

①

Oppgave 1

a) Alle tre "undergitter" er kubisk flatesentrert.  
 $Mg_2Sn$ -gitteret er derfor også kubisk flatesentrert  
 med 4 identiske punkter pr enhetscelle, men  
 med 3 atomer pr identisk punkt.

$$\begin{aligned}
 b) F_{hkl} &= \sum_n f_n \exp(2\pi i(hx_n + ky_n + lz_n)) \\
 &= \left[ f_{Sn} \exp(0) + f_{Mg} \left( \exp\left(2\pi i\left(\frac{h}{4} + \frac{k}{4} + \frac{l}{4}\right)\right) \right. \right. \\
 &\quad \left. \left. + \exp\left(2\pi i\left(\frac{3h}{4} + \frac{3k}{4} + \frac{3l}{4}\right)\right) \right) \right] \cdot \left[ \exp(0) \right. \\
 &\quad \left. + \exp\left(2\pi i\left(\frac{h}{2} + \frac{k}{2}\right)\right) + \exp\left(2\pi i\left(\frac{k}{2} + \frac{l}{2}\right)\right) + \exp\left(2\pi i\left(\frac{h}{2} + \frac{l}{2}\right)\right) \right] \\
 &= \left[ f_{Sn} + f_{Mg} \exp\left(i \cdot \frac{\pi}{2}(h+k+l)\right) \cdot \left(1 + \exp\left(i\pi(h+k+l)\right)\right) \right] \cdot \\
 &\quad \cdot \left[ 1 + \exp\left(i\pi(h+k)\right) + \exp\left(i\pi(h+l)\right) + \exp\left(i\pi(k+l)\right) \right]
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 F_{hkl} &= \left[ f_{Sn} + f_{Mg} \left\{ \cos\left(\frac{\pi}{2}(h+k+l)\right) + i \sin\left(\frac{\pi}{2}(h+k+l)\right) \right\} \right] \cdot \\
 &\quad \cdot \left( 1 + (-1)^{h+k+l} \right) \cdot \left[ 1 + (-1)^{h+k} + (-1)^{h+l} + (-1)^{k+l} \right]
 \end{aligned}$$

c) Vi får utslukning for blandede indekser, dvs den vanlige utslukningsregelen for allsidig flatesentrert gitter.

16

Oppgave 1 b alternativt, og mere elegant

Anten Mg-gitterene forskyvet henholdsvis en kvart  
romdiagonal  $(\frac{1}{4}, \frac{1}{4}, \frac{1}{4})$  og minus en kvart romdiagonal  
 $(-\frac{1}{4}, -\frac{1}{4}, -\frac{1}{4})$  i forhold til Sn-gitteret.

$$\Rightarrow F_{hkl} = \left[ f_{Sn} \exp(0) + f_{Mg} \left( \exp(2\pi i (\frac{h}{4} + \frac{k}{4} + \frac{l}{4})) \right) \right. \\ \left. + \exp(-2\pi i (\frac{h}{4} + \frac{k}{4} + \frac{l}{4})) \right] \left[ \exp(0) \right. \\ \left. + \exp(2\pi i (\frac{h}{2} + \frac{k}{2})) + \exp(2\pi i (\frac{h}{2} + \frac{l}{2})) + \exp(2\pi i (\frac{k}{2} + \frac{l}{2})) \right]$$

$$F_{hkl} = \left[ f_{Sn} + 2f_{Mg} \cos \frac{\pi}{2} (h+k+l) \right] \left[ 1 + (-1)^{h+k} + (-1)^{h+l} + (-1)^{k+l} \right]$$

c) Mblandede indekser:

$$F_{hkl} = 4 \left( f_{Sn} + 2f_{Mg} \cos \frac{\pi}{2} (h+k+l) \right)$$

$$F_{hkl} = 4(f_{Sn} + 2f_{Mg}) \text{ for } h+k+l = 4m \quad \text{Stærke refleksioner}$$

$$F_{hkl} = 4(f_{Sn} - 2f_{Mg}) \text{ for } h+k+l = 4m \pm 2 \quad \text{Svake refleksioner}$$

$$F_{hkl} = 4f_{Sn} \text{ for } h+k+l = 2m \pm 1 \quad \text{Middels sterke refl}$$

