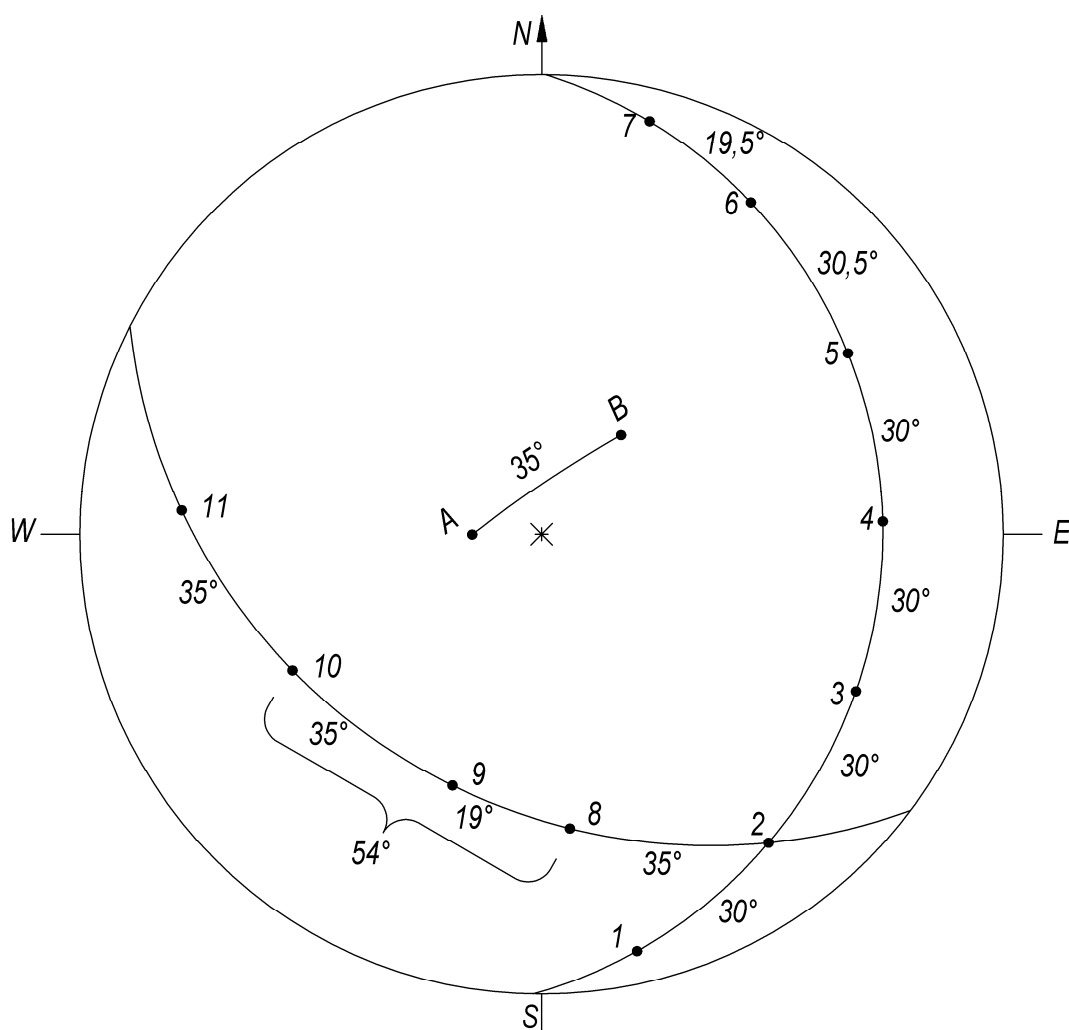
Wartości kątów	Numery hiperbol										
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
ϵ	-5	-34,5	-64	-95	-126	-156	-175	0	+20	+57	+93
γ	1,5	8,5	13	15	12	6	1,5	19,5	22,5	22	13
δ_A	-15	-12	-7	+2	+9	+13,5	+15	-	-	-	-
δ_B	-	+22	-	-	-	-	-	+13	+6,5	-9	-20

W sposób omówiony w punkcie 5.2 niniejszej instrukcji, na kalkę obracaną nad siatką Wulffa наносimy rzuty rozpatrywanych płaszczyzn i osi pasów (rys.5.11). Otrzymane rzuty pozwolą teraz na wyznaczenie orientacji kryształu.

Refleks A leży na przecięciu się hiperbol o numerach 1, 2, 3, 4, 5, 6 i 7 co oznacza, że płaszczyzna A należy równocześnie do kilku pasów krystalograficznych opisanych tymi numerami. Wobec tego kąty pomiędzy punktem A i kolejno punktami 1, 2, 3, 4, 5, 6 i 7 muszą być równe po 90° , to znaczy, że punkt A jest biegunem koła wielkiego na obwodzie którego leżą wymienione punkty.

