

## Laboratorium z Krystalochemii

2 godz.

### Zbadanie zależności intensywności linii $K_{\alpha}$ i $K_{\beta}$ promieniowania charakterystycznego X emitowanego przez anodę molibdenową oraz anodę miedziową w zależności od napięcia i natężenia anody.

**Cel ćwiczenia:** Zbadanie zależności intensywności linii  $K_{\alpha}$  i  $K_{\beta}$  promieniowania charakterystycznego X emitowanego przez anodę molibdenową w zależności od napięcia i natężenia anody przy użyciu monokryształu LiF jako analizatora

#### **Wstęp teoretyczny:**

Widmo charakterystyczne składa się z linii  $K_{\alpha}$  i  $K_{\beta}$ . Intensywność  $I_K$  promieniowania wynika z prawa Langmuira i opisana jest zależnością:

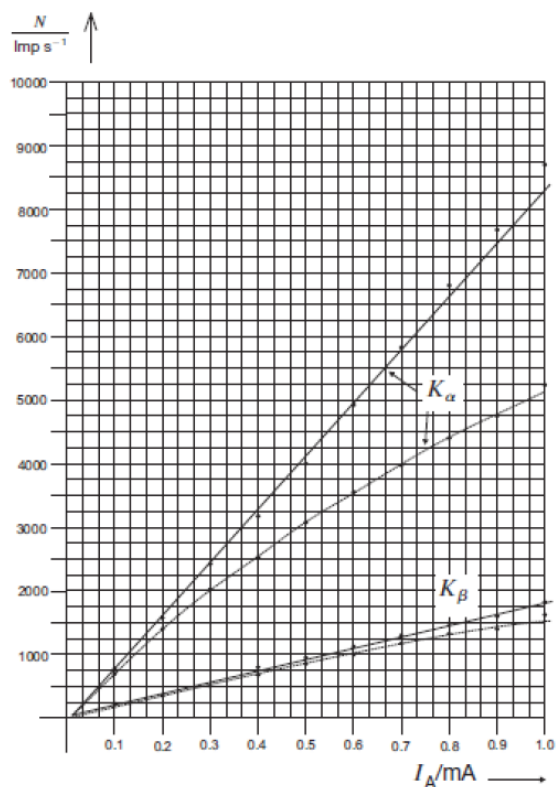
$$I_K = BI_A(U_A - U_K)^n \quad (1)$$

Gdzie  $B$  jest stałą zależną od geometrii i materiału elektrod,  $I_A$  – prąd anodowy,  $U_A$  – napięcie anodowe, a  $U_K$  jest potencjałem jonizacyjnym poziomu (powłoki) K, wykładnik potęgowy ma wartość 1.5. Głębokość wnikania zjonizowanych elektronów, a tym samym głębokość generacji promieniowania X są ograniczone, tak więc ograniczone jest także stosowanie równania (1).

Rysunek 1 przedstawia przykładową zależność ilości zliczeń  $N$  od prądu anodowego  $I_A$  przy stałym napięciu anodowym dla linii  $K_{\alpha}$  i  $K_{\beta}$ . Linie przerywane przedstawiają zmierzone zależności. Jak widać kształt tych linii odbiega od liniowego. W rzeczywistości licznik charakteryzuje się tzw. martwym czasem, który powoduje, że właściwa ilość zliczeń powinna być większa od zmierzonej. Rzeczywista ilość zliczeń  $N$  wyrażona jest poprzez zmierzoną ilość zliczeń  $N_0$  zależnością:

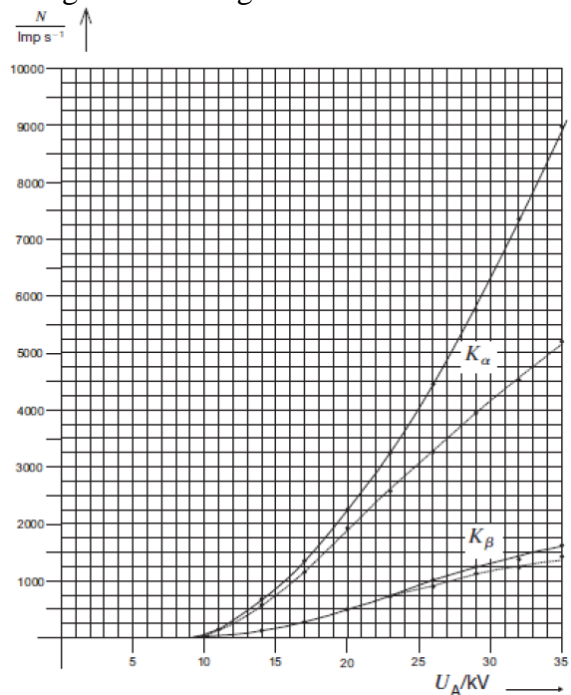
$$N = \frac{N_0}{1 - N_0} \quad (1)$$

gdzie  $\tau = 90\mu\text{s}$ . Zależności uwzględniające tzw. martwy czas detektora przedstawione są na rys.2 liniami ciągłymi.

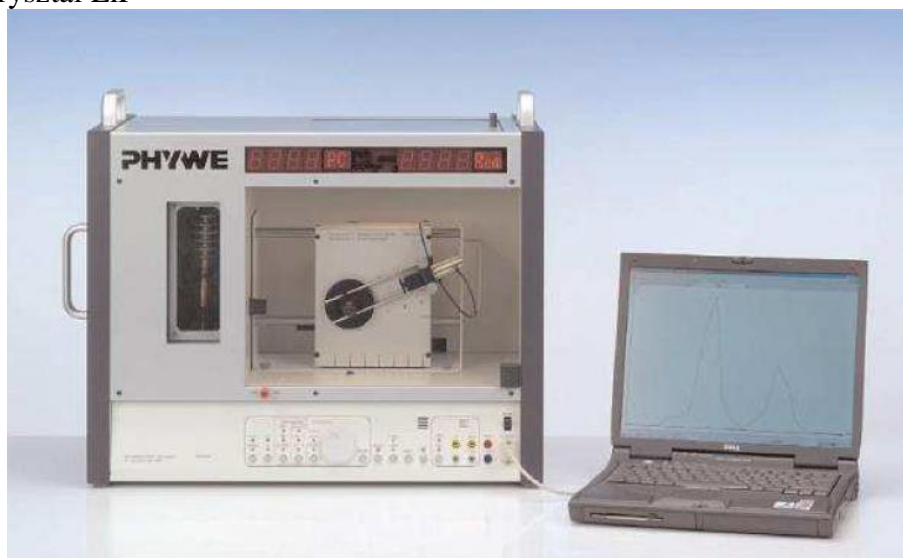


Rys.1. Intensywności linii  $K_{\alpha}$  i  $K_{\beta}$  w funkcji prądu anodowego przy stałym napięciu anodowym z uwzględnieniem (linie ciągłe) i bez uwzględnienia tzw. martwego czasu detektora.

Rysunek 2 również przedstawia przykładową zależność ilości zliczeń  $N$  od napięcia anodowego  $U_A$  ( $I_A = 1\text{mA} = \text{const}$ ). Linie przerywane przedstawiają zmierzone zależności i także kształt tych linii odbiega od liniowego.



