

III Международная конференция учащихся

НАУЧНО-ТВОРЧЕСКИЙ ФОРУМ

Секция: физика

**Тема: Изучение структуры графита с помощью рентгеновского
дифрактометра**

**Автор работы: Гергаев Марат, 10 класс,
МБОУ СОШ №18**

**Место выполнения работы: лаборатория
нанотехнологий физико-технического факультета
СОГУ**

**Научный руководитель:
Дзеранова Алета Лаврентьевна, кандидат педагогических наук, учитель
высшей категории МБОУ СОШ №18**

Владикавказ, 2021-2022

Введение

Целью работы является изучение свойств рентгеновской дифракции на примере графита.

Объект исследования: Физические основы рентгеновской дифракции

Предмет исследования: Изучение структуры графита с помощью рентгеновского дифрактометра.

В соответствии с объектом, предметом и целью исследования были поставлены **следующие задачи:**

1. Проанализировать существующие теоритические и опытно - экспериментальные исследования в области рентгеновской дифракции.

2. Исследовать строение графита с помощью дифрактометра

Для решения поставленных задач использовались **методы исследования:**

1. Теоретические: анализ специальной физической литературы по исследуемой проблеме.

2. Эмпирические: эксперимент, анализ продуктов деятельности, фотографии.

Глава 1. Общая характеристика рентгеновского дифрактометра

Физические основы Рентгеновской дифракции

Рентгеновская трубка — электровакуумный прибор, предназначенный для генерации рентгеновского излучения.

Принцип действия и устройство. Излучающий элемент представляет собой вакуумный сосуд с тремя электродами: катодом, накалом катода и анодом. Рентгеновские лучи возникают при сильном ускорении заряженных частиц (тормозное излучение), либо при высокоэнергетических переходах в электронных оболочках атомов (характеристическое излучение). Оба эффекта используются в рентгеновских трубках. Основными конструктивными элементами таких трубок являются металлические катод и анод (ранее называвшийся также антикатодом). В рентгеновских трубках электроны, испущенные катодом, ускоряются под действием разности электрических потенциалов между анодом и катодом (при этом рентгеновские лучи не выпускаются, так как ускорение слишком мало) и ударяются об анод, где происходит их резкое торможение. При этом за счёт тормозного излучения происходит генерация излучения рентгеновского диапазона, и одновременно выбиваются электроны из внутренних электронных оболочек атомов анода. Пустые места в оболочках занимают другими электронами атома. При этом испускается рентгеновское излучение с характерным для материала анода спектром энергий (характеристическое излучение, частоты

определяются законом Мозли: где Z — атомный номер элемента анода, A и B — константы для определённого значения главного квантового числа n электронной оболочки). В настоящее время аноды изготавливаются главным образом из керамики, причём та их часть, куда ударяют электроны, — из молибдена или меди [источник не указан 901 день].

В процессе ускорения-торможения лишь около 1% кинетической энергии электрона идёт на рентгеновское излучение, 99% энергии превращается в тепло. Чтобы предотвратить перегрев анода, в мощных рентгеновских трубках применяют водное охлаждение и вращающийся анод.

Энергия генерируемых фотонов лежит в области рентгеновского диапазона (длина волны $0,05 \div 0,2$ нм).

Дифракция рентгеновских лучей. Самым общим случаем дифракции электромагнитных волн является дифракция в среде с трехмерным распределением неоднородностей. Когда система неоднородностей имеет правильный периодический характер, среда представляет собой пространственную решетку, и дифракционная картина сравнительно легко может быть рассчитана. На практике такую ситуацию мы имеем в случае дифракции рентгеновских лучей в кристаллах.

Рентгеновские лучи, падающие на кристалл, рассеиваются электронами атома. Каждый электрон атома становится источником сферической электромагнитной волны. Частота этих волн равна частоте первичного рентгеновского излучения, их вызвавшего (т.к. колебания электронов являются вынужденными колебаниями). Таким образом, после встречи, скажем, плоской рентгеновской волны с атомами кристалла в пространство посылаются вторичные волны уже во всех направлениях, атомы «рассеивают» упавшее на них рентгеновское излучение.

Волны, рассеянные различными атомами, интерферируют между собой, в результате чего в одних направлениях они гасят друг друга, а в других усиливают. Для данной задачи нет надобности в полном анализе явления рассеяния рентгеновских лучей решеткой кристалла, нас интересуют лишь условия, при которых получаются дифракционные максимумы.