Dlatego umieszczamy punkty 1, 2, 3, 4, 5, 6 i 7 na jednym i tym samym południku siatki Wulffa i rysujemy koło wielkie przechodzące przez te punkty. Pozwala to łatwo zmierzyć kąty pomiędzy nimi i przypisać tym punktom właściwe wskaźniki (rys.5.11). Dokonujemy teraz pomiaru kątów pomiędzy sąsiadującymi ze sobą punktami 1, 2, 3, 4, 5 i 6. Kąty te wynoszą odpowiednio 30° , 30° , 30° , 30° i $30,5^\circ$ (ką $30,5^\circ$ zamiast 30° pochodzi z pewnej niedokładności pomiarów). Z rysunku 5.5 wynika więc, że punkt A jest rzutem płaszczyzny $\{111\}$ a punkty 1, 2, 3, 4, 5 i 6 pasami o wskaźnikach $\langle 110 \rangle$ i $\langle 211 \rangle$.

Podobnie rysujemy koło wielkie przechodzące przez punkty 8, 9, 10, 11 i dokonujemy pomiaru kątów między nimi (rys.5.11). Kąty te wynoszą odpowiednio 35° , 19° , 35° i 35° . Z rysunku 5.6 wynika, że punkt B jest rzutem płaszczyzny $\{110\}$.



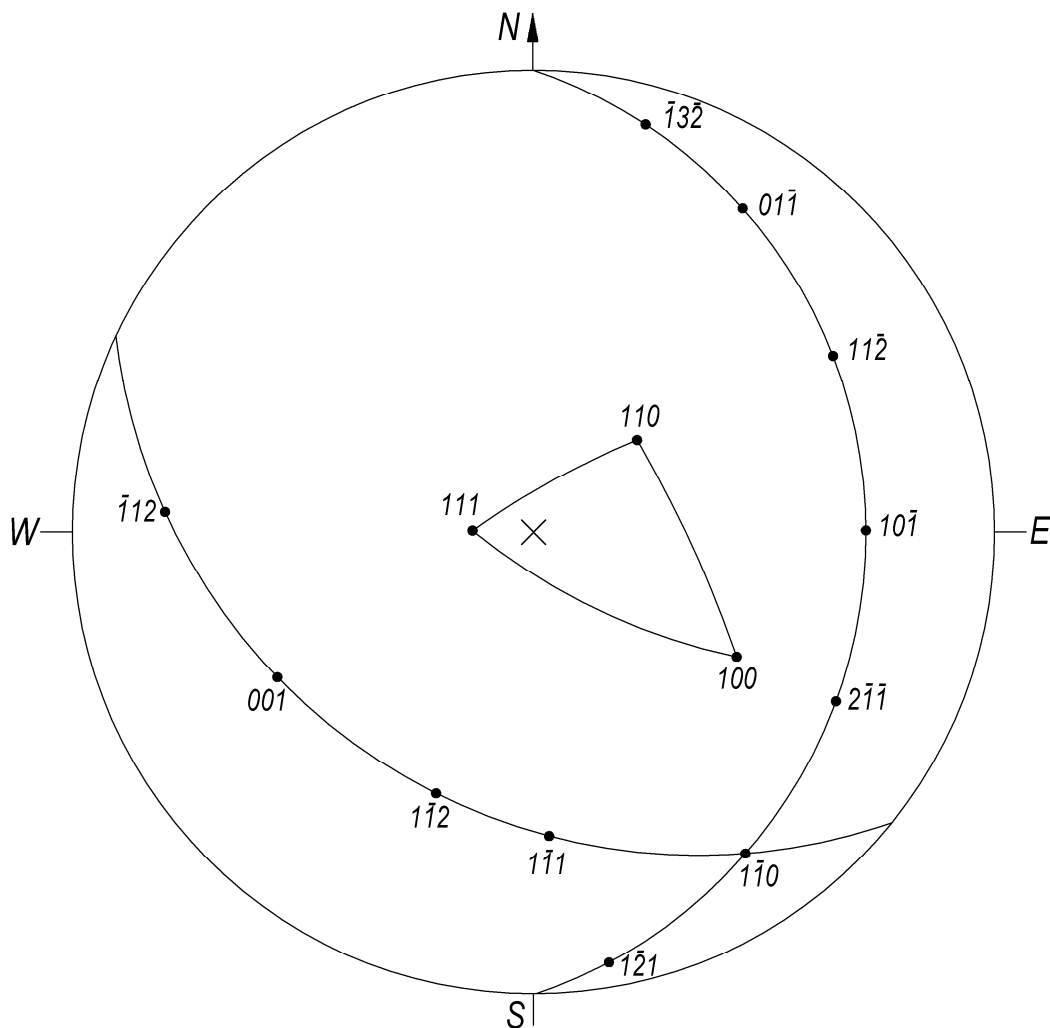
Rys.5.11. Rzuty pasów i płaszczyzn z rys.5.9 oraz kąty pomiędzy nimi

