

Laboratorium z Krystalochemii

2 godz.

**Monochromatyzacja promieniowania
molibdenowej lampy rentgenowskiej**

Cel ćwiczenia: Rejestracja widma molibdenowej lampy rentgenowskiej przy zastosowaniu folii cyrkonowej jako monochromatora oraz kryształów KBr i LiF jako analizatorów.

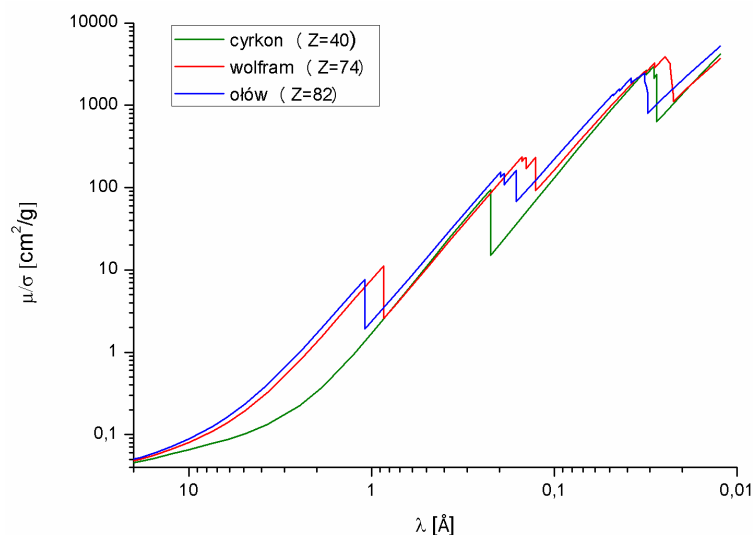
Wstęp teoretyczny

Lampa rentgenowska, będąca źródłem promieniowania rentgenowskiego, generuje promieniowanie polichromatyczne (widmo ciągłe, na które jest nałożone widmo charakterystyczne). Ponieważ w badaniach strukturalnych promieniowanie rentgenowskie powinno mieć ściśle określoną długość fali, stąd konieczna jest jego monochromatyzacja. Monochromatyzacja promieniowania rentgenowskiego polega na selekcji określonej długości fali i dokonuje się jej na dwa sposoby:

- ❖ przez użycie filtrów (monochromatyzacja przez absorpcję)
- ❖ przez zastosowanie kryształów – monochromatorów (monochromatyzacja przez odbicie kryształów)

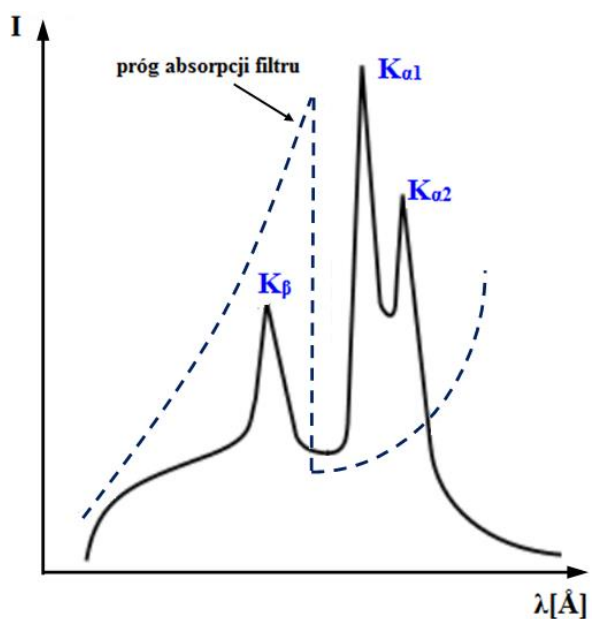
❖ **Monochromatyzacja przez absorpcję**

W metodzie tej stosuje się filtry, czyli cienkie folie metalowe lub sprasowane płytki tlenków metali, które umieszcza się na drodze promieniowania rentgenowskiego, pomiędzy źródłem promieniowania a badanym kryształem. Działanie filtrów opiera się na wykorzystaniu tzw. progów absorpcji promieniowania rentgenowskiego w materii. Odpowiadają one gwałtownemu zwiększeniu absorpcji związanemu ze zużyciem energii fotonu promieniowania na wybicie elektronu z poziomu energetycznego K, L, M atomu absorbenta, pokonanie pracy wyjścia oraz nadanie mu energii kinetycznej (Rys. 1)