Макс фон Лауэ (нем. Max von Laue; 9 октября 1879, Кобленц, Германская империя — 24 апреля 1960, Западный Берлин) — немецкий физик, лауреат Нобелевской премии по физике в 1914 году «за открытие дифракции рентгеновских лучей на кристаллах».

После окончания школы в 1898 году, фон Лауэ служил один год в армии по призыву. Затем поступил в Страсбургский университет, где приступил к изучению математики, физики и химии. Вскоре фон Лауэ перешёл в Гёттингенский университет, после этого провёл один семестр в Мюнхенском университете и затем перешёл учиться в Берлин, под руководством Макса Планка. В 1903 году защитил диссертацию по теории интерференции на параллельных пластинках и стал в 1905 году ассистентом у Макса Планка. После защиты второй диссертации в 1906 году занялся теорией относительности и при помощи оптических опытов получил в 1907 году важные экспериментальные подтверждения релятивистского правила экспериментальные подтверждения релятивистского правила сложения скоростей. В 1909 году получает в Мюнхенском университете место приват-доцента теоретической физики.

В 1910 году женился на Магдалене Деген. В 1912 году фон Лауэ переходит в Цюрих. Там он предсказал дифракцию рентгеновских лучей на кристаллах, что было экспериментально подтверждено двумя его студентами — Фридрихом и Книпингом. Таким образом был подтверждён волновой характер рентгеновского излучения. Кроме того при помощи этого метода удалось выяснить структуру многих кристаллов. За эти достижения

Макс фон Лауэ получил в 1914 году Нобелевскую премию по физике.

В 1919 году возвращается в Берлин, где дорабатывает свою первоначальную «геометрическую теорию» интерференции рентгеновских лучей до так называемой «динамической теории». В 1921 году получает памятную медаль Адольфа фон Байера и в 1932 году медаль имени Макса Планка. Во время нацизма он выступает в защиту Эйнштейна и т. н. «еврейской физики», за что его досрочно отправляют в 1943 году на пенсию. После войны он подвергается интернированию в Англии и пишет в это время «Историю Физики».

После окончания войны он активно участвует в восстановлении немецкой научной отрасли. Основывает «Немецкое физическое общество в британской оккупационной зоне» и участвует в восстановлении «Сообщества немецких физических обществ», в основании «Федеративного физико-технического учреждения» в городе Брауншвейг, а также «Немецкого исследовательского сообщества» (главного распределителя исследовательских грантов ФРГ). В 1951 году фон Лауэ становится директором института Фрица Габера общества Макса Планка в Западном Берлине (район Далем). Кроме того он был почётным членом Свободного университета Берлина, от которого он получил звание почётного доктора в 1958 году Институт имени Лауэ — Ланжевена в Гренобле носит его имя. Незадолго до смерти его именем была названа гимназия в городе Кобленц.

Фон Лауэ был страстным автомобилистом и любил ездить на больших скоростях. Несмотря на это, ни разу, до несчастного случая, в котором он погиб, он не попадал в аварию. 8 апреля 1960 году по пути в лабораторию он наехал на своей машине на мотоциклиста, который получил водительские права за два дня до этого. Мотоциклист погиб на месте, а машина фон Лауэ упала со скоростного шоссе. Несмотря на то, что фон Лауэ остался жив после аварии, от полученных ранений он скончался 24 апреля 1960 года.

Лауэграмма — рентгенограмма, содержащая дифракционное изображение монокристалла, полученная методом Лауэ.

Дифракционные максимумы на лауэграмме лежат на кривых второго порядка (зональных кривых), вершины которых лежат в точке пересечения прямого пучка рентгеновских лучей с фотопленкой.