Aby opisać rzuty pasów obliczamy wskaźniki punktu 2 za pomocą równania przynależności pasowej ze wskaźników płaszczyzn A i B (patrz uzupełnienie 1):

$$\begin{array}{ccc}
 \begin{array}{c} \pm \left| \begin{array}{cc} 11 & 11 \\ 10 & 11 \end{array} \right| \pm \\ \pm \left| \begin{array}{cc} 10 & 11 \end{array} \right| \theta \\ (\bar{1}10) \end{array} & \text{lub} & \begin{array}{c} \pm \left| \begin{array}{cc} 10 & 11 \\ 11 & 11 \end{array} \right| \theta \\ \pm \left| \begin{array}{cc} 11 & 11 \end{array} \right| \pm \\ (1\bar{1}0) \end{array}
 \end{array}$$

Może to być płaszczyzna $(\bar{1}10)$ lub $(1\bar{1}0)$. Dlatego, aby jednoznacznie określić orientację kryształu posłużymy się dodatkowym punktem 10. Kąt między punktami A i 10 jest równy 55° , więc punkt 10 jest rzutem jednej z płaszczyzn $\{100\}$.

Przyjmując dla punktu A wskaźniki (111) a dla punktu B wskaźniki (110) , za pomocą rzutu standardowego możemy teraz przypisać punktowi 2 wskaźniki $(\bar{1}\bar{1}0)$ i odpowiednie wskaźniki pozostałym rzutom pasów (rys.5.12). Czynność ta jest ułatwiona, gdyż w rzucie standardowym na płaszczyznę (111) rzuty kierunków odpowiadających punktom 1, 2, 3, 4, 5, 6 i 7 znajdują się na obwodzie koła rzutu. Podobnie dla płaszczyzny (110) i rzutów pasów 2, 8, 9, 10 i 11.