*Sprzęt i odczynniki:* dyfraktometr PHYWE, komputer PC wraz z oprogramowaniem PHYWE Measure, kryształ LiF



### Wykonanie ćwiczenia:

#### **Część I. Rejestracja widma dla $n = 1$**

1. Zamocować przesłonę na wyjściu promieniowania X o grubości 1 mm.
2. Ustawić goniometr w pozycji 4.
3. Zamocować kryształ LiF w komorze eksperymentalnej.
4. Komputerowo ustawić parametry pracy dyfraktometru. Wprowadzić następujące dane do programu „Measure”:

anoda miedziowa		anoda molibdenowa	
napięcie anodowe	35kV	napięcie anodowe	35kV
prąd anodowy	1mA	prąd anodowy	1mA
czas zliczania	2s	czas zliczania	2s
krok kątowy	0.1°	krok kątowy	0.1°
kąt początkowy	10°	kąt początkowy	4°
kąt końcowy	35°	kąt końcowy	25°

#### **Część II. Pomiar intensywności $N$ promieniowania rentgenowskiego dla monokryształu analizującego LiF w zależności od prądu anodowego (przy stałym napięciu anodowym) i w zależności od napięcia anodowego (przy stałym prądzie anodowym).**

1. Odczytać z widma LiF zarejestrowanego w części I doświadczenia, wartości kątów  $\theta$  dla linii  $K_{\alpha}$  i  $K_{\beta}$  dla pierwszego rzędu dyfrakcji ( $n = 1$ ).
2. W oknie dialogowym programu *Measure* zaznaczyć następujące opcje:
  - zliczanie impulsów
  - stały kąt kryształu
3. Zmierzyć intensywności  $N$  promieniowania rentgenowskiego dla monokryształu LiF jako analizatora w zależności w zależności od napięcia anodowego (przy stałym prądzie anodowym) dla linii  $K_{\alpha}$ .
  3. 1. Wprowadzić następujące dane:
    - kąt kryształu – odczytana wartość maksimum kąta  $\theta$  dla linii  $K_{\alpha}$
    - kąt licznika – podwojona wartość kąta  $\theta$  dla linii  $K_{\alpha}$

- prąd anodowy (anode current) – 1mA
- czas zliczania ( gate time) – 2s
- krok kątowy ( angle step) – 0.1°

3.2. Zmieniać napięcie anody w zakresie 35–15kV. Zapisać ilość zliczeń na sekundę dla każdej wartości napięcia.

4. Zmierzyć intensywności  $N$  promieniowania rentgenowskiego dla monokryształu LiF w zależności od prądu anodowego (przy stałym napięciu anodowym).

4.1. Napięcie anodowe ustawić na 35 kV, a natężenie anody zmieniać w zakresie 1 - 0.1mA. Zapisać ilość zliczeń na sekundę dla każdej wartości natężenia.

5. Zmierzyć intensywności  $N$  promieniowania rentgenowskiego dla monokryształu LiF w zależności w zależności od napięcia anodowego (przy stałym prądzie anodowym) dla linii  $K_{\beta}$ .

5. 1. Wprowadzić następujące dane:

- kąt kryształu – odczytana wartość maksimum kąta  $\theta$  dla linii  $K_{\beta}$
- kąt licznika – podwojona wartość kąta  $\theta$  dla linii  $K_{\beta}$
- prąd anodowy (anode current) – 1mA
- czas zliczania ( gate time) – 2s
- krok kątowy ( angle step) – 0.1°

5.2. Zmieniać napięcie anody w zakresie 35-15kV. Zapisać ilość zliczeń na sekundę dla każdej wartości napięcia.

6. Zmierzyć intensywności  $N$  promieniowania rentgenowskiego dla monokryształu LiF w zależności od prądu anodowego (przy stałym napięciu anodowym).

6.1. Napięcie anodowe ustawić na 35 kV, a natężenie anody zmieniać w zakresie 1- 0.1mA. Zapisać ilość zliczeń na sekundę dla każdej wartości natężenia.

7. Dane pomiarowe przedstawić w postaci tabeli:

Intensywności linii  $K_{\alpha}$  i  $K_{\beta}$  w zależności od napięcia i natężenia anody.

