

# Ćwiczenie: B6

## Tytuł ćwiczenia: Dyfrakcja promieniowania X i pomiar stałych sieci

---

### I. Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest zapoznanie studenta z rentgenowską metodą identyfikacji substancji krystalicznych w postaci proszku. W ćwiczeniu opartym na metodzie proszkowej Debye'a-Scherrera-Hulla wyznaczone są odległości międzypłaszczyznowe sieci krystalicznej, wskaźniki Millera, stała sieci badanego kryształu oraz określana jest symetria sieci krystalicznej.

### II. Zakres ćwiczenia (zadania do wykonania)

1. Sporządzenie debajogramu wybranej substancji układu regularnego.  
(przygotowanie proszkowej próbki, montaż kasety, naświetlenie i wywołanie kliszy).
2. Wyznaczenie parametrów struktury krystalicznej badanej substancji:
  - a) odległości międzypłaszczyznowych  $d_{hkl}$ ,
  - b) wskaźników Millera ( $hkl$ ) zidentyfikowanych płaszczyzn,
  - c) stałych sieci  $a$  (z pomocą funkcji ekstrapolacyjnych Taylora i Sinclaira [4])

### III. Zagadnienia do kolokwium

1. Powstawanie i natura promieni rentgenowskich.
2. Budowa i zasada działania lamp rentgenowskich.
3. Pochłanianie promieni X. Filtry.
4. Elementy krystalografii: układy krystalograficzne, parametry struktury krystalicznej.
5. Oddziaływanie promieni X z siecią krystaliczną, dyfrakcja w opisie Lauego, wzór Braggów.
6. Metody badania struktury kryształów: metoda Lauego, metoda obracanego monokryształu, metoda dyfraktometryczna, metoda Debye'a - Scherrera.

### IV. Opis urządzeń i przyrządów używanych w eksperymencie

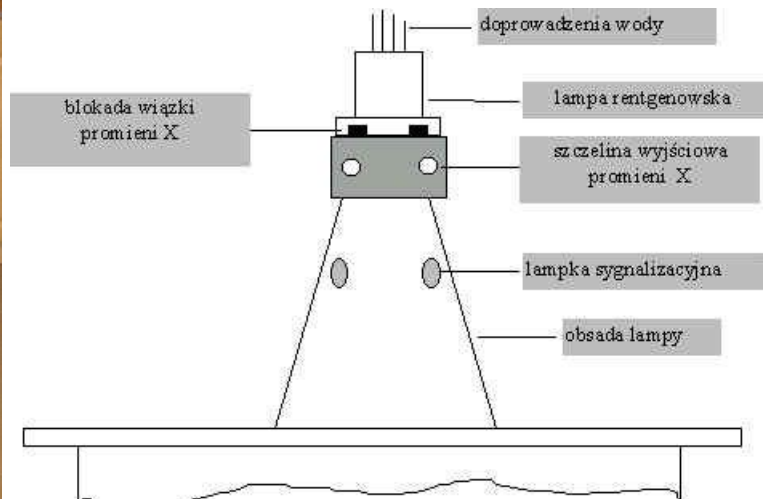
#### 1. Wyposażenie stanowiska pomiarowego.

Student przed wykonaniem ćwiczenia powinien zapoznać się z budową urządzeń i z ich obsługą. W skład aparatury wchodzi następujące urządzenia:

1. aparat rentgenowski z lampą rentgenowską, Rys. 1, Rys. 2
2. kasetę z kliszą i silnikiem (kamera pomiarowa), Rys. 3, Rys. 4
3. komparator i suwmiarka do dokładnego pomiaru odległości między prążkami na debajogramie
4. zestaw naczyń i roztworów do wywołania kliszy (dostępne w ciemni fotograficznej).

#### Aparat rentgenowski z lampą rentgenowską.

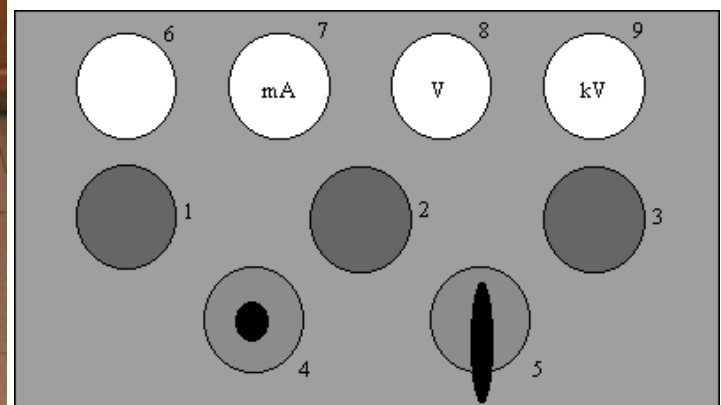
Lampa rentgenowska znajduje się wewnątrz aparatu rentgenowskiego i jest połączona z zasilaczem wysokonapięciowymi kablami. Część lampy rentgenowskiej z anodą wystaje ponad drewniany stolik roboczy aparatu rentgenowskiego i znajduje się w głowicy wyposażonej w cztery komplety przesłon i gniazd kamer pomiarowych (Rys. 1). W aparacie zamontowana jest lampa Cr emitująca promieniowanie ciągłe i charakterystyczne z liniami  $K_\alpha$  i  $K_\beta$ . Filtr wanadowy służy osłabieniu promieniowania ciągłego i linii  $K_\beta$ .