Расшифровка дифрактограммы (рис.1)

На дифрактограммах представлены интерференционные пики, которые являются отражением рентгеновских лучей от определённых атомных плоскостей кристалла. Так как излучение было не отфильтровано, то на дифрактограмме фиксировались линии α - и β -излучения рентгеновской трубки. Согласно уравнению Вульфа-Брегга $2d\sin\theta=n\lambda$ определялись межплоскостные расстояния d/n . $d/n=\lambda/2\sin\theta$, где d/n - межплоскостное расстояние между атомными плоскостями, λ - длина волны рентгеновского излучения, θ — угол отражения рентгеновских лучей в градусах. На дифрактограмме фиксируются углы отражения 2θ (в градусах). Через каждый двойной угол отражения 2θ прибор фиксирует вертикальную метку. Таким образом, можно для каждого интерференционного пика определить угол отражения 2θ с точностью до 0,10. Так как рентгеновская трубка испускает 2 вида излучения: (α - и β -), необходимо найти эту пару линий, зафиксировать их и далее проводить расшифровку вещества только используя $K\alpha$ -излучение.

$K\alpha$ — излучение приблизительно в 5 раз сильнее $K\beta$ - излучения. Конкретизировать α - и β -линий можно, пользуясь, уравнением Вульфа-Брегга для α -и β -излучения:

$$2d\sin\theta\alpha=\lambda\alpha \quad 2d\sin\theta\beta=n\lambda\beta.$$

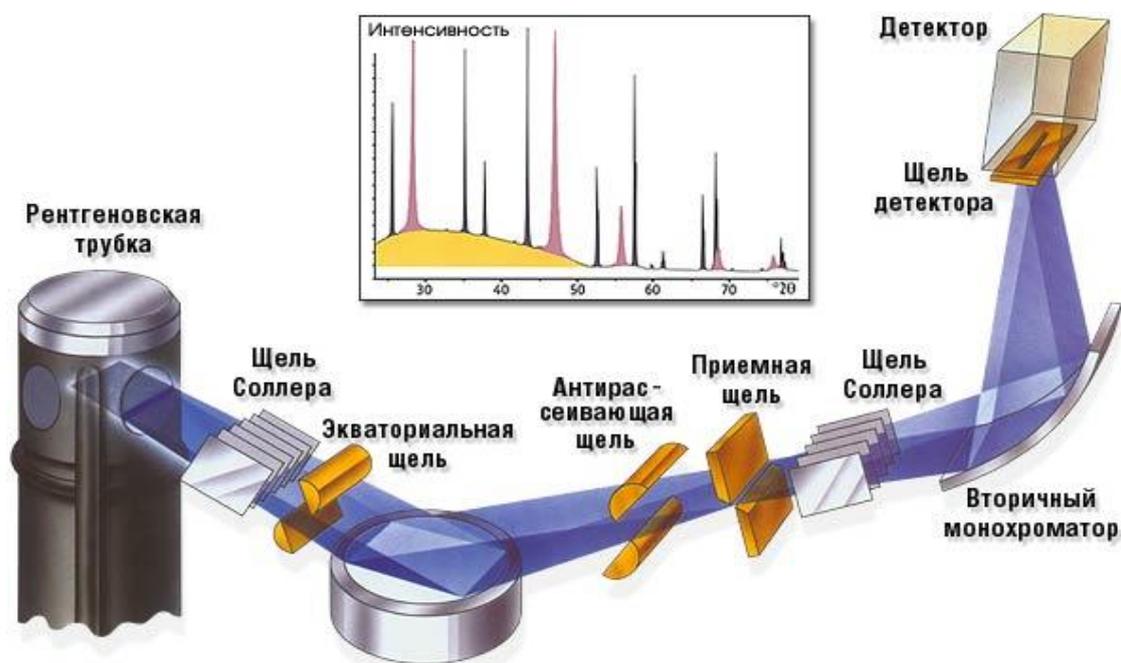
Таким образом, межплоскостное расстояние очень интенсивной линии умножаем на коэффициент 1,1 и, если полученное значение совпадает с межплоскостным расстоянием более слабой интерференционной линией (с учетом, что $I\alpha = 5I\beta$), тогда мы самой интенсивной линии приписываем значение как $K\alpha$ - линия, а слабой $K\beta$ -линия. Так как $K\alpha$ и $K\beta$ -линии являются отражением рентгеновских лучей от одного и того же семейства атомных плоскостей кристалла, мы будем использовать $K\alpha$ - линии, а $K\beta$ - интерференционные линии, как слабые линии, не принимаем во внимание.

1.2. Строение рентгеновского дифрактометра

.Рентгеновская трубка— электровакуумный прибор, предназначенный для генерации рентгеновского излучения. Излучающий элемент представляет собой вакуумный сосуд с тремя электродами: катодом, накалом катода и анодом.