Blandede indekser: Utstøking ( $F_{hkl} = 0$ )

(2)

For ublandede indtekster får vi

$$F = 4 \left\{ f_{sm} + f_{mg} (1 + (-1)^{h+k+l}) \left( \cos \frac{\pi}{2} (h+k+l) + i \sin \frac{\pi}{2} (h+k+l) \right) \right\}$$

$$F = 4 f_{sm} + 8 f_{mg} \quad \text{for } h+k+l = 4n \quad (\text{sterke refleksjoner})$$

$$F = 4 f_{sm} - 8 f_{mg} \quad \text{for } h+k+l = 4n \pm 2 \quad (\text{svake refleksjoner})$$

$$F = 4 f_{sm} \quad \text{for } h+k+l = 2m \pm 1 \quad (\text{Middele sterke ref.})$$

$$d) \left( \frac{R_1}{R_2} \right)^2 = \left( \frac{25.0}{15.3} \right)^2 = 2.67 = \frac{h_1^2 + k_1^2 + l_1^2}{h_2^2 + k_2^2 + l_2^2}$$

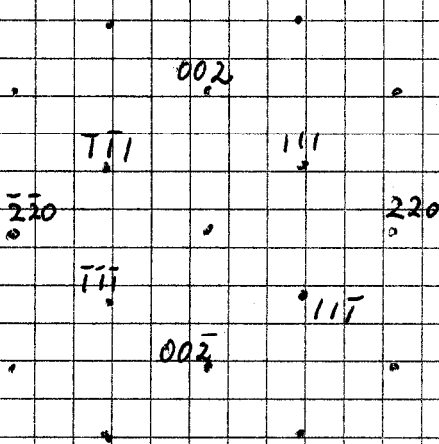
Vi antar derfor at  $R_1$  og  $R_2$  representerer refleksene 220 og 111.

$$\text{Dette passer også med } \cos \varphi = \frac{h_1 h_2 + k_1 k_2 + l_1 l_2}{\sqrt{h_1^2 + k_1^2 + l_1^2} \sqrt{h_2^2 + k_2^2 + l_2^2}}$$

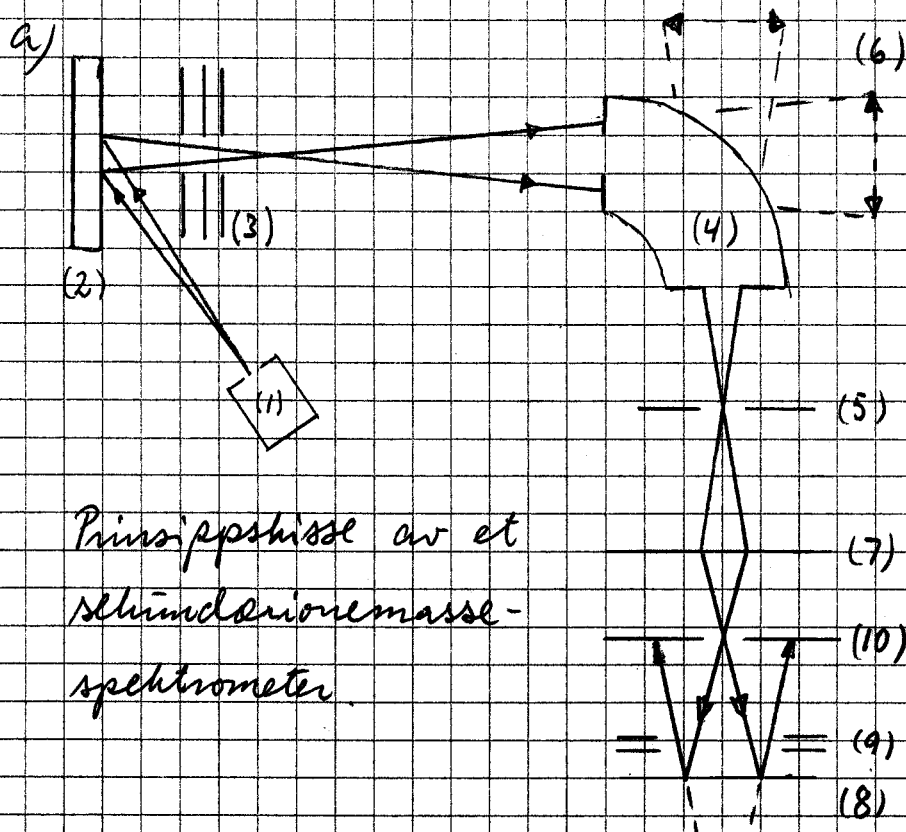
$$= \frac{2 \cdot 1 + 2 \cdot 1}{\sqrt{8} \sqrt{3}} = 0.8165 \Rightarrow \varphi = 35.2^\circ$$

