

Laboratorium z Krystalochemii

2 godz.

Dyfraktometr rentgenowski PHYWE

Cel ćwiczenia: zapoznanie się z budową i obsługą dyfraktometru rentgenowskiego PHYWE.

Wstęp teoretyczny

Dyfrakcja rentgenowska jest techniką umożliwiającą badania wielu materiałów i substancji chemicznych w stanie stałym: metale, minerały, ceramiki, półprzewodniki itp.

W przemyśle i instytucjach naukowych, dyfrakcja rentgenowska stała się podstawową metodą badania, charakteryzowania i kontroli jakości materiałów.

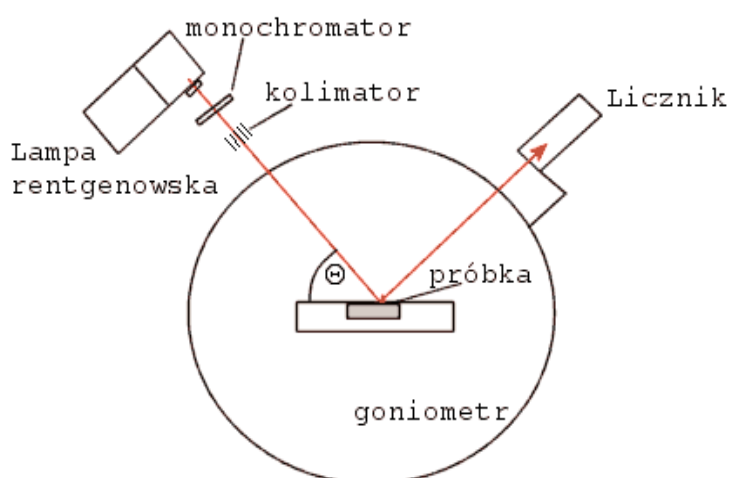
Budowa dyfraktometru

Dyfraktometr jest to przyrząd pomiarowy służący do analizy struktury substancji krystalicznych na podstawie ich obrazów dyfrakcyjnych. Dyfraktometr rejestruje kierunki (kąty odbłyśku) oraz natężenia ugiętych wiązek promieniowania. W zależności od użytego promieniowania dyfraktometry dzieli się na rentgenowskie (stosowane najczęściej), neutronów i elektronów [1].

Rozróżnia się dwa podstawowe rodzaje dyfraktometrów rentgenowskich:

- służące do badania monokryształów (jest to podstawowe narzędzie w rentgenografii strukturalnej)
- służące do badania ciał polikrystalicznych (proszków)

Współczesne dyfraktometry wyposaża się w komputer sterujący jego pracą oraz zbierający i przetwarzający uzyskane dane. Schemat budowy dyfraktometru przedstawiono na rys. 1.



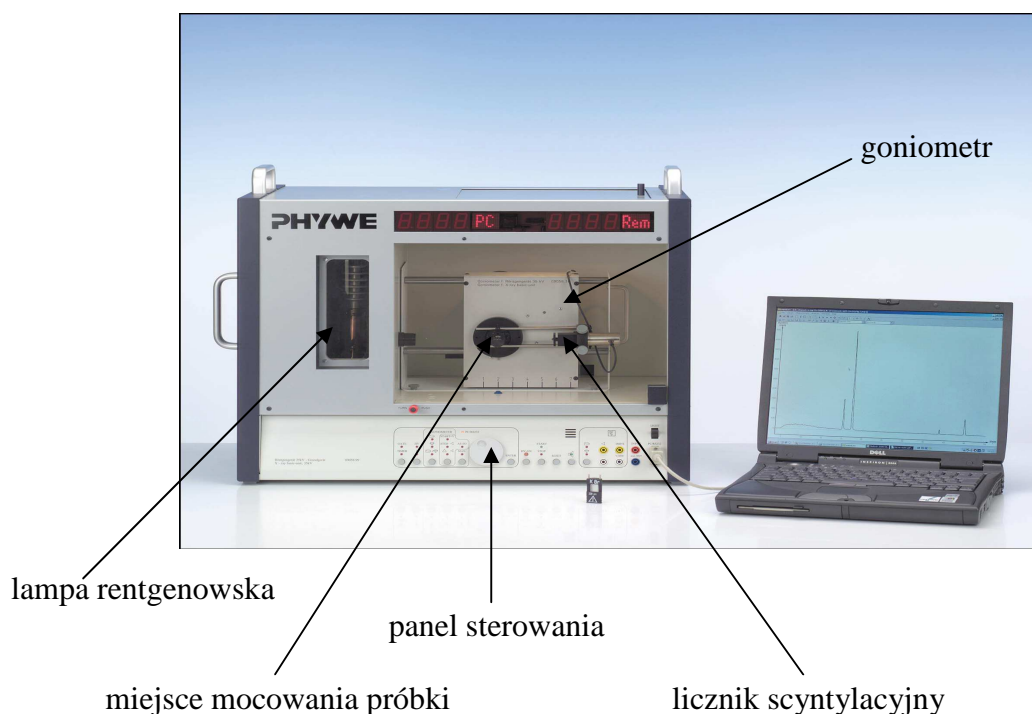
Rys.1. Schematyczny rysunek dyfraktometru rentgenowskiego.