Rys. 1. Widok ogólny aparatu rentgenowskiego oraz schemat stołu roboczego aparatu.

Aparat rentgenowski podłączony jest do transformatora seperacyjnego (granatowa metalowa skrzynia po lewej stronie aparatu na Rys. 1), który połączony jest z filtrem przeciwzakłóceńowym (czarna plastikowa skrzyneczka z włącznikiem 0/1). Filtr ten podłączony jest do gniazda zasilania trójfazowego TL-1/04 poprzez przedłużacz.

Tablica sterująca zasilacza, Rys. 2, zawiera wyłącznik główny, przełącznik wysokiego napięcia, przełącznik regulacji wysokiego napięcia, regulator prądu anodowego, miernik prądu anodowego, miernik wysokiego napięcia oraz lampkę sygnalizacyjną pracy.



Rys. 2. Tablica sterująca zasilacza oraz schemat tablicy: 1 - regulator prądu anodowego lampy rentgenowskiej, 2 - wyłącznik i regulator napięcia zasilania (220 V), 3 - dokładny regulator wysokiego napięcia (WN), 4 - lampka sygnalizacyjna WN, 5 - skokowy regulator WN, 6 - wskaźnik przepływu wody chłodzącej, 7 - miliamperomierz (miernik natężenia prądu anodowego lampy), 8 - miernik napięcia zasilania (220 V), 9 - wskaźnik WN.

**Krótki opis aparatu rentgenowskiego:**

Aparat rentgenowski TUR M 60 służy do badania mikrostruktury metali i związków chemicznych w stanie stałym. Składa się z dwóch podzespołów: stołu roboczego z lampą rentgenowską oraz pulpitu sterowniczego.

Na stole roboczym (Rys. 1) zamontowana jest obsada lampy (głowica) w kształcie stożka z osadzoną wewnątrz czteroogniskową lampą rentgenowską. Od góry głowicy doprowadzone są przewody z wodą chłodzącą antykatodę lampy. Z boków głowicy wyprowadzone są cztery wiązki promieniowania rentgenowskiego (wiązki pierwotne). Na drodze każdej z tych wiązek rozmieszczone są cylindryczne przesłony, każda o średnicy 4 mm, które wycinają wąski strumień promieni rentgenowskich skierowany na szczelinę wejściową kamery Debye'a-Scherrera. Promienie X mogą wnikać do kamery tylko wtedy, gdy przesłona znajduje się w skrajnym górnym położeniu. Wyprowadzenie wiązki promieni X na zewnątrz sygnalizuje czerwona lampka umieszczona w głowicy pod daną przesłoną. Opuszczenie przesłony w skrajne dolne położenie powoduje odcięcie wiązki promieni X. W tym momencie gaśnie czerwona lampki sygnalizacyjna. Poniżej blatu stołu roboczego znajdują się gniazda sieciowe przeznaczone do zasilania silniczków zapewniających obrót badanej próbki umieszczonej w kamerze pomiarowej.

Pulpit sterowniczy (Rys. 2) posiada następujące urządzenia regulacji i kontroli:

- Wyłącznik zasilania sieciowego i regulator napięcia zasilania (2). Odczyt napięcia zasilania na woltomierzu (8).
- Przełącznik zakresów wysokiego napięcia (5) i regulator wysokiego napięcia (3). Po włączeniu wysokiego napięcia zapala się czerwona lampka sygnalizacyjna (4). Przybliżoną wartość wysokiego napięcia pokazuje wskaźnik (9).
- Regulator natężenia prądu na antykatodzie lampy rentgenowskiej (1). Odczyt wartości natężenia prądu anodowego na miliamperomierzu (7).

Pulpit sterowniczy posiada blokadę, która automatycznie wyłącza aparat, gdy ciśnienie wody chłodzącej spadnie poniżej wartości dopuszczalnej, gdy napięcie sieci zaniknie, lub spadnie poniżej 220 V. W momencie zadziałania blokady następuje wyłączenie wysokiego napięcia oraz uruchomienie sygnału dźwiękowego. Dla zabezpieczenia przed niepożądanymi zmianami napięcia sieci aparat wyposażony jest w ręczny regulator (2), za pomocą którego w każdej chwili można wyregulować napięcie zasilania na 220 V (czerwony trójkąt na skali woltomierza (8)).

Dodatkowe automatyczne kontakty blokujące umożliwiają włączenie generatora wysokiego napięcia tylko wtedy, gdy regulatory prądu anodowego i napięcia anodowego lampy są ustawione na minimum (skręcone w lewo do oporu).

Ustawienie wysokiego napięcia umożliwiają dwa przełączniki: regulacji skokowej (5) i regulacji ciągłej (3).

Przełącznik skokowy ma trzy położenia:

położenie 0 - wysokie napięcie wyłączone,

położenie 1 - regulacja wysokiego napięcia w granicach od 18 kV do 43 kV, odczyt na skali dolnej wskaźnika (9),

położenie 2 - regulacja wysokiego napięcia w granicach od 40 do 66 kV, odczyt na skali górnej wskaźnika (9).