$$\text{Soneakse: } [220] \times [111] = [2\bar{2}0], \text{ dvs } \underline{[1\bar{1}0]}$$

Dette er en mulig løsning blant flere.



# Oppgave 2



Prinsippskisse av et sekundærionemasse-spektrometer

(1) er en ionekilde. Ionen energien er vanligvis mindre enn 10 keV. (2) er prøven. Primærionene sputtrer sekundærioner ut fra prøven atomlag for atomlag over en viss flate på prøven ved at primærionestrålen sveipes i et raster over dette areal.

(3) er et elektrodesystem som akselererer og fokuserer sekundærionene fra prøven inn på inngangsaperturen for spektrometeret. (4) er selve masse-spektrometeret som avbøyer ionene ved hjelp av et magnetfelt som tjener som et magnetisk prisme. Det kan også brukes et dobbel fokuserende spektrometer, eller prismet kan erstattes av et "time of flight"-spektrometer. Gjennom utgangsaperturen (5) velges da ut ioner med

(4)

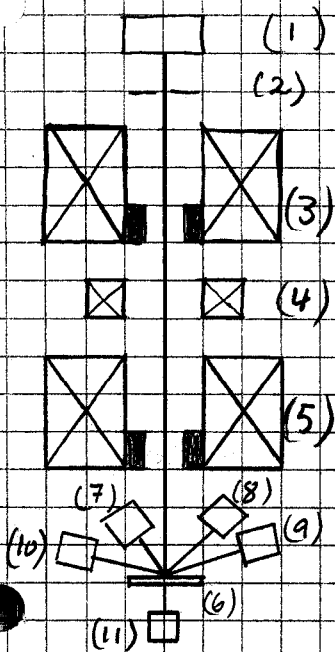
bestemt  $m/q$ -forhold. Det er også blitt dannet virtuelle bilder (6) av ionefordelingen. (7) representerer et linsesystem som tjener til å velge ut en bestemt ionetype og til å fokusere et bilde av denne ionetypen på en såkalt konversjonselktrode (8) som produserer sekundærelktroner. Disse sekundærelktronene projiseres på en fluorescerende skjerm (10) ved hjelp av linsesystemet (9). På skjermen får vi da et fordelingsbilde som viser fordelingen (i prøveoverflaten) av den utvalgte ionetypen.

Ved den avbildningen som er omtalt ovenfor, gis det altså et indirekte bilde av fordelingen av de forskjellige atomslag i prøveoverflaten.

Primerionene er vanligvis edelgasatomer, men også reaktive gasser som oksygen eller cesium brukes for bestemte formål.

SIMS har en fordel sammenlignet med andre teknikker for overflateanalyse ved at den kan foreta dybdeprofilering og dermed gi informasjon om elementfordelingen i rommet. Den gir også anledning til isotopanalyse, og det er ingen begrensning av hvor lette elementer som kan analyseres. Overflateprimerioner passer over prøver i et raster, eller ved at en tykk, statisk stråle gir et såkalt stigmatisk bilde.