. Катод (от греч. κάθodos — ход вниз; возвращение) — электрод некоторого прибора, присоединённый к отрицательному полюсу источника тока.

Ано́д (др.-греч. ἄνοδος — движение вверх) — электрод некоторого прибора, присоединённый к положительному полюсу источника питания. Электрический потенциал анода положителен по отношению к потенциалу катода (кроме гальванических элементов).



Как же выглядит кристаллическая решетка графита?

Графит – материал, которым пользовались для создания рисунков и надписей еще 4000 лет назад. Его название происходит от древнегреческого слова «графос» – «писать».

Месторождения графита расположены там, где залежи каменного угля или битумов подверглись действию высоких температур (при выходе лавы на поверхность). Кристаллическая решетка минерала состоит из атомов углерода. Но связи между слоями слабые, поэтому при соприкосновении материала с любой поверхностью остается темно-серый след из микроскопических чешуек. Добыча натурального минерала достаточно затратна: на

некоторых месторождениях в породе содержится 6–10% графита. Современные технологии позволяют синтезировать материал, по многим параметрам превосходящий натуральный.

Свойства графита. Низкая твердость минерала объясняется слабыми связями между атомными слоями: ему присвоен всего 1 балл по шкале Мооса (твердость алмаза, другой аллотропной формы углерода, оценена в 10 баллов).

Полезные свойства графита, используемые в промышленности:

-Электропроводность. От большинства металлов минерал отличается тем, что при повышении температуры его электропроводность возрастает. По этому показателю он в 2,5 раза превосходит ртуть. Теплопроводность минерала составляет 3,55 Вт*град/см, коэффициент теплопроводности – 0,041. Материал проводит тепло лучше меди.

-Инертность. Большинство агрессивных кислот, щелочей и солей не растворяют графит. Материал интенсивно окисляется на воздухе при температуре выше 750 К.

-Термостойкость. Минерал способен выдерживать значительные колебания температуры. Он не плавится, но при температуре 3900 К и давлении 0,9–1 атм переходит из твердого состояния в газообразное (сублимирует).

-Механическая прочность материала увеличивается при повышении температуры до 2700 К, затем начинает понижаться.

Из-за того, что связи между атомами в слое гораздо прочнее, чем между слоями, некоторые свойства графита (электропроводность, теплопроводность) носят анизотропный характер: в направлении, перпендикулярном атомным слоям, сопротивление в несколько раз выше, а теплопроводность ниже, чем в параллельном.

Искусственный графит отличается от натурального тем, что при синтезе можно получить материал с заранее заданными параметрами. Кроме того, его изготавливают из отходов производства: каменноугольного пека и нефтяного кокса.

Смесь мелких фракций формуют (пропорции зависят от марки графита), полученные заготовки обжигают при температуре 800–1200°C. Процесс обжига и последующего охлаждения занимает 3–5 недель. Чтобы увеличить плотность графита, заготовки дополнительно пропитывают пеком. Последний этап – графитация: термическая обработка заготовок в специальной печи при температуре 2400–3000°C. При графитации формируется кристаллическая решетка материала. Такой графит обладает максимальной электропроводностью и теплопроводностью.

Анизотропность свойств присуща искусственному графиту полученному методом экструзии. Более новая технология: изостатическое прессование, – позволяет изготовить материал с изотропными свойствами и низким коэффициентом трения. Если плотность графита, синтезированного по методу экструзии, составляет 2,0–2,23 г/см³, то аналогичный показатель для изостатического рекристаллизованного графита может, в зависимости от марки, варьироваться от 1,85 до 5 г/см³. Из такого материала производят крупногабаритные заготовки (длиной свыше 1000 мм, диаметром более 500 мм) для изготовления литейных форм и деталей, обладающих антифрикционными свойствами.

Существует возможность синтеза материала с разной величиной зерна:

500–3000 мкм – крупнозернистый графит, марка ЭГ, ГЭ;

150–500 мкм – среднезернистый, марки ППГ, ВПГ, В-1;

30–50 мкм – мелкозернистый, марки МПГ, МГ, АРВ;

30–150 мкм – мелкозернистый изотропный, марка МИГ-1;

1–30 мкм – тонкозернистый, марка МИГ-2 и изостатические графиты.