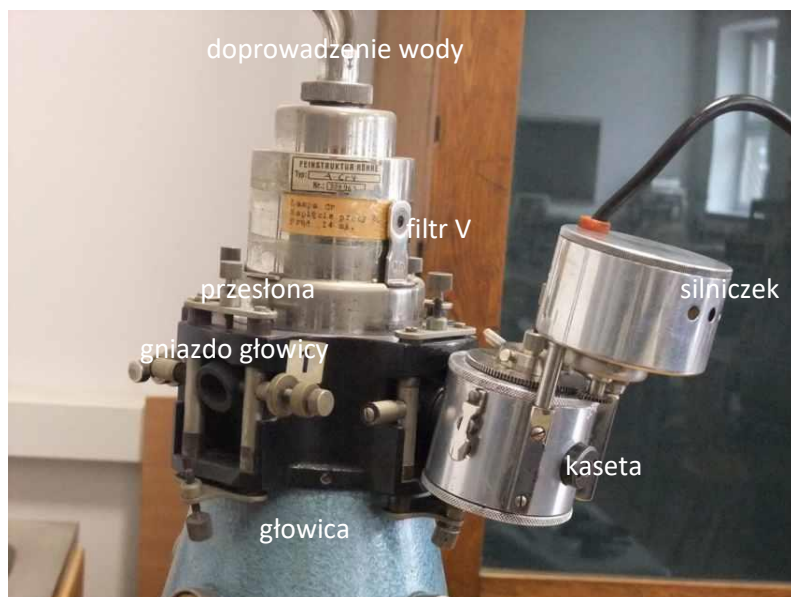
Wysokie napięcie ustawione na skali (9) zgadza się z napięciem rzeczywistym na anodzie lampy tylko wtedy, gdy nie jest ona obciążona (tj. gdy prąd anodowy lampy jest równy 0 mA). Napięcie na anodzie lampy obciążonej można wyznaczyć z wykresu podanego w oryginalnym opisie aparatu. W aparacie można montować lampy rentgenowskie o antykatodach wykonanych z różnych metali (Fe, Cu, W, Mo, Cr, Co). Stosowane tu lampy są czteroogniskowe, tzn. wysyłają jednocześnie cztery wiązki promieniowania rentgenowskiego przesunięte względem siebie o kąt 90°. Wiązki te są wyprowadzone przez okienka wykonane ze specjalnego szkła Lindemanna. Każda lampa posiada swoją charakterystykę, zależną od materiału antykatody oraz od wielkości napięcia i prądu anodowego. Obciążenie lampy powinno być dobrane zgodnie z odpowiednimi nomogramami, a prąd anodowy lampy nie może przekroczyć 14 mA.

W aparacie rentgenowskim używanym w eksperymencie zamontowana jest lampa Cr emitująca przez filtr V (Wanad) promieniowanie X o długości fali  $\lambda = 2.291 \text{ \AA}$  (linia  $K_{\alpha}$ ).

**Kaseta z kliszą (kamera Debye'a – Scherrera)**

Stosowana w ćwiczeniu kamera Debye'a - Scherrera składa się z zamkniętego cylindra o wysokości 50 mm i średnicy wewnętrznej 57,5 mm, (Rys. 3 i 4). Na wewnętrznej ściance kamery umieszcza się pasek światłoczułego filmu o długości ok. 180 mm z wyciętym otworem, przez który wpada promieniowanie X na próbkę (Rys. 5). Dla zapewnienia dobrego przylegania filmu do ścianki kamery jej pokrywy posiadają specjalne pierścienie dociskające.

Do kasety przymocowuje się silniczek obracający próbkę podczas naświetlania widoczny na Rys. 3.



Rys. 3. Kasetę z silniczek zamocowaną do głowicy aparatu.



Rys. 4. Widok kasety wewnątrz.  
1- kolimator, 2- uchwyt na kapilarę



Rys. 5 Debajogram - wywołany i utrwalony pasek światłoczułego filmu (mocowany wewnątrz kasety) ustawiony na papierowej podstawie. Widoczne są ciemne prążki dyfrakcyjne.

**Uwagi odnośnie do bezpieczeństwa pracy z aparatem rentgenowskim.**

Stosowany aparat rentgenowski został zaprojektowany tak, żeby był maksymalnie bezpieczny podczas obsługi. Mimo to należy przestrzegać następujących reguł:

1. W trakcie regulacji położenia kamery (ostrości plamki na ekranie fluoryzującym) należy ustawić się tak, żeby wychodząca wiązka promieni X nie padała na obserwatora.
2. Dopuszcza się co najwyżej ośmiogodzinną pracę danej osoby przy aparacie rentgenowskim. Osoba ta powinna przebywać w odległości większej niż 1 m od głowicy aparatu.
3. Wiązki pierwotne nie wykorzystywane w trakcie pomiarów powinny być zablokowane.
4. Wymianę lampy rentgenowskiej lub zmianę połączeń może dokonywać tylko opiekun ćwiczenia.