Zasada działania dyfraktometru pokazanego na rys.1 polega na jednoczesnym zsynchronizowanym obrocie próbki o kąt θ i układu rejestrującego o kąt 2θ . Dla każdego położenia kąowego rejestrowany jest kąt 2θ oraz odpowiadające mu natężenie odbitego od próbki promieniowania [1].

Sprzęt i odczynniki: dyfraktometr PHYWE, kryształ KBr , komputer PC wraz z oprogramowaniem PHYWE Measure.

Wykonanie ćwiczenia:

Część I. Zapoznanie się z budową dyfraktometru.



Część II. Przygotowanie dyfraktometru do pracy.

1. Umocować przesłonę o grubości 1mm.
2. Umocować kryształ KBr.
3. Zablokować drzwi przesuwne i włączyć dyfraktometr przyciskiem umieszczonym na tylnej ścianie przyrządu.
4. Wprowadzić następujące parametry pracy dyfraktometru:
 - 4.1. Klawiszem HV-I wybrać funkcję HV i nastawić pokrętkiem wartość **10kV**, zatwierdzić klawiszem ENTER.
 - 4.2. Klawiszem HV-I wybrać funkcję I i nastawić pokrętkiem wartość **1mA** , zatwierdzić klawiszem ENTER.
 - 4.3. Przyciskiem GATE-TIMER wybrać funkcje TIMER i pokrętkiem ustawić żądany czas na 3min., zatwierdzić klawiszem ENTER.
 - 4.4. Przyciskiem GATE-TIMER wybrać funkcje GATE i pokrętkiem ustawić żądany krok na 2 s., zatwierdzić klawiszem ENTER.

5. Klawiszem HV-ON włączyć lampę rentgenowską.

Część III. Kalibracja goniometru.

Tryb ręczny

- 3.1. Wybrać przyciskiem symbol goniometru, a następnie przy użyciu pokrętła znaleźć maksimum natężenia linii. Potwierdzić klawiszem ENTER wyznaczone położenie goniometru.
- 3.2. Wybrać przyciskiem symbol kryształu, a następnie przy użyciu pokrętła znaleźć maksimum natężenia linii. Potwierdzić klawiszem ENTER wyznaczone położenie kryształu.
- 3.3. Wybrać przyciskiem tryb sprzężony (symbol kryształ + goniometr). W trybie sprzężonym obrót uchwyty próbki i uchwyty goniometru zachodzi w proporcji kątowej 2:1. Następnie przy użyciu pokrętła znaleźć maksimum natężenia linii. Potwierdzić klawiszem ENTER wyznaczone położenie kryształu i goniometru.

Tryb automatyczny

- 3.4. Klawiszem MAN-AUTO wybrać tryb AUTO.
- 3.5. Wybrać klawisz START i ustawić pokrętłem wartość kąta początkowego - 2° .
- 3.6. Wybrać klawisz STOP i ustawić pokrętłem wartość kąta końcowego - 80° .
- 3.7. Wybrać klawisz Δ i ustawić pokrętłem wartość kroku kątowego - 1° .
- 3.8. Klawiszem START-STOP rozpocząć pomiar.

Wszystkie parametry zatwierdzić klawiszem ENTER.

Część IV. Uruchamianie pomiaru za pomocą komputera.

- 4.1. Uruchomić program „PHYWE Measure” (ikona „m” – żółte na pulpicie komputera).
- 4.2. Wprowadzić następujące parametry pracy dyfraktometru:
 - a) napięcie anody – 15 kV
 - b) prąd anody – 1 mA
 - c) czas naświetlania – 3 s
 - d) kąt początkowy - 2°
 - e) kąt końcowy - 65°
 - f) krok kątowy - 1°
- 4.3. Nacisnąć „dalej”, a następnie „start”.

Część V. Wylączenie dyfraktometru.

- 5.1. Wylączyć lampę rentgenowską klawiszem HV-ON.
- 5.2. Wylączyć przycisk z tyłu dyfraktometru.

Literatura

1. Z. Bojarski, E. Łągiewka, „Rentgenowska analiza strukturalna”, PWN Warszawa 1988.