$I_A = 1 \text{ mA}$			$U_A = 35 \text{ kV}$		
$U_A$	$N_{K_{\alpha}}$ [Imp/s]	$N_{K_{\beta}}$ [Imp/s]	$I_A$	$N_{K_{\alpha}}$ [Imp/s]	$N_{K_{\beta}}$ [Imp/s]

8. Wykreślić zależności  $N(I_A)$  i  $N(U_A)$

**Stale fizyczne**

Masa elektronu

$$m_e = 9.109 \cdot 10^{-31} \text{ kg}$$

Ładunek elementarny

$$e = 1.602 \cdot 10^{-19} \text{ C}$$

Stała Plancka

$$h = 6.6261 \cdot 10^{-34} \text{ Js} = 4.1357 \cdot 10^{-15} \text{ eVs}$$

Stała dielektryczna

$$\epsilon_0 = 8.8542 \cdot 10^{-12} \text{ N}^{-1} \text{ m}^{-2} \text{ C}^2$$

Prędkość światła

$$c = 2.9979 \cdot 10^8 \text{ m/s}$$

Odległość międzypłaszczyznowa dla LiF (100)

$$d = 2.014 \cdot 10^{-10} \text{ m}$$

### ***Część III. Zadania dodatkowe***

1. Promieniowanie rentgenowskie o długości  $\lambda = 0.7107 \text{ \AA}$  pada na kryształ chlorku miedzi(I), który wykazuje typ struktury blendy cynkowej (ZnS). Jego gęstość wynosi  $4.14 \text{ g/cm}^3$ , a masa molowa jest równa  $99.0 \text{ g/mol}$ . Oblicz kąt  $\theta$  pod którym powstanie refleks pierwszego rzędu pochodzący od płaszczyzn (111).

2. Obliczyć kąty pod jakimi uzyska się refleksy 111, 200, 220 i 222 jeżeli wiązka promieniowania rentgenowskiego o  $\lambda = 1.54056 \text{ \AA}$  pada na monokryształ AgCl. Związek ten wykazuje typ struktury NaCl, a jego gęstość wynosi  $5.816 \text{ g/cm}^3$ .

3. Obliczyć wartość kątów  $\theta$ , pod jakim uzyska się refleksy a) 100 b) 110 c) 111 d) 210 od kryształu CsCl należącego do układu regularnego, dla którego  $a_0 = 4.200 \text{ \AA}$ , jeżeli obraz dyfrakcyjny został zarejestrowany przy użyciu lampy miedziowej  $\lambda = 1.54056 \text{ \AA}$ .

4. Komórka elementarna kryształu PbO należącego do układu tetragonalnego ma wymiary  $a_0 = 3,986 \text{ \AA}$ ,  $c_0 = 5,011 \text{ \AA}$ . Obliczyć kąty pod jakimi uzyska się refleksy 101, 201, 211. 103, gdy długość fali promieniowania wynosi  $\lambda = 1.54056 \text{ \AA}$ .

5. Obliczyć wartość kątów  $\theta$ , pod jakim uzyska się refleksy a) 110 b) 111 c) 211 d) 112 od kryształu CaCl<sub>2</sub> należącego do układu rombowego, dla którego  $a_0 = 6.250 \text{ \AA}$ ,  $b_0 = 5.440 \text{ \AA}$ ,  $c_0 = 4.210 \text{ \AA}$ , jeżeli widmo dyfrakcyjne zostało zarejestrowane przy użyciu lampy miedziowej.

6. Komórka elementarna kryształu ZnS należącego do układu heksagonalnego ma wymiary  $a_0 = 3.811 \text{ \AA}$ ,  $c_0 = 6.234 \text{ \AA}$ . Obliczyć kąty pod jakimi uzyska się refleksy 100, 101, 103, 112, gdy długość fali promieniowania wynosi  $\lambda = 1.54056 \text{ \AA}$ .

### ***Literatura.***

1. K. Pigoń, Z. Ruziewicz, Chemia fizyczna, PWN Warszawa 1986.
2. D.Holiday, R.Resnick, J.Walker, Podstawy fizyki, PWN Warszawa 2007.
3. [www.phywe.de](http://www.phywe.de)