## V. Wykonanie ćwiczenia

(sposób postępowania, schematy blokowe, uwagi dotyczące obsługi aparatury i BHP)

### 1. Przygotowanie kaset (kamer Debaya-Scherrera).

Po wyjęciu kamery z czarnego pudełka należy zdjąć górną pokrywę naciskając jednocześnie dwie sprężynujące dźwignienki, a następnie wyjąć ekran fluoryzujący umieszczony w bocznym otworze kamery (naprzeciwko kolimatora). Ekran ten jest naniesiony na wewnętrzną powierzchnię płytki ze szkła ołowiowego o grubości równoważnej warstwie 1 mm Pb, co umożliwi bezpieczne oglądanie śladu padającej wiązki promieni X. Używając ręczników papierowych nasączonych acetonem oczyścić wnętrze kamery i obrotowy uchwyt w kształcie pręta zamocowany na osi górnej pokrywy kamery Debye'a-Scherrera (2 na Rys. 4). Uchwyt posiada rowek o głębokości ok. 3 mm. Jeżeli rowek jest za płytki (jest wtedy zanieczyszczony), należy go oczyścić ostrym brzegiem czystego papieru nasiąkniętego acetonem a następnie wypełnić apiezonem (smarem). Po tej czynności uchwyt obrotowy musi być suchy na zewnątrz (apiezon nie może znajdować się na zewnątrz uchwytów lecz w rowkach). Aby pokryć powierzchnię szklaną kapilary apiezonem na całej jej długości (10÷15 mm) należy nałożyć apiezon na plastikową łopatkę i przeciągnąć kapilarę ('przekłuć') przez apiezon. Następnie zamocować kapilary pokryte apiezonem w rowkach wypełnionym apiezonem tak, aby były osadzone wzdłuż osi obrotu. Na tak przygotowaną kapilarę można nanieść badany materiał.

### 2. Przygotowanie próbek.

Substancje używane w tym ćwiczeniu to sproszkowane metale (Fe, Cu), półprzewodniki (Si, Ge) i związki chemiczne (NaCl, MgO, KBr) o strukturze kubicznej. Badane substancje są sproszkowane i nie ma potrzeby rozdrabniania ich w moździerz (można rozcierać w moździerzu porcelanowym sól kamienną NaCl o ile jest gruboziarnista).

Należy wybrać sproszkowaną substancję (podaje prowadzący lub asystent techniczny). Przed przystąpieniem do naniesienia proszku na pokrytą apiezonem kapilarę należy mieć czyste ręce. Wysypać z pojemnika niewielką ilość badanego proszku (kryształków) na czystą serwetkę (filtrak). Używając palców rąk lub plastikowej łopatkę posypać dookoła kapilarę proszkiem na całej długości tak, aby jej grubość wynosiła ok. 1 mm. Po zakończeniu czynności nanoszenia proszku na kapilarę należy wsypać go do właściwego pojemnika, serwetkę wyrzucić do kosza oraz umyć ręce. Jeśli badane będą dwie substancje należy przygotować drugą kamerę i powtórzyć czynności dla drugiej badanej próbki.

### 3. Centrowanie (justowanie) zamocowanych kapilar z proszkiem.

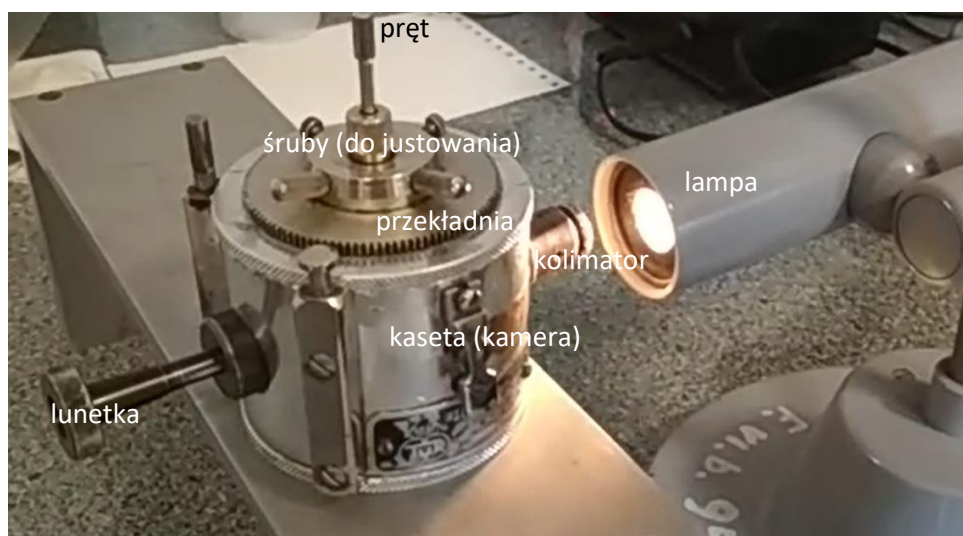
Należy sprawdzić wizualnie, czy kapilara umieszczona w górnej pokrywie kasety nie jest skrzywiona i leży w osi obrotu uchwytu próbki.