Oppgave 2 b



En elektronkilde på negativ høy-  
spenning (en elektronkanon) frigjør  
elektroner som passerer anoden (2)  
(som er jordat), og ved hjelp av  
kondenserlinsen (3) og objektivlinsen  
(5) fokuseres elektronstrålen på  
prøven (6). Ved hjelp av sveipespøler (4)  
kan elektronstrålen sveipes i et raster  
over prøveoverflaten. Tilbakespredte  
elektroner (7) og sekundærelektroner (9)

Prinsippskisse av  
et sveipeelektron-  
mikroskop

kan registreres med elektron-detektorer,  
og emittert røntgenstråling kan registreres  
ved hjelp av en energidispersiv  
røntgendetektor (8). I enkelte instrum-

enter er det også arrangementer for registrering  
av luminescens (10) og av transmitterte elektroner (11)

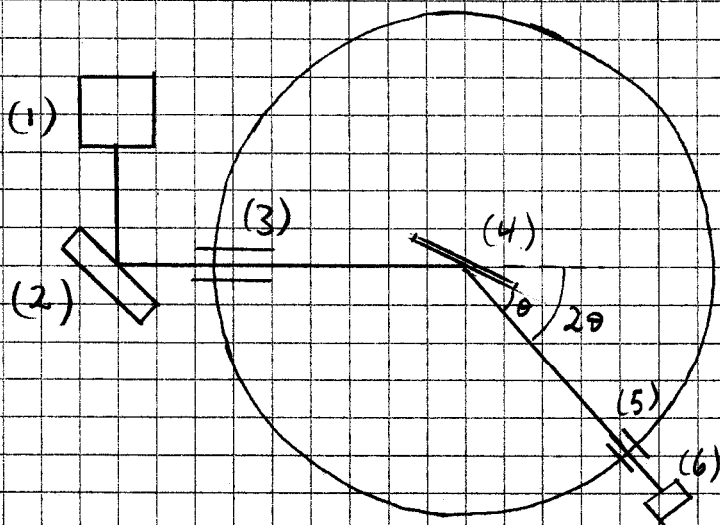
Elektronstrålen kan sveipes i et raster over prøve-  
overflaten mens vi kan detektor-signalet modulere  
lysiintensiteten på en oscilloskop-skjerm

der elektronstrålen går synkront med elektronstrålen  
i mikroskopet. Vi kan dermed få fram topografi,  
atomraster, ledelinjer eller luminescenslinjer  
av elementer avbildet på oscilloskop-skjermen. Vi kan  
også måle konsentrasjoner (massefraksjoner) i punkter  
på prøven, eller vi kan sveipe elektronstrålen langs  
en linje og derved få fram konsentrasjonsfordelingen  
langs linjen. Den geometriske oppløsningen i sekundær-

elektronbildet kan komme med under  $20-30 \text{ \AA}$ .

(6)

## Oppgave 2 c



Prinsippshisse av röntgenfluorescenspektrometer

Röntgenstråling fra et røntgenrør (1) treffer et område på prøven (2). Primærstrålingen er gjerne intens over et stort bølgelengdeområde (K-anode).

Ved fluorescens genereres det i prøven röntgenstråling

som er karakteristisk for elementene i prøven.

En del av denne fluorescensstrålingen passerer kollimatoren (3). Ved diffraksjon fra analysekristallen (4) vil en del av strålingen avbøyes i overensstemmelse med Braggs ligning  $2d \sin \theta = \lambda$

der  $d$  er nettplanavstanden i (4) og  $\lambda$  er bølgelengden. Den diffrakterte strålingen treffer detektoren (6) etter å ha passert kollimatoren (5).

Ved å endre avbøyingsvinkelen  $2\theta$  endrer vi den verdi av  $\lambda$  som oppfyller Braggs ligning. Vi kan dermed måle intensiteten som funksjon av bølgelengde, og dermed også få et mål på massefraksjonen av hvert element når vi sammenligner intensitetsmålingene med målinger på standardpreparater.

I stedet for kuglespektrometer kan vi bruke et energidispersivt spektrometer. (3), (4), (5) og (6) erstattes da av en energidispersiv detektor (vanligvis en halvlederdetektor avkjølt med flytende  $N_2$ ) som registrerer alle bølgelengder samtidig og analyserer hele røntgenspektret i en såkalt mangekanal-analyzator.