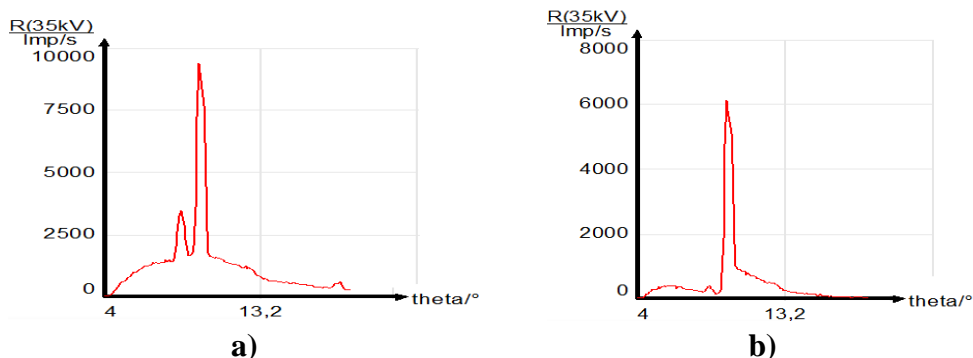
Rys. 1. Zależność masowego współczynnika osłabienia promieni X od długości fali padającego promieniowania rentgenowskiego.

Aby uzyskać promieniowanie serii K_{α} , filtr dobiera się tak, aby jego próg absorpcji leżał pomiędzy liniami K_{β} i K_{α} (Rys. 2).



Rys. 2. Zasada działania filtra stosowanego do monochromatyzacji promieniowania rentgenowskiego.

Wówczas ma miejsce silna absorpcja promieniowania K_{β} i w konsekwencji linia ta ulega znacznemu osłabieniu. Osłabieniu ulega także widmo ciągłe (Rys. 3).



Rys. 3. Wykres intensywności promieniowania rentgenowskiej lampy molibdenowej w funkcji kąta odbłyску (θ) dla kryształu LiF a) bez folii cyrkonowej oraz b) z folią cyrkonową. Widma zostały wykonane przy zastosowaniu dyfraktometru PHYWE.

Jak pokazano na Rys. 3, zastosowanie filtrów nie prowadzi do całkowitego usunięcia linii K_{β} i widma ciągłego. Poprzez dobór grubości filtra można jedynie uzyskać określony stosunek osłabienia promieniowania K_{β} do K_{α} . W Tabeli 1 zostały podane najczęściej stosowane filtry, zastosowanie których prowadzi do obniżenia stosunku natężeń $K_{\beta} : K_{\alpha}$ z wartości 1:5 (obserwowanego w przypadku bez filtra) do 1: 600.

Tabela 1. Długości fal głównych linii serii K dla wybranych pierwiastków oraz filtry absorpcyjne.

Anoda	Z	Długość fali [Å]			Material filtru	Z	Grubość filtru z folii [nm]
		$K_{\alpha 1}$	$K_{\alpha 2}$	K_{β}			
Cr	24	2.29351	2.22896	2.08480	V	23	0.016
Fe	26	1.93991	1.93597	1.75653	Mn	25	0.016
Co	27	1.79278	1.78892	1.62075	Fe	26	0.018
Cu	29	1.54433	1.54051	1.39217	Ni	28	0.021
Mo	42	0.71354	0.70926	0.63225	Zr	40	0.108

Do rozdzielenia $K_{\alpha 1}$ i $K_{\alpha 2}$ wchodzących w skład serii K_{α} można zastosować drugi filtr, którego próg absorpcji powinien leżeć pomiędzy $K_{\alpha 1}$ i $K_{\alpha 2}$. Jednakże ze względu na duże straty w natężeniu promieniowania w tym procesie, z reguły stosuje się jednokrotną monochromatyzację.

❖ Monochromatyzacja przez odbicie kryształów

W metodzie tej wykorzystuje się zjawisko dyfrakcji na sieci krystalicznej. Gdy promieniowanie rentgenowskie pada pod określonym kątem θ w stosunku do pewnej rodziny płaszczyzn sieciowych, to w wiązce odbitej pod tym samym kątem θ , wskutek wzmocnienia interferencyjnego pozostaną fale o długościach λ spełniających równanie Bragga.

Jako kryształy-monochromatory do monochromatyzacji promieniowania rentgenowskiego stosuje się najczęściej german, fluorek litu, grafit.

