Uniwersytet Śląski - Instytut Chemii –Zakładu Krystalografii
ul. Bankowa 14, pok. 133, 40-006 Katowice tel. 0323591503,
e-mail: izajen@wp.pl, opracowanie: *dr Izabela Jendrzejewska*

Laboratorium z Krystalografii
specjalizacja: *Fizykochemia związków nieorganicznych*

Charakterystyka promieniowania molibdenowej lampy rentgenowskiej.

2godz.

Cel ćwiczenia: rejestracja i wyznaczenie linii charakterystycznych dla molibdenowej lampy rentgenowskiej przy użyciu kryształu KBr i LiF jako analizatora.

Wstęp teoretyczny

Promieniowanie rentgenowskie.

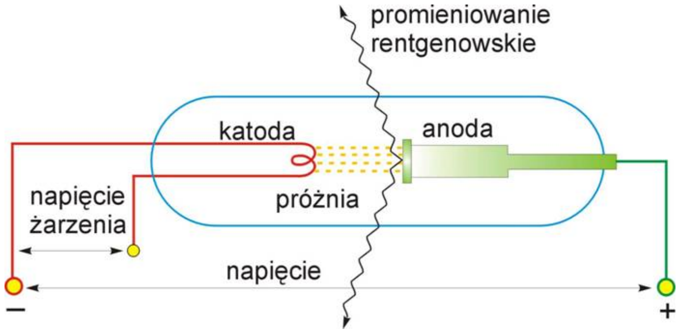
Promieniowanie rentgenowskie jest promieniowaniem elektromagnetycznym, którego długość fali jest zawarta w przedziale od 0.05Å do 100Å. Obejmuje ono część widma zawarta między nadfioletem a promieniowaniem γ.

Tablica 1. Długości fal promieniowania elektromagnetycznego.

radiowe	mikrofale	IR	UV/VIS	X	γ
do 30 cm	300 – 1 mm	1000 – 0.77μm	770 – 10nm	10 – 0.005nm	> 0.5nm