Oppgave 2d) Absorpsjon av røntgenstråling skyldes både røntgenspredning og fotoelektrisk absorpsjon, og absorpsjonen minsker med minskende bølgelengde, dvs med økende energi, for strålingen.  $\frac{\mu}{\rho} \propto \lambda^{-n}$  mellom absorpsjonskanten, der  $n$  for de fleste elementer og bølgelengdeområder ligger mellom 2.5 og 3. Når energien av strålingen blir stor nok, dvs når bølgelengden blir liten nok, til å kunne ionisere et atomnivå, dvs til å kunne løfte et elektron opp til et ytre, ledig nivå, vil et kvantemekanisk resonansfenomen inntre.

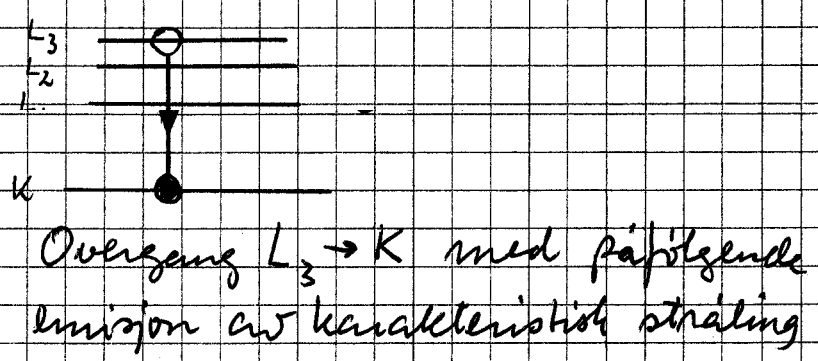
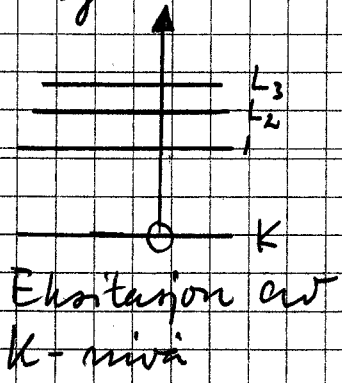


Den fotoelektriske absorpsjonen vil da stige brått for så å falle igjen dersom strålingsenergien økes ytterligere.

Dette spranget i absorpsjonskoeffisienten kalles absorpsjonskant. Slike kantar finnes for hvert atomnivå som kan ioniseres.