Искусственный графит широко применяется во всех отраслях промышленности. К примеру, из крупнозернистого материала делают электроды. Мелкозернистый конструкционный графит марок АРВ, МГ используют при изготовлении фасонных изделий сложной формы. Применение искусственного графита позволяет достичь высочайшей точности при изготовлении различных деталей и производить технику, соответствующую стандартам XXI века.

Глава 2. Практическая часть работы

2.1 Постановка эксперимента

Эксперимент проходил на физико-техническом факультете СОГУ «в центре коллективного пользования физики и технологий нано структур» под руководством Магкоева Т.Т. Исследуемую пробу получали путём извлечения грифеля из простого карандаша после чего грифель измельчался в агатовой ступке до очень мелкого порошка, далее порошок прессовался в таблетку под давлением ~ 3 тонны.

Изображенная на рис. 1 дифрактограмма состоит из ряда дифракционных рефлексов при значениях двойного угла рассеивания 23, 25 и 55 градусов. Наиболее интенсивный дифракционный рефлекс наблюдается при 25 градусов, который соответствует гексагональной (шестиугольной) структуре базовой плоскости (1000) углерода (графита). Два других рефлекса при 23 и 55 градусов соответствуют боковым плоскостям (111) графита. Таким образом несмотря на то, что исследуется не монокристаллический кристалл, а порошок, тем не менее рентгеновская дифрактометрия позволяет определить атомную структуру мельчайших кристалликов (пылинок), из которых состоит порошок. Это указывает на высокую чувствительность рентгеновской дифрактометрии к атомной структуре как массивных кристаллов, так и мельчайших кристаллитов.

Наш продукт обладает тем преимуществом, что позволяет установить атомную структуру кристаллической решетки дисперсного порошка графита и монокристалла с высокой степенью точности на уровне сотых доле углового градуса. Преимуществом является возможность динамической реализации мониторинга структуры кристаллической решетки в результате внешних воздействий, приводящих, в частности, к плавлению исследуемого материала, формированию соответствующих неоднородных структур, тонких пленок и наноразмерных структур. Решающее влияние на современную технику и технологию проявится в возможности разработки принципиально новых наноматериалов и технологий производств элементной базы устройств широкого практического применения, в частности, в наноэлектронике, металлургической и химической промышленности, гетерогенном катализе, солнечной энергетике.

Заключение

Тщательно изучив физические основы метода дифракции, мы приступили к исследованию предмета (которым является графит) исследования и строению изучаемого аппарата. Для выполнения поставленных целей были выбраны следующие задачи и методы исследования которые нам удалось выполнить:

1. Проанализировали существующие теоритические и опытно -экспериментальные исследования в области рентгеновской дифракции

2. Исследовали строение графита с помощью дифрактометра.

Для решения поставленных задач использовались методы исследования:

1. Теоретические: анализ специальной физической литературы по исследуемой проблеме.

2. Эмпирические: эксперимент, анализ продуктов деятельности, фотографии.

После проведения эксперимента нам удалось получить результаты по которым нам удалось сказать что графит не имеет четкой кристаллической структуры (порошковая смесь). Кристаллическая решетка графита состоит только из атомов углерода. Кристаллической решетке графита присуща ярко выраженная слоистая структура, расстояние между слоями 0,335 нм. Кристаллическая решетка графита бывает двух типов: гексагональная (α -графит) и ромбоэдрическая (β -графит, метастабильная форма).

Лаборатория физики адсорбционных явлений и лаборатория физики поверхности и катализа СОГУ, НИИЭМ, ОАО Кетон, СКГМИ, готовы предоставить имеющееся в их распоряжении современное высокоточное аналитическое и технологическое оборудование, позволяющее создание экспериментальных структур на основе графита и всестороннее исследование их физико-химических свойств с точки зрения установления атомной структуры, морфологии, химического состава и состояния электронных зон, а так же разработки новых технологий производства инновационных материалов на основе графита.

Список используемой литературы

1 . Илюшин М.А., Целинский И.В., Смирнов А.В., Бачурина И.В., Осташев В.Б., Благовещенский В.В. Лазерное инициирование светочувствительных металлокомплексов 3-гидразино-4-амино-1,2,4-триазола. //Известия Санкт-Петербургского технологического института. 2012.. № 13(39), С.56-60.

