

Laboratorium z Krystalografii

2 godz.

Zbadanie zależności intensywności linii K_{α} i K_{β} promieniowania charakterystycznego X emitowanego przez anodę molibdenową oraz anodę miedziową w zależności od napięcia i natężenia anody.

Cel ćwiczenia: Zbadanie zależności intensywności linii K_{α} i K_{β} 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_{α} i K_{β} . Intensywność I_K promieniowania wynika z prawa Langmuira i opisana jest zależnością:

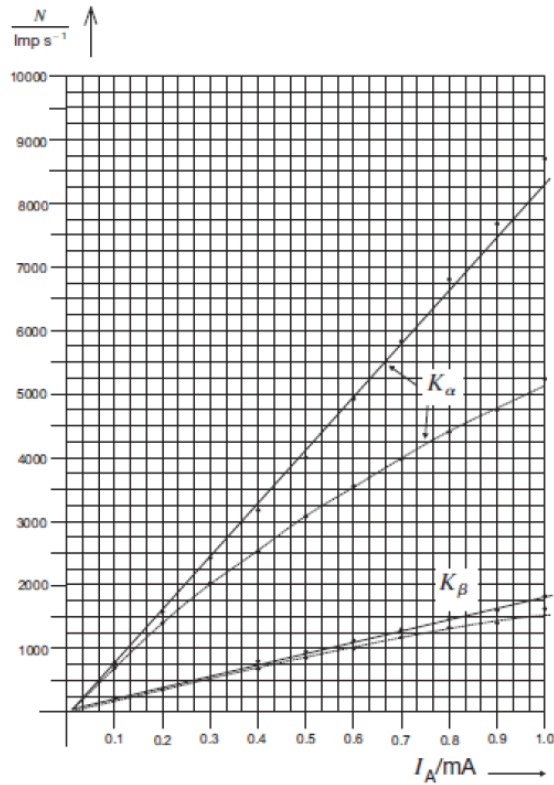
$$I_K = BI_A(U_A - U_K)^n \quad (1)$$

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_{α} i K_{β} . 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:

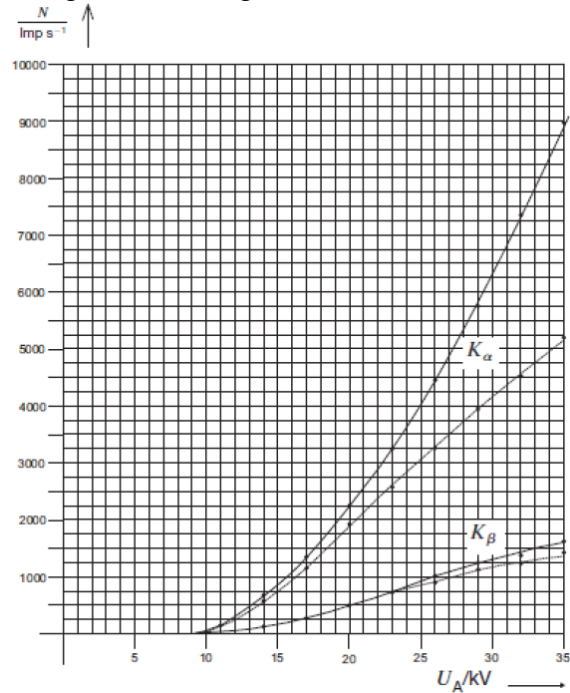
$$N = \frac{N_0}{1 - N_0} \quad (1)$$

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

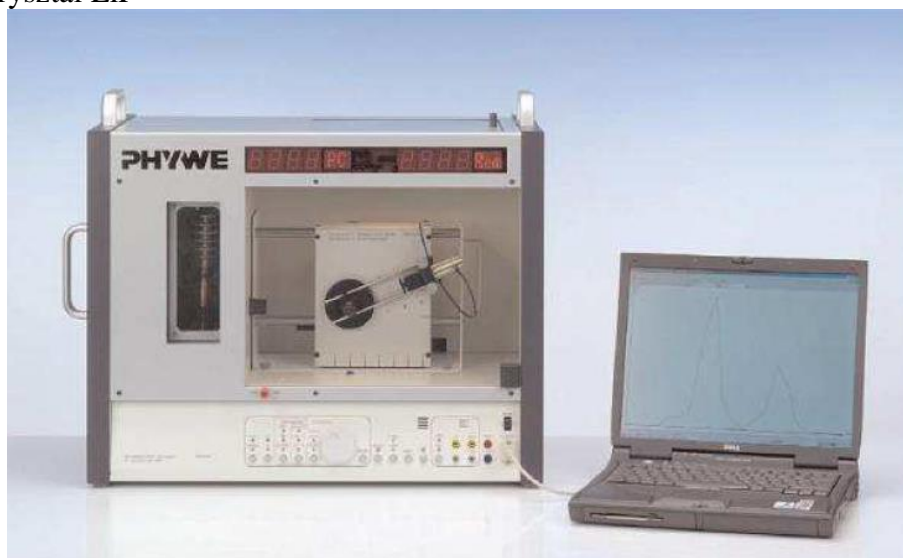


Rys.1. Intensywności linii K_α i K_β w funkcji prądu anodowego przy stałym napięciu anodowym z uwzględnieniem (linie ciągłe) i bez uwzględnienia tzw. martwego czasu detektora.

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 θ dla linii K_α i K_β 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_α .
 3. 1. Wprowadzić następujące dane:
 - kąt kryształu – odczytana wartość maksimum kąta θ dla linii K_α
 - kąt licznika – podwojona wartość kąta θ dla linii K_α

- prąd anodowy (anode current) – 1 mA
- czas zliczania (gate time) – 2 s
- 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_{β} .

5. 1. Wprowadzić następujące dane:

- kąt kryształu – odczytana wartość maksimum kąta θ dla linii K_{β}
- kąt licznika – podwojona wartość kąta θ dla linii K_{β}
- prąd anodowy (anode current) – 1 mA
- czas zliczania (gate time) – 2 s
- 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_{α} i K_{β} 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 g/cm^3 , a masa molowa jest równa 99.0 g/mol . Oblicz kąt θ 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 g/cm^3 .

3. Obliczyć wartość kątów θ , 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 θ , pod jakim uzyska się refleksy a) 110 b) 111 c) 211 d) 112 od kryształu CaCl₂ 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