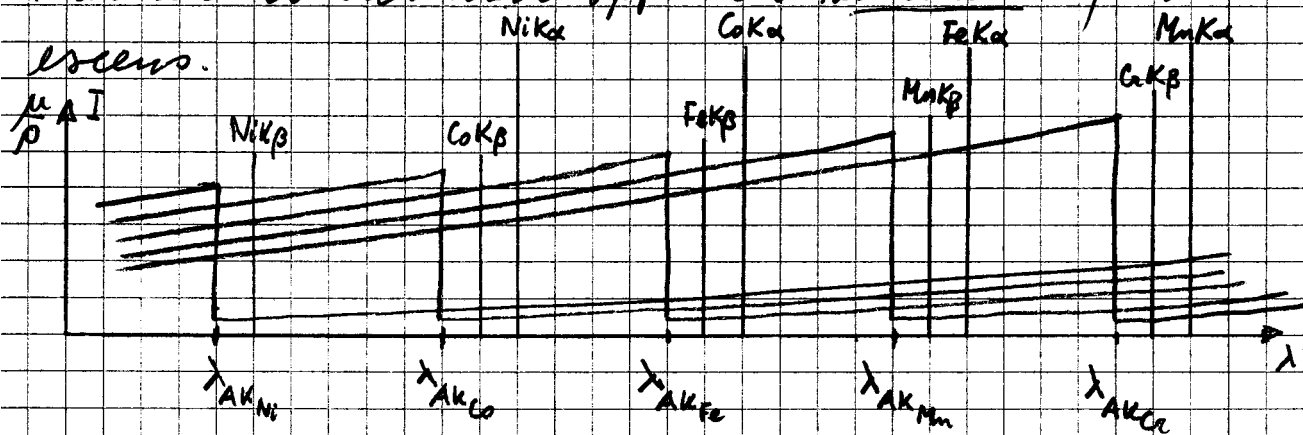


Når et indre atomniveau er ioniseret, vil som kan ske både ved indsending af røntgenstråling og ved indsending af elektroner, vil elektroner fra højere liggende, besatte, niveauer "falle ned" til de ledige, indre, niveauer, og energidifferansen kan afgives som røntgenstråling eller som Auger-elektroner. Energien af den afgivne røntgenstrålingen repræsenterer energidifferensen mellem de to diskrete atomniveauer og afgivet stråling har derfor bestemte bølgelængder karakteristiske for atomet. Ettersom ioniseringen af det indre niveau kræver at elektronet derfra bles løftet ud til et ledigt ydre niveau, mens det påfølgende "nedfaldet" til det indre niveau sker fra et allerede besat niveau, må energien for ioniseringen, dvs. energien for absorptionskanten, være større end energidifferensen for de to niveauer involveret i "nedfaldet". Bølgelængden for absorptionskanten må derfor være mindre end den tilsvarende bølgelængden for en karakteristisk røntgenemisjonslinje.



## Oppgave 2 e)

Indre atomnivåer kan ioniseres ved absorpsjon av innkommende røntgenstråling, og den påfølgende emisjonen av karakteristisk stråling sies da å ha skjedd ved fluorescens. Men hvis materialet består av flere elementer, f. eks. A, B og C, der karakteristiske bølglengder fra element A er mindre enn bølglengden for en absorpsjonskant for element B, vil A-strålingen ionisere B-atomer i tillegg til den ioniseringen som skjer på grunn av primærstrålingen. Emisjonen av karakteristisk B-stråling får da ytterligere intensitet. Vi sier da at det har oppstått sekundærfluorescens.



Vi ser at både  $\lambda_{NiK\beta}$  og  $\lambda_{NiK\alpha}$  ligger til venstre for  $\lambda_{AKFe}$ . Ni gir derfor kraftig sekundærfluorescenseffekt for Fe.  $\lambda_{CoK\beta}$  ligger også til venstre for  $\lambda_{AKFe}$ , og Co vil derfor gi en viss, men ikke så sterk, sekundærfluorescenseffekt for Fe. Mn og Cr vil derimot ikke kunne gi sekundærfluorescens av FeK-stråling.

## Oppgave 3

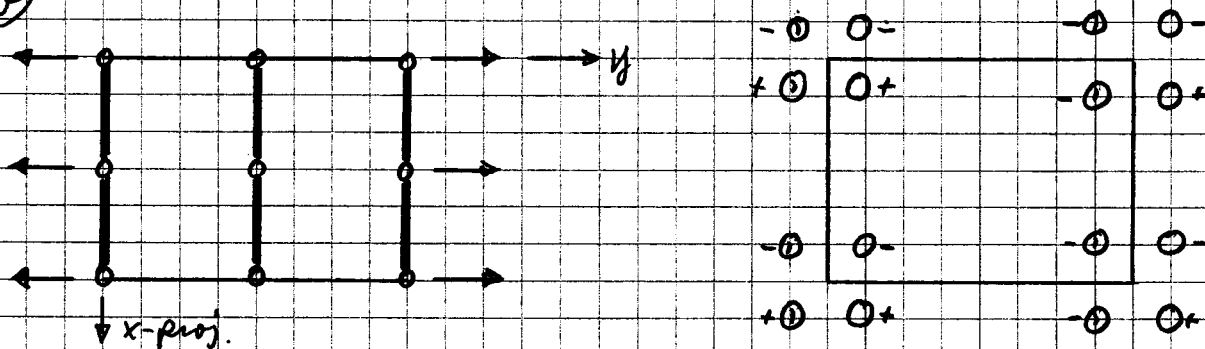
a)  $P \mid \frac{z}{m}$

P: Primitivt røngitter

 $\frac{z}{m}$ : Totaltlig rotasjonsakse normalt på et spillplan.

Rotasjonsaksen (og plan-normalen) er rettet langs cellens b-akse.

b)

Koordinatene for generelle, ekvivalente posisjoner blir  $x y z$ ,  $\bar{x} y \bar{z}$ ,  $x \bar{y} z$ ,  $\bar{x} \bar{y} \bar{z}$ 

c) En kombinasjon av prope og impropie akser gjennom et punkt kalles generelt for en punktgruppe

De mulige punktgruppene utledes ved å kombinere akser med forskjellige talligheter slik at akseloperasjonene er i gjensidig overensstemmelse (danner konsistente sett). Det er i prinsippet  $\infty$  mange punktgrupper. Det er to hovedtyper:

Klasser med en akse, og klasser med tre akser.

