

## Laboratorium z Krystalochemii

2 godz.

### **Monochromatyzacja promieniowania miedziowej lampy rentgenowskiej**

*Cel ćwiczenia:* Rejestracja widma miedziowej lampy rentgenowskiej przy zastosowaniu folii niklowej jako monochromatora oraz kryształów KBr i LiF jako analizatorów.

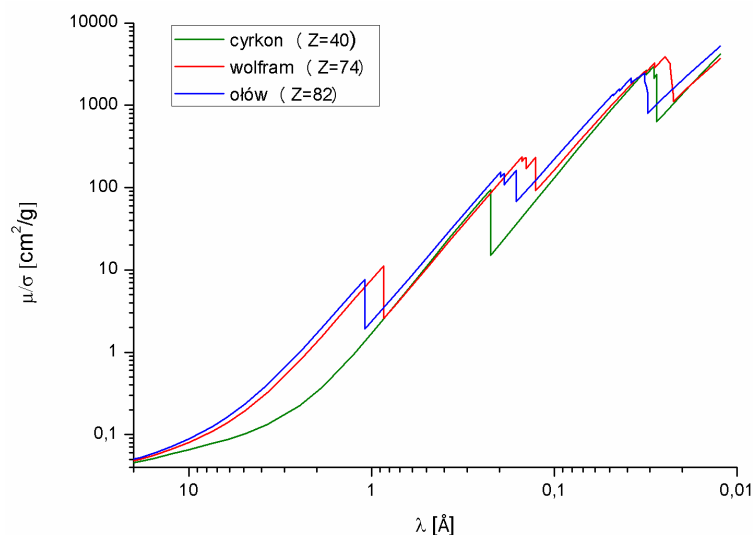
#### ***Wstęp teoretyczny***

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)

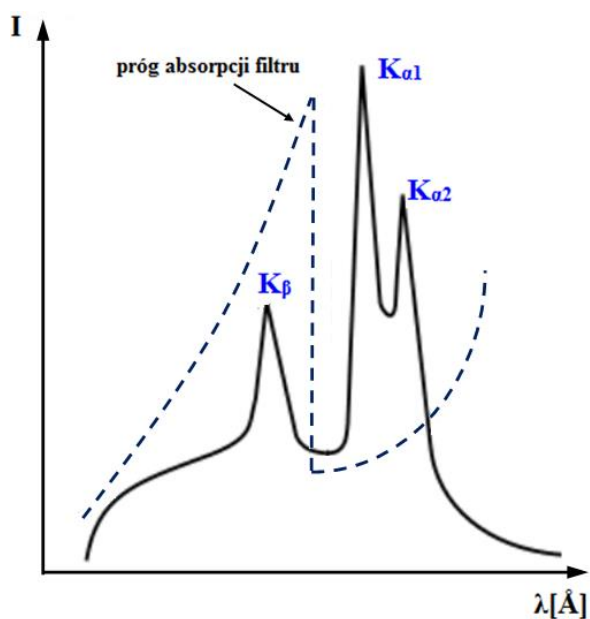
#### **❖ Monochromatyzacja przez absorpcję**

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)



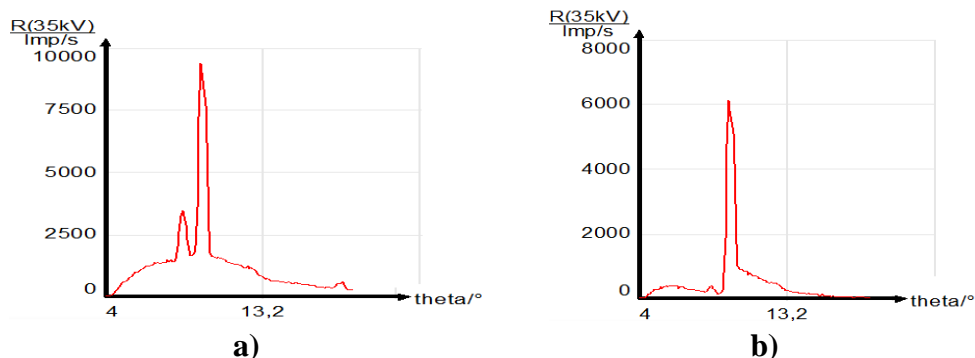
**Rys. 1.** Zależność masowego współczynnika osłabienia promieni X od długości fali padającego promieniowania rentgenowskiego.

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



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

Wówczas ma miejsce silna absorpcja promieniowania  $K_{\beta}$  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 ( $\theta$ ) 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  $K_{\beta}$  i widma ciągłego. Poprzez dobór grubości filtra można jedynie uzyskać określony stosunek osłabienia promieniowania  $K_{\beta}$  do  $K_{\alpha}$ . 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]
		$K_{\alpha 1}$	$K_{\alpha 2}$	$K_{\beta}$			
<b>Cr</b>	24	2.29351	2.22896	2.08480	<b>V</b>	23	0.016
<b>Fe</b>	26	1.93991	1.93597	1.75653	<b>Mn</b>	25	0.016
<b>Co</b>	27	1.79278	1.78892	1.62075	<b>Fe</b>	26	0.018
<b>Cu</b>	29	1.54433	1.54051	1.39217	<b>Ni</b>	28	0.021
<b>Mo</b>	42	0.71354	0.70926	0.63225	<b>Zr</b>	40	0.108

Do rozdzielenia  $K_{\alpha 1}$  i  $K_{\alpha 2}$  wchodzących w skład serii  $K_{\alpha}$  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  $\theta$  w stosunku do pewnej rodziny płaszczyzn sieciowych, to w wiązce odbitej pod tym samym kątem  $\theta$ , wskutek wzmocnienia interferencyjnego pozostaną fale o długościach  $\lambda$  spełniających równanie Bragga.

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

*Sprzęt i odczynniki:* dyfraktometr PHYWE z lampą miedziową, komputer PC wraz z oprogramowaniem PHYWE Measure, kryształ KBr i LiF, folia niklowa

### Wykonanie ćwiczenia:

#### **Część I. Przygotowanie dyfraktometru do pracy.**

- 1.1. Zamocować przesłonę zawierającą folię niklową 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”:

<b>KBr</b>	<b>LiF</b>
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  $\theta$ ).
- 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 niklowej oraz bez folii.
- 3.2. Sformułować i zapisać wnioski.

#### **Część IV. Zadania do rozwiązania.**

1. Monokryształ krzemu, wycięty równolegle 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  $K_{\alpha}$ .
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  $K_{\alpha}$ . German krystalizuje w układzie regularnym, stała sieciowa wynosi  $a_0=5.66\text{Å}$ , a kryształ został zorientowany równolegle 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 kryształach NaCl wynosi  $5.628 \text{ \AA}$ .
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  $\theta$ , 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.