Sprzęt i odczynniki: dyfraktometr PHYWE z lampą molibdenową, komputer PC wraz z oprogramowaniem PHYWE Measure, kryształ KBr i LiF, folia cyrkonowa

Wykonanie ćwiczenia:

Część I. Przygotowanie dyfraktometru do pracy.

- 1.1. Zamocować przesłonę zawierającą folię cyrkonową na wyjściu promieniowania X.
- 1.2. Ustawić goniometr w pozycji 4.
- 1.3. Zamocować kryształ KBr lub LiF w komorze eksperymentalnej.
- 1.4. Komputerowo ustawić parametry pracy dyfraktometru. Wprowadzić następujące dane do programu „Measure”:

KBr	LiF
napięcie anodowe – 35 kV prąd anodowy – 1mA czas zliczania – 2s krok początkowy – 0.1° kąt początkowy – 3° kąt końcowy – 30°	napięcie anodowe – 35 kV prąd anodowy – 1mA czas zliczania – 2s krok początkowy – 0.1° kąt początkowy – 4° kąt końcowy – 65°

Część II. Rejestracja widma KBr.

- 2.1. Nacisnąć klawisz „continue” i rozpocząć pomiar.
- 2.2. Zarejestrować widmo (zmierzyć zależności i intensywności promieniowania X od kąta Bragga w zadanym przedziale kąta θ).
- 2.3. Po zarejestrowaniu widma, nacisnąć „stop measurement”, a następnie zapisać w pamięci komputera.

Część III. Obróbka danych.

- 3.1. Porównać widma KBr zarejestrowane z użyciem folii cyrkonowej oraz bez folii.
- 3.2. Sformułować i zapisać wnioski.

Część IV. Zadania do rozwiązania.

1. Monokryształ krzemu, wycięty równoległe do płaszczyzn (111) o $d_{111}=5.53\text{Å}$, jest stosowany jako monochromator promieniowania rentgenowskiego. Pod jakim kątem należy ustawić płaszczyznę monochromatora względem wiązki wychodzącej z lampy o anodzie wykonanej z a) molibdenu, b) chromu, c) miedzi, aby otrzymać promieniowanie K_{α} .
2. Monokryształy germanu mogą być stosowane jako monochromatory promieniowania rentgenowskiego. Pod jakim kątem należy ustawić płaszczyznę monochromatora względem wiązki wychodzącej z lampy o anodzie wykonanej z miedzi, aby otrzymać promieniowanie K_{α} . German krystalizuje w układzie regularnym, stała sieciowa wynosi $a_0=5.66\text{Å}$, a kryształ został zorientowany równoległe do płaszczyzn (111).
3. Wyznaczyć odległość między płaszczyznami (111), wiedząc, że promieniowanie rentgenowskie o długości fali $\lambda = 1.79\text{Å}$ daje refleks drugiego rzędu pod kątem $\theta = 65^\circ$.

4. Ile maksymalnie rzędów refleksów dadzą płaszczyzny (001) o odległości $d_{001} = 4.25 \text{ \AA}$. Długość fali promieniowania rentgenowskiego $\lambda = 1.54 \text{ \AA}$.
5. Znaleźć długość promieniowania rentgenowskiego, jeżeli pod kątem odbłyску $31^{\circ}32'$ uzyskuje się refleks czwartego rzędu od płaszczyzn (001). Odległość między płaszczyznami w kryształe NaCl wynosi 5.628 \AA .
6. Promieniowanie rentgenowskie $\lambda_1 = 2.29 \text{ \AA}$ i $\lambda_2 = 0.71 \text{ \AA}$ pada na polikrystaliczne srebro, którego jedna z płaszczyzn ma $d_{hkl} = 2.36 \text{ \AA}$. Obliczyć kąty θ , pod którymi powstaną refleksy pierwszego rzędu pochodzące od tych płaszczyzn. Jaki stąd wniosek?
7. Jakie najmniejsze odległości międzypłaszczyznowe można zarejestrować, stosując promieniowanie rentgenowskie $\lambda_1 = 1.932 \text{ \AA}$ i $\lambda_2 = 0.55 \text{ \AA}$. Jaki stąd wniosek?
8. Na polikrystaliczny preparat, złożony z kryształitów mających jedną z płaszczyzn $d_{hkl} = 2.02 \text{ \AA}$, pada wiązka promieni rentgenowskich składająca się z fal $\lambda_1 = 2.293 \text{ \AA}$ i $\lambda_2 = 0.713 \text{ \AA}$. Jaką maksymalną liczbę refleksów uzyska się od tych płaszczyzn?

Literatura.

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