Dokładne położenie próbki należy sprawdzić patrząc przez kolimator po umieszczeniu kamery na stoliku metalowym i skierowaniu światła lampki mikroskopowej w otwór ekranu fluoryzującego (ekran fluoryzujący pozostaje wyjęty), Rys. 6. Lampę mikroskopową włączamy przyciskiem ON na zasilaczu AC lampy. W przypadku gdy nie widać światła lampki to oznacza, że na drodze wiązki światła znajduje się pręt górnej pokrywy kasety - należy go podnieść tak, aby w polu widzenia znalazła się kapilara z badanym materiałem. W tym celu należy przesunąć uchwyt z próbką do góry odkręcając śrubę blokującą ruch pręta wzdłuż osi obrotu (niewielki obrót śruby), a następnie zablokować go na żądanej wysokości tak, aby wiązka światła trafiała na fragment próbki o największej grubości (czynność ta jest konieczna, gdyż pręt jest maksymalnie opuszczony po wyjęciu kamery z futerału). Następnie należy wycentrować kapilarę tak, aby po obrocie jej o 90° nie zmieniała położenia w polu widzenia. Obrotu próbki dokonujemy poruszając dużą ząbkowaną tarczę (przekładnię) znajdującą się w górnej części kamery, Rys. 7. Centrowanie próbki należy dokonać za pomocą dwóch śrub krótszych, ustawionych prostopadle względem siebie (delikatnie wkręcając je lub wykręcając).

Po wycentrowaniu kapilary należy sprawdzić jej położenie względem padającej wiązki światła za pomocą lunetki umieszczonej w miejscu ekranu fluoryzującego jak na Rys. 7. W tym celu kamerę należy obrócić tak, aby wiązka światła z lampy padała na kolimator, a obserwacji dokonujemy przez zamocowaną lunetkę obracając próbkę. Jeżeli próbka zajmuje prawie całe pole widzenia podczas pełnego obrotu (na brzegach próbki mogą być widoczne niewielkie prześwity), to jest ona prawidłowo wycentrowana a kasetę gotową do założenia filmu rentgenowskiego.



Rys. 6 Oświetlona kasetka umieszczona na stoliku i przygotowana do justowania kapilary.



Rys. 7 Kasetka z zamocowaną lunetką w miejscu ekranu fluoryzującego wykorzystywana do sprawdzenia poprawności justowania .

#### 4. Zakładanie filmu rentgenowskiego.

Film rentgenowski (pokryty emulsją światłoczułą z dwóch stron) należy zakładać w ciemni fotograficznej w warunkach zupełnej ciemności. Otwór w filmie musi pokrywać się z otworem mocującym ekran fluoryzujący a film dokładnie przylegać do ścianki wewnętrznej kamery. Po założeniu filmu należy włożyć ekran fluoryzujący do otworu kasetki (film nie może być wypychany przez stożkową część ekranu fluoryzującego), a następnie należy założyć górną pokrywę kamery z wycelowaną próbką, zwracając szczególną uwagę na wycelowanie próbki (kapilary z badanym materiałem) do wnętrza kamery. Aby nie przesunąć kapilary z proszkiem należy powyższą czynność wykonać przy świetle czerwonym i uważać, aby nie skierować wnętrza kamery z filmem do światła czerwonego (wnętrze kamery z filmem musi być w cieniu). Pokrywa kamery powinna być założona szczelnie (dwa bolce na końcach dźwigni powinny wejść w otworki znajdujące się na brzegu pokrywy - po założeniu pokrywy należy ją obrócić do momentu zatrzaśnięcia). Dalsze czynności można przeprowadzać poza ciemnią fotograficzną.

**Uwaga:** przed założeniem filmu do kasetki zaleca się przećwiczenie powyższych czynności w świetle dziennym używając przygotowanej do eksperymentu kasetki i próbnej naświetlonej kliszy (błędne jej założenie lub scentrowanie kapilary przy zakładaniu pokrywy kasetki najczęściej skutkuje niepowodzeniem eksperymentu).

## 5. Zakładanie kamer do aparatu rentgenowskiego.

Kamerę z założoną w ciemności kliszą należy zamocować do silniczka obrotowego: dopasować odpowiednie bolce tak, aby przekładnie (zębatki) kamery i silniczka zahaczały o siebie.

Następnie układ ten mocujemy do głowicy aparatu rentgenowskiego (jednej z czterech dostępnych) ze szczelną wyjściową promieni X. W tym celu należy kolimator kamery delikatnie wsunąć do gniazda głowicy i zabezpieczyć kamerę przed wysunięciem przykręcając śrubę znajdującą się po prawej stronie gniazda. Następnie podłączyć wtyczkę zasilania silniczka do gniazdka elektrycznego znajdującego się bezpośrednio pod blatem stołu roboczego aparatu rentgenowskiego. Zamocowana kamera z silniczkiem widoczne są na Rys. 3.

## 6. Uruchomienie aparatu rentgenowskiego.

- a) Sprawdzić uziemienie aparatu i urządzenia regulującego dopływ wody chłodzącej.
- b) Odkręcić kurek wody chłodzącej (pół obrotu).  
Prędkość przepływu wody powinna wynosić około 2,5 - 3,5 l/min.
- c) Sprawdzić szczelność węży doprowadzających wodę i uszczelki na lampie.