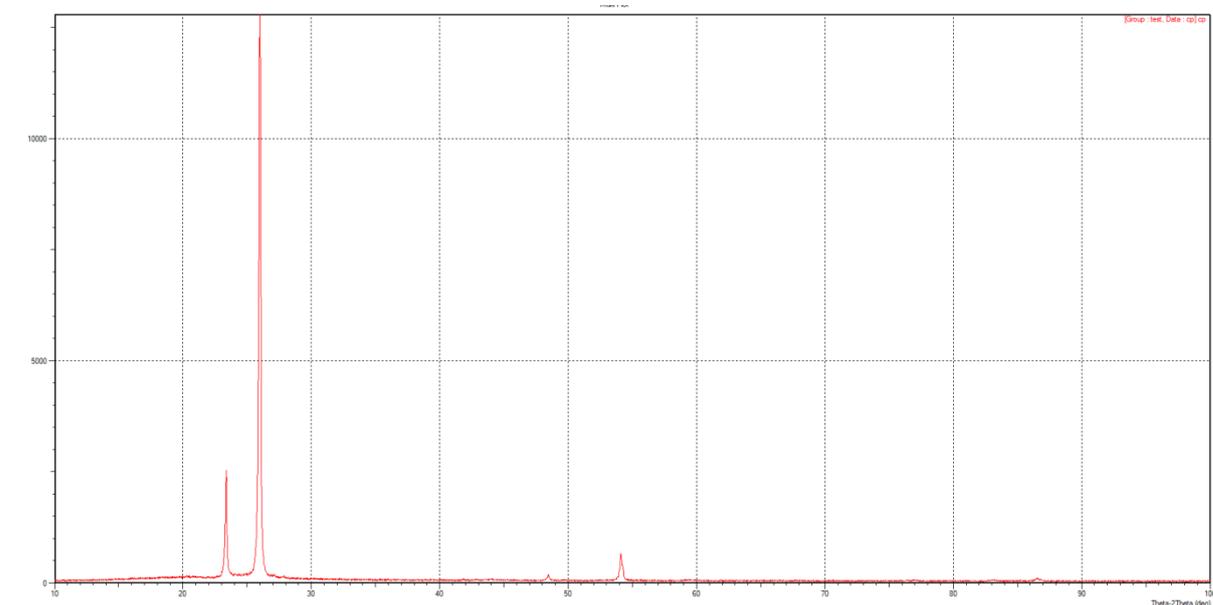
2. Буркат Г.К., Сафронова И.В. Влияние роданистого калия на процесс серебрения в дицианоаргентатном - роданистом электролите. //Известия Санкт-Петербургского технологического института. 2012. Т.13, №113.

3. Фазовые превращения дисперсного графита / А. С. Чернов, Ю. М. Коштыл, А. А. Малков, А. А. Малыгин // Известия СПбГТИ (ТУ). 2012. № 15 (41). С. 46 – 49.

5. Сорокин, П. Б. Теоретические исследования физико-химических свойств низкоразмерных структур [Текст] : дис. ... док. физ.-мат. наук : 01.04.07 : защищена 3.12.14 / Сорокин Павел Борисович. – Москва, 2014. – 324 с.

6. Ohno, T. Crystal faces of graphite particles and their roles in photocatalytic reactions / T. Ohno, K. Sarukawa, M. Matsumura // New J. Chem. 2002. № 26. P. 1167 – 1170.

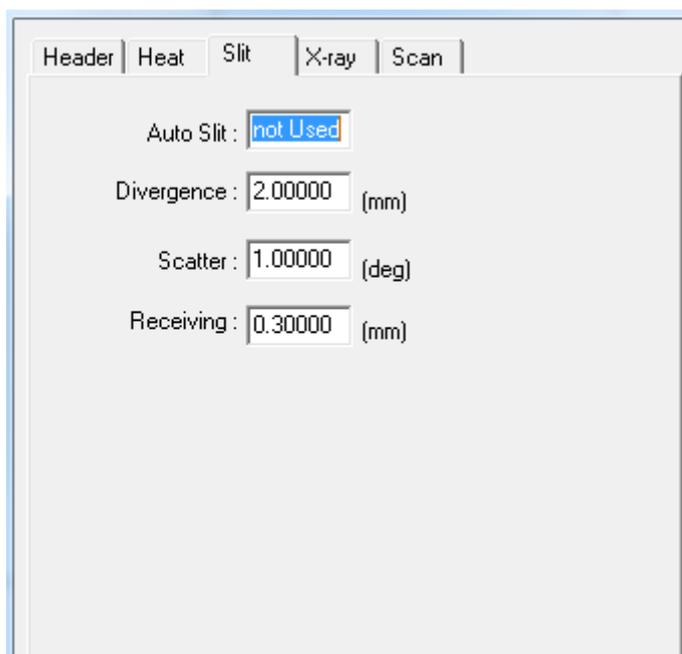
Приложения



Результаты исследования(рис.1)