De eneste mulige typene av akserekombinasjoner er  $3 \times R$  eller  $2 \times I + R$ .

To akser av samme tallighet som er

Ekvivalente ved symmetri, må være enten begge R eller begge I.

Liketallig akse normalt på speilplan medfører symmetrisentrum.

Man må ta med den muligheten at en akse samtidig er rotasjonsakse (R) og inversjonsakse (I),

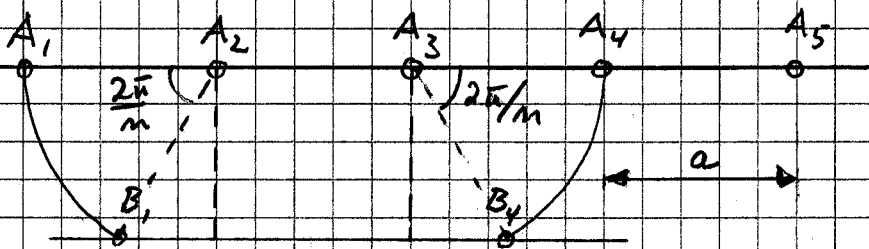
~~hvor R kun~~

enhver kombinasjon av to av symmetrielementene genererer det tredje.

### Oppgave 3 d,

Begrens vi aksetallighetene til 1, 2, 3, 4, 6,

der de tallighetene som er forenlige med translasjon i gitter, får vi 32 kristallografiske punktgrupper eller kristallklasser.



Figuren viser en gitterlinje med punkter  $A_1, A_2 \dots$  med identitetsavstand  $a$ . Dersom en  $n$ -tallig rotasjonsakse gjennom  $A_1$  er et tillatt symmetrielement, må den gjenta seg parallelt i alle gitterpunktene. En akse gjennom  $A_2$  vil overføre  $A_1$  til  $B_1$  ved rotasjonen  $\varphi = 2\pi/n$ . En invers transformasjon om akse gjennom  $A_3$  vil overføre  $A_4$  til  $B_4$ .  $B_1$  og  $B_4$  defineres

en ny gitterlinje identisk med den første. Avstanden  $B_1 B_2$  må være et helt antall identitetsperioder  $= m \cdot a$ .

Vi ser av figuren:

$$2 a \cos\left(\frac{2\pi}{m}\right) + a = m \cdot a$$

$$\cos\left(\frac{2\pi}{m}\right) = \frac{m-1}{2} = \frac{N}{2}$$

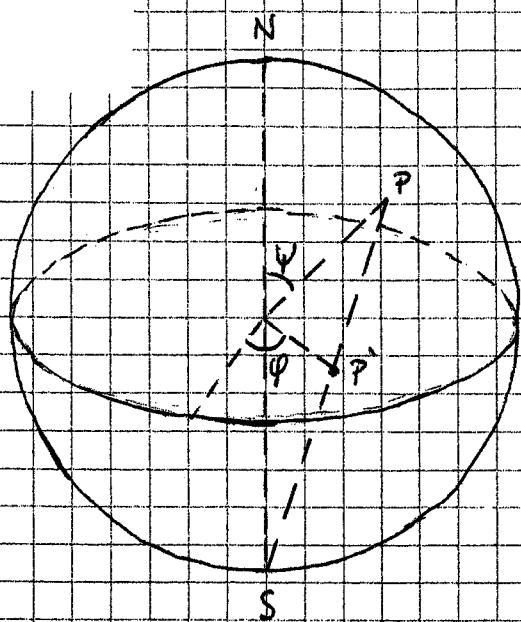
der  $N$  er et heltall.  $|\cos\left(\frac{2\pi}{m}\right)| \leq 1$

$N$  kan derfor bare ha verdier  $-2, -1, 0, 1, 2$

De tilhørende akseltallene  $m$  er

2, 3, 4, 6, 1

De samme begrensningene gjelder inverteringsaksler.