### **Włączenie aparatu przy lampie zalanej wodą grozi przepaleniem transformatora wysokiego napięcia.**

- d) Sprawdzić czy wszystkie przesłony na okienkach wyjściowych promieni rentgenowskich są zamknięte (opuszczone).
- e) Sprawdzić czy przed szczeliną wyjściową umieszczony jest filtr wanadowy dla uzyskania wiązki możliwie najbardziej monochromatycznej. Filtr znajduje się na metalowej płytce ponad przesłoną wyjściową głowicy.
- f) Pokrętła (1), (2), (3) na pulpicie sterowniczym skrócić w lewo do oporu.
- g) Wyłącznik (5) na pulpicie ustawić w położeniu 0.
- h) Wtyk głównego przewodu zasilającego włożyć do gniazda sieciowego znajdującego się w filtrze przeciwwakłóceniowym a następnie włączyć filtr.
- i) Przez przekręcenie pokrętła (2) włączyć napięcie sieciowe, po czym za pomocą tego pokrętła ustawić wskazówkę woltomierza (8) na czerwonym trójkącie skali na 220V. Nie wolno przekroczyć napięcia 220 V.
- j) Ustawić potrzebną wartość wysokiego napięcia za pomocą przełącznika (5) i regulatora (3):  
przełącznik (5) ustawić w położeniu 1, a regulator (3) na 30 kV (odczyt z wewnętrznej skali na wskaźniku (9)).
- k) Ustawić prąd obciążenia lampy na 10 mA. Przez cały czas kontrolować ustaloną wartość prądu anodowego i w razie potrzeby wyregulować ją do wymaganego poziomu pokrętłem (1).

### **Nie stosować prądu anodowego lampy wyższego niż 14 mA.**

Aby promienie rentgenowskie emitowane z antykatody wnikały do kamery, należy podnieść do góry przesłonę blokującą umieszczoną w głowicy lampy ponad szczeliną wyjściową wiązki wyjściowej promieni X. Dla uformowania wąskiej równoległej wiązki promieni X szczelina wejściowa kamery jest wykonana w postaci cylindrycznej diafragmy o długości 40 mm i średnicy 0,5, 0,8, lub 1,2 mm. Stosowanie tych diafragm zapewnia dobrą kątową zdolność rozdzielczą kamery. Ślad wiązki przechodzącej przez kamerę można obserwować na niewielkim ekranie fluoryzującym, który stanowi element składowy kamery i jest mocowany po stronie przeciwnej od szczeliny wejściowej. Jeśli na ekranie fluoryzującym śladu wiązki nie widać, lub jest on rozmyty, wtedy z pomocą odpowiednich śrub regulacyjnych należy ustalić takie pionowe i poziome położenie kamery względem pierwotnej wiązki promieni X, przy którym wiązka przechodząca przez kamerę ma maksymalne natężenie. Śruby położenia pionowego kasety znajdują się bezpośrednio pod kasetą. Ślad wiązki na ekranie powinien mieć kształt elipsy, a cień badanego preparatu powinien pokrywać się z krótszą osią tej elipsy.

Rozpoczęcie naświetlania filmu umieszczonego wewnątrz kamery jest równoznaczne z podniesieniem blokady wiązki promieni X (podniesienie przesłony wiązki) i włączeniem do sieci silniczków powodujących obrót uchwyty z próbką wokół osi (ok. 1 obrót/min.)

## 7. Naświetlanie filmów.

Proces naświetlania filmów promieniowaniem X powinien trwać co najmniej 2 godziny zegarowe, aby można było zaobserwować kilka par prążków dyfrakcyjnych na naświetlanej kliszy.

**Uwaga: W czasie naświetlania próbki promieniowaniem X ograniczyć do niezbędnego minimum przebywanie przy aparaturze rentgenowskiej.**

## 8. Wyłączenie aparatu rentgenowskiego.

Po zakończeniu naświetlania filmu w aparacie rentgenowskim należy:

- a) Zamknąć wszystkie przesłony na okienkach wyjściowych promieni rentgenowskich.
- b) Pokrętła (1) i (3) na pulpicie sterowniczym skrócić powoli w lewo do oporu.
- c) Wyłącznik (5) na pulpicie sterowniczym ustawić w położeniu 0.
- d) Pokrętło (2) skrócić w lewo aż do całkowitego wyłączenia napięcia zasilania sieci.
- e) Wtyk głównego przewodu zasilającego wyjąć z gniazda sieciowego i wyłączyć filtr przeciwzakłócenia.
- f) Obieg wody chłodzącej wyłączyć po około 10 minutach od wyłączenia aparatu.

## 9. Fotochemiczna obróbka naświetlonych filmów rentgenowskich.

Przed przystąpieniem do wywołania naświetlonego filmu rentgenowskiego należy w ciemni przygotować trzy kuwety - z wywoływaczem rentgenowskim, utrwalaczem uniwersalnym i wodą destylowaną. Po zakończeniu naświetlania filmu i całkowitym wyłączeniu aparatu rentgenowskiego należy odkręcić śruby mocujące stosowaną kamerę Debye'a - Scherrera i przenieść ją do ciemni fotograficznej.

**Uwaga: Nie wolno stawiać kamery na stole obok kuwet z wywoływaczem i utrwalaczem, gdyż grozi to korozją. Kamerę można otworzyć tylko w warunkach zupełnej ciemności.**

Po ostrożnym wyjęciu filmu z kamery należy szybko zanurzyć go w całości w wywoływaczu. Film należy trzymać palcami delikatnie za brzeg tak, żeby nie dotykać emulsji pokrywającej powierzchnię filmu. W trakcie wywoływania trzeba przez cały czas lekko poruszać filmem (po każdej minucie przez 10 sekund), żeby zapewnić równomierny przebieg procesów fotochemicznych. W przypadku dwóch filmów wywoływanie, płukanie i utrwalanie wykonywać jednocześnie uważając, aby filmy się nie stykały.