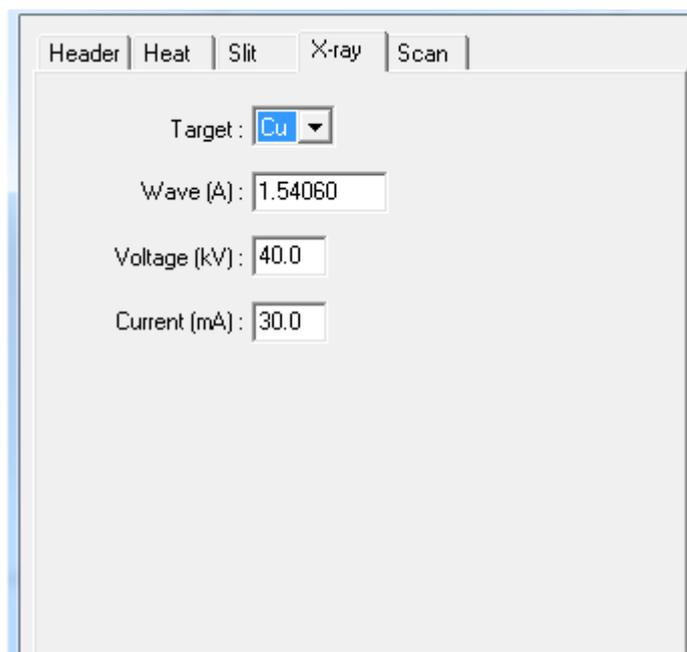
По вертикали интенсивность излучения

По горизонтали градус наклона



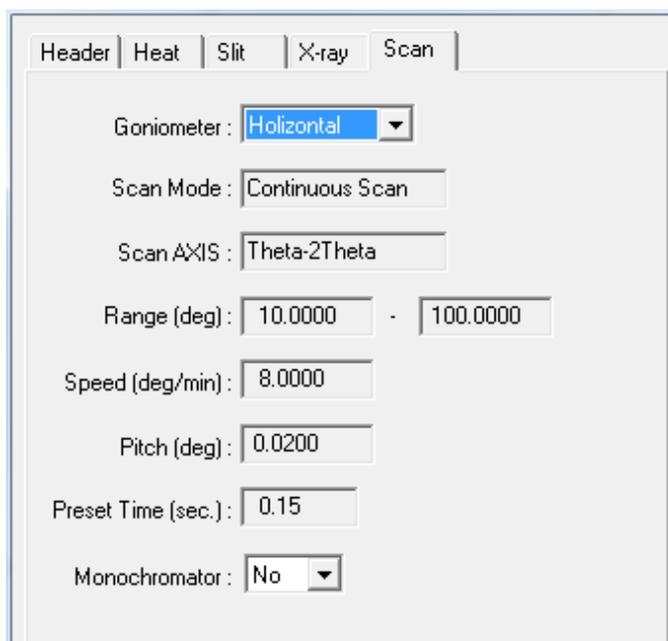
Параметры настройки рентгеновского пучка(рис.2)

- 1.авто шели не используются
- 2.расхождение
- 3.рассеивание
- 4.приём



параметры настройки рентгеновской трубки(рис.3)

- 1.цель
- 2.волна
- 3.напряжение
- 4.актуальный



параметры сканирования (рис.4)

1.гониометр (угломер)(горизонтальный)

2.режим сканирования(непрерывный)

3.сканирование Оси(тета2тета)

4.диапазон

5.скорость

6.шаг

7.заданное время

8.монокроматор



Рентгеновская трубка, столик, детектор (рис.5)



Рис.2. Агатова Ступка для измельчения графита (рис.6)



Рис.3.Пресс для прессовки пробы в таблетку (рис.7)



Рис.4. Рентгеновский дифрактометр (рис.8)