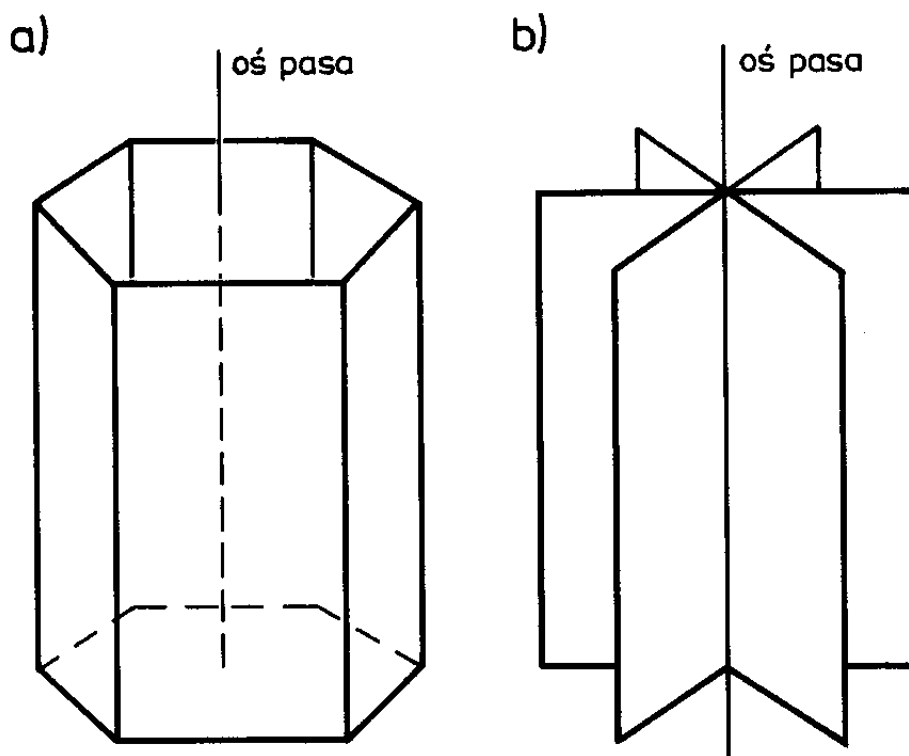


Rys.5.12. Wskaźniki przypisane znalezionym rzutom płaszczyzn i pasów z rys.5.11

Jeśli interesuje nas dokładne położenie normalnej do powierzchni kryształu, musimy nanieść na rzut z rys.5.12 jednostkowy trójkąt stereograficzny. Przegląd rzutu standardowego takiego jak na rys.4.3 pokazuje, że każda połowa kuli odniesienia pokryta jest 24 podobnymi i równymi trójkątami sferycznymi, z których każdy ma jako wierzchołki bieguny $\{100\}$, $\{110\}$ i $\{111\}$. Na rys.5.12 normalna do powierzchni kryształu leży w trójkącie $(100) - (110) - (111)$. Położenie bieguna (100) znajdujemy na kole wielkim przechodzącym przez bieguny (111) i $(2\bar{1}\bar{1})$, w odległości kątowej od bieguna (111) wynoszącej $54^{\circ}44'$ (tabl.4.1). Aby ustalić położenie normalnej do powierzchni kryształu, mierzymy kąty między środkiem rzutu (rys.5.12) i trzema leżącymi obok biegunami. Znając wartości tych kątów możemy wyznaczyć symbol $(h\ k\ l)$ ściany tworzącej powierzchnię kryształu, prostopadłą do wiązki padającej, korzystając ze szczegółowych tablic krystalograficznych [7] lub za pomocą rachunku cosinusów [1]. W opisany powyżej sposób orientacja kryształu została jednoznacznie wyznaczona.

Uzupełnienie 1

Zespół płaszczyzn sieciowych monokryształu lub ścian kryształu równoległych do jednego kierunku nazywamy pasem krystalograficznym, kierunek ten zaś osią pasa. Płaszczyzny takie mogą mieć różne wskaźniki i odległości międzypłaszczyznowe, a jedynym warunkiem jest równoległość do osi pasa (rys.U.1).



Rys.U.1. Pas płaszczyzn sieciowych: a) jako zespół płaszczyzn równoległych do osi pasa, b) jako zespół płaszczyzn przecinających się wzdłuż osi pasa.

Jeśli oś pasa ma wskaźniki $[uvw]$, to każda z płaszczyzn należąca do pasa mająca wskaźniki (hkl) spełnia równanie przynależności pasowej:

$$hu + kv + lw = 0$$

Mając więc symbole dwóch płaszczyzn sieciowych, można wyznaczyć ich oś pasa stosując rachunek pasowy. Odwrotnie, z symboli osi dwóch pasów można wyznaczyć wspólną dla nich płaszczyznę sieciową.

Prosta $[uvw]$ jest osią pasa dwóch płaszczyzn $(h_1k_1l_1)$ i $(h_2k_2l_2)$, jeżeli spełnia jednocześnie dwa równania:

$$h_1u + k_1v + l_1w = 0$$

$$h_2u + k_2v + l_2w = 0$$

W celu ich rozwiązania posługujemy się rachunkiem wyznacznikowym [2]. Aby obliczyć symbol pasa, do którego należą dwie przecinające się ściany ($h_1 k_1 l_1$) i ($h_2 k_2 l_2$), dwukrotnie wypisujemy obok siebie wskaźniki pierwszej ściany i pod nimi wskaźniki drugiej ściany. Odcinamy skrajne kolumny, reszta daje trzy wyznaczniki, które pozwalają na obliczenie trzech cyfr symbolu osi pasa, do którego należą obie ściany

$$\begin{array}{c}
 h_1 \left| \begin{array}{ccc} k_1 & l_1 & h_1 \\ \times & \times & \times \\ k_1 & l_1 & h_1 \end{array} \right| l_1 \\
 h_2 \left| \begin{array}{ccc} k_2 & l_2 & h_2 \\ \times & \times & \times \\ k_2 & l_2 & h_2 \end{array} \right| l_2 \\
 \hline
 [u \ v \ w]
 \end{array}$$

$$\begin{aligned}
 k_1 l_2 - k_2 l_1 &= u \\
 l_1 h_2 - l_2 h_1 &= v \\
 h_1 k_2 - h_2 k_1 &= w
 \end{aligned}$$

W ten sam sposób obliczamy wskaźniki ściany (hkl) wyznaczonej przez dwa przecinające się pasy ($u_1 v_1 w_1$) i ($u_2 v_2 w_2$), otrzymujemy

$$\begin{array}{c}
 u_1 \left| \begin{array}{ccc} v_1 & w_1 & u_1 \\ \times & \times & \times \\ v_1 & w_1 & u_1 \end{array} \right| w_1 \\
 u_2 \left| \begin{array}{ccc} v_2 & w_2 & u_2 \\ \times & \times & \times \\ v_2 & w_2 & u_2 \end{array} \right| w_2 \\
 \hline
 (h \ k \ l)
 \end{array}$$

Znaki wskaźników ścian zależą od kolejności w jakiej umieszczaliśmy wskaźniki ścian i symbole pasów w trakcie obliczeń. Po dokonaniu obliczeń przypisujemy wskaźnikom znaki zgodnie z jednostkowym trójkątem sferycznym, w jakim znajduje się oznaczana ściana.