### Wywoływanie filmu trwa ok. 5-8 minut.

Po upływie zalecanego czasu wywoływania należy wyjąć film z wywoływacza i starannie płukać w kuwecie z wodą destylowaną przez około 30 s, a następnie umieścić film w kuwecie z utrwalaczem.

### Utrwalanie filmu trwa co najmniej 10 minut.

Po zakończeniu procesu utrwalania filmu można włączyć światło. Następnie film należy kilkakrotnie opłukać w wodzie bieżącej, a na koniec - w wodzie destylowanej. Na koniec osuszyć film w strumieniu powietrza - można użyć suszarki do włosów, ale nastawionej tylko na dmuchanie **zimnym** powietrzem. W efekcie końcowym otrzymujemy debajogram taki jak na Rys. 5.

Po zakończeniu prac związanych z fotochemiczną obróbką naświetlonych filmów rentgenowskich należy **utrwalacz z kuwety zlać do pojemnika z utrwalaczem** (czynność tą należy wykonywać nad zlewem przy pomocy lejka z tworzywa sztucznego). Natomiast wywoływacz i wodę destylowaną po płukaniu filmów wylać do zlewu.



Po zakończeniu pracy należy dokładnie oczyścić stosowane kamery i moździerze przeznaczone do rozcierania sproszkowanych substancji (przemyć metanolem lub acetonem). Konieczne jest również pozostawienie w czystości stołu laboratoryjnego w ciemni fotograficznej.

**Uwaga: Jakość otrzymanego debajogramu zależy m.in. od czystości preparatyki !**

## VI. Opracowanie wyników i raport końcowy

1. Pomiary odległości prążków dyfrakcyjnych na debajogramie przeprowadzić wstępnie za pomocą suwmiarki oraz dokładnie używając komparatora Zeissa. (komparator Zeissa z instrukcją obsługi znajduje się na stole przygotowawczym).
2. Znając odległości między prążkami dyfrakcyjnymi oraz geometrię układu wyznaczyć kąty braggowskie dla każdej pary prążków dyfrakcyjnych.
3. Korzystając z warunku dyfrakcji promieniowania wyznaczyć metodą nomogramów (logarytmów) wskaźniki Millera dla otrzymanego debajogramu.
4. Obliczyć odległości międzypłaszczyznowe dla wszystkich wyznaczonych wskaźników Millera oraz odpowiadające im stałe sieci.
5. Za pomocą funkcji ekstrapolacyjnych Taylora i Sinclaira (T-S), które są funkcją kąta rozproszenia braggowskiego, wykonać wykres zależności stałej sieci od wartości funkcji T-S,  $a(f_{T-S})$ , a następnie metodą najmniejszych kwadratów wpisać w te punkty prostą i podać wartości współczynników prostej oraz ich niepewności. Punkt przecięcia się prostej z osią pionową jest ekstrapolowaną wartością stałej sieci badanego materiału.

W raporcie końcowym zamieścić opis wyznaczenia wszystkich wielkości, odpowiednie tabele z danymi oraz przeprowadzić dyskusję niepewności pomiarowych obliczanych wartości. Korzystając z metody różniczkowej obliczyć niepewności kątów braggowskich i odległości międzypłaszczyznowych. W oszacowaniu niepewności stałej sieci uwzględnić niepewność wpisania prostej w punkty doświadczalne.

Uzyskane wyniki należy porównać z danymi literaturowymi i omówić ewentualne przyczyny ich niezgodności.