En krystall tenkes plassert i sentrum av en kule som er stor i forhold til krystallen. Vi trekker normalen til et krystallplan til den skjærer kuleen i polen  $P$ . Den stereografiske projeksjonen  $P'$  av  $P$  fremkommer ved at  $P$  projiseres ned i

ekvatorplanet langs linjen rett til mot  $S$ -polen for kuleen. Tilsvarende kan vi projisere polene av alle plan. Polen på den "nordlige" halvkule projiseres mot  $S$ , og representeres ved fylte sirkler. Polen på den "sydlige" halvkule projiseres langs linjen rett til mot  $N$ , og projeksjonspunktene markeres med åpne sirkler. I projeksjonen kan man lett avlese den azimutale vinkelen  $\varphi$ . Ved hjelp av spesielle kart (Wulff's net) kan man også avlese vinkelen  $\psi$  mellom plan-normalen og projeksjonsplanets normal, og også vinklene mellom plan-normalene.

I stedet for å representere krystallplan kan projeksjonen brukes til å representere symmetrielementene i en punktgruppe. Alle symmetrielementer i punktgruppen, dvs akser og symmetriplan, trekkes til skjæring med kuleflaten. Projiseringsmetoden er som beskrevet.

Linjer fra plan på kuleflaten vil komme igjen som linjer i projeksjonen. I projeksjonspunktene for aksene markeres disse med sine grafiske symboler. Konvensjonen er ellers at  $Z$ -aksen skal være hovedsymmetriakse, og rettet mot  $N$ -pol. Prosjeksjonsplanet blir da vinkelrett på  $Z$ -aksen.

Oppgave 4

$$a) \frac{I_{k\alpha}}{I_{k\beta}} = \frac{I_{0k\alpha} \cdot e^{-\left(\frac{\mu}{\rho}\right)_\alpha \cdot \rho \cdot t}}{I_{0k\beta} \cdot e^{-\left(\frac{\mu}{\rho}\right)_\beta \cdot \rho \cdot t}}$$

$$\ln\left(\frac{I_{k\alpha}}{I_{k\beta}}\right) = \ln\left(\frac{I_{0k\alpha}}{I_{0k\beta}}\right) + \rho t \left(\left(\frac{\mu}{\rho}\right)_\beta - \left(\frac{\mu}{\rho}\right)_\alpha\right)$$

$$t = \frac{\ln\left(\frac{I_{k\alpha}}{I_{k\beta}}\right) - \ln\left(\frac{I_{0k\alpha}}{I_{0k\beta}}\right)}{\rho \left(\left(\frac{\mu}{\rho}\right)_\beta - \left(\frac{\mu}{\rho}\right)_\alpha\right)} = \frac{\ln\left(\frac{450}{1}\right) - \ln\left(\frac{150}{20}\right)}{8,9 \cdot 10^3 (27,5 - 4,57)} \text{ m} = \underline{20 \mu\text{m}}$$

$$b) w_{La} = \frac{A_{La}}{A_{La} + 4A_{Ni} + A_{Si}} = \frac{138,9}{138,9 + 4 \cdot 58,7 + 28,1} = 0,3457$$

$$w_{Ni} = \frac{4 \cdot A_{Ni}}{A_{La} + 4A_{Ni} + A_{Si}} = \frac{4 \cdot 58,7}{138,9 + 4 \cdot 58,7 + 28,1} = 0,5844$$

$$w_{Si} = \frac{A_{Si}}{A_{La} + 4 \cdot A_{Ni} + A_{Si}} = \frac{28,1}{138,9 + 4 \cdot 58,7 + 28,1} = 0,0699$$

$$\frac{\mu}{\rho} = \sum_i \left(\frac{\mu}{\rho}\right)_i \cdot \rho_i = (341 \cdot 0,3457 + 45,7 \cdot 0,5844 + 60,6 \cdot 0,0699) \text{ cm}^2/\text{g} = 148,8 \text{ cm}^2/\text{g}$$

$$\frac{I}{I_0} = \exp\left(-\left(\frac{\mu}{\rho}\right) \rho \cdot t\right) = \exp\left(-148,8 \cdot 7,6 \cdot 10 \cdot 10^{-4}\right) = 0,322 \text{ } \underline{32,2\%}$$