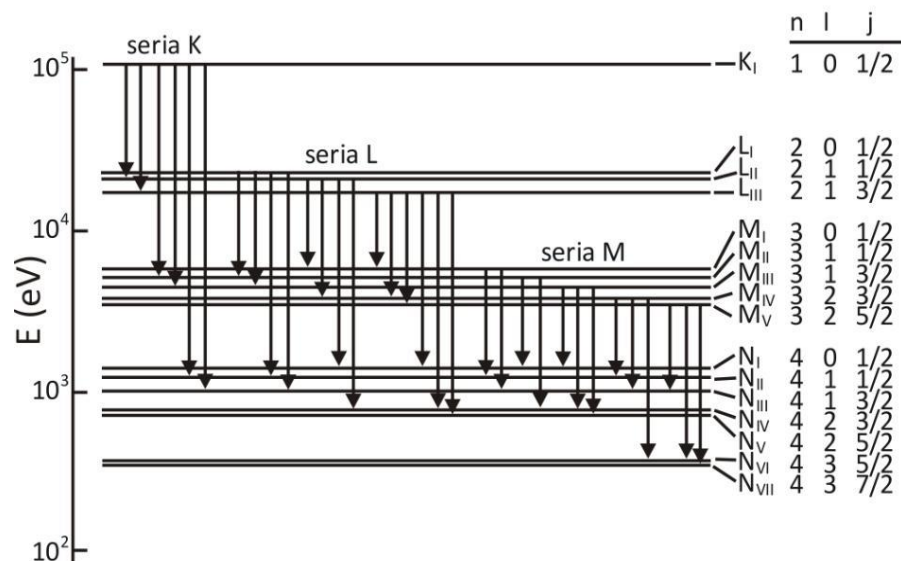
## Literatura

1. B.D. Cullity, *Dyfraktometria rentgenowska*.
2. S. Szarras, *Budowa ciała stałego*.
3. J. Chojnacki, *Rentgenografia metali*.
4. J. Chojnacki, *Metalografia strukturalna*.
5. F. Kaczmarek (red.), *Ćwiczenia laboratoryjne z fizyki dla zaawansowanych*, PIW, Warszawa, 1982.
6. F. Kohlrausch, *Fizyka laboratoryjna*, Tom II.
7. E. Szpolski, *Fizyka atomowa*, Tom I, PWN, Warszawa, 1953.
8. A. Piekara, *Elektryczność i budowa materii*.
9. C. Kittel, *Wstęp do fizyki ciała stałego*, PWN, Warszawa, 2012.
10. M. Subotowicz (red.), *Wstęp do fizyki ciała stałego*.
11. B.N. Buszmanow, J.A. Chromow, *Fizyka ciała stałego*, WNT, Warszawa, 1973.
12. *Pracownia fizyczna dla zaawansowanych* (skrypt), Uniwersytet Łódzki, wyd. II, 1986, (dostępna tylko w podręcznej bibliotece Pracowni II).
13. Z. Bojarski, E. Łągiewka, *Rentgenowska analiza strukturalna*, PWN, Warszawa, 1988

## Appendix: Materiały pomocnicze

### Promieniowanie charakterystyczne.

Ciągłemu promieniowaniu rentgenowskiemu towarzyszy promieniowanie monochromatyczne. Przy dostatecznie dużej energii kinetycznej elektron podczas zderzenia z anodą jest w stanie wybić elektron z wewnętrznych powłok. Atom jest wówczas w stanie wzbudzenia i powracając do stanu podstawowego może emitować kwanty promieniowania X w formie liniowego widma promieniowania rentgenowskiego. Przykład rozmieszczenia poziomów energii atomu  $^{92}\text{U}$  z zaznaczonymi poziomami do  $n=4$  oraz dozwolonymi przejściami między nimi przedstawiony jest na poniższym rysunku:

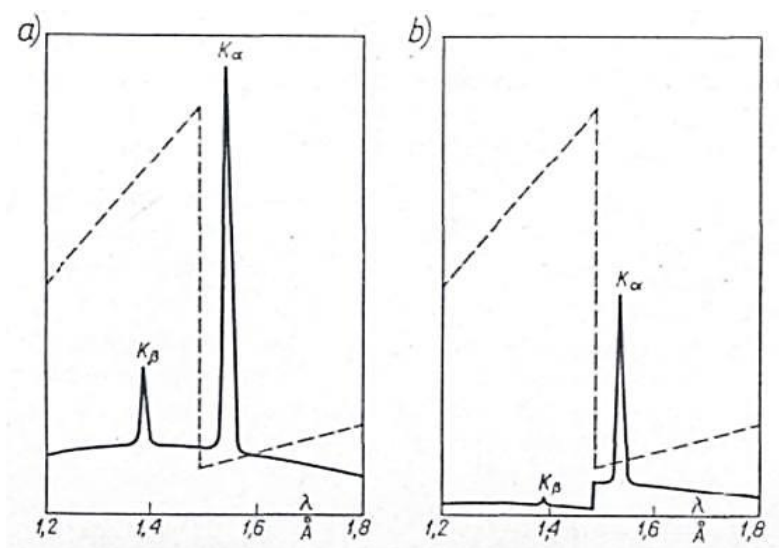


Rys. 1. Rentgenowskie poziomy atomu uranu oraz możliwe przejścia między tymi poziomami z energią atomu w stanie podstawowym zdefiniowaną jako zero. Każdy poziom odpowiada, w skali logarytmicznej, energii wzbudzonego atomu z dziurą w miejscu elektronu o liczbach kwantowych  $n, l, j$ .

Przejścia między poziomami rentgenowskimi są możliwe, jeżeli  $\Delta l = \pm 1$ ,  $\Delta j = 0, \pm 1$ .

### Filtrowanie promieniowania rentgenowskiego

Do filtrowania promieniowania wykorzystuje się krawędź absorpcji. Celem jest uzyskanie prawie monochromatycznej wiązki promieniowania rentgenowskiego. Ponieważ natężenie linii promieniowania charakterystycznego jest dużo większe od natężenia ciągłego, to problem uzyskania wiązki monochromatycznej sprowadza się do wybrania z widma promieniowania charakterystycznego jednej tylko linii. W przypadku lampy Cu jest to podwójna linia  $K_\alpha$ . Żeby wyeliminować sąsiednią składową  $K_\beta$  należy użyć takiego pierwiastka jako filtru, aby długość fali linii  $K_\beta$  była nieco mniejsza niż położenie krawędzi absorpcji. Schematyczny proces filtrowania dla przypadku promieniowania X z lampy miedziowej przedstawiony jest na poniższym rysunku.



Rys. 2. Widmo promieniowania rentgenowskiego z lampy miedziowej: a) bez filtru, b) po przejściu przez filtr niklowy. Linia ciągła przedstawia natężenie promieniowania X, a przerywana- współczynnik masowy absorpcji.

Krawędź absorpcji dla Ni znajduje się przy energii odpowiadającej długości fali  $\lambda = 1.488 \text{\AA}$  i znajduje się pomiędzy średnią długością linii  $K_\alpha$  ( $\lambda = 1.542 \text{\AA}$ ) i  $K_\beta$  ( $\lambda = 1.392 \text{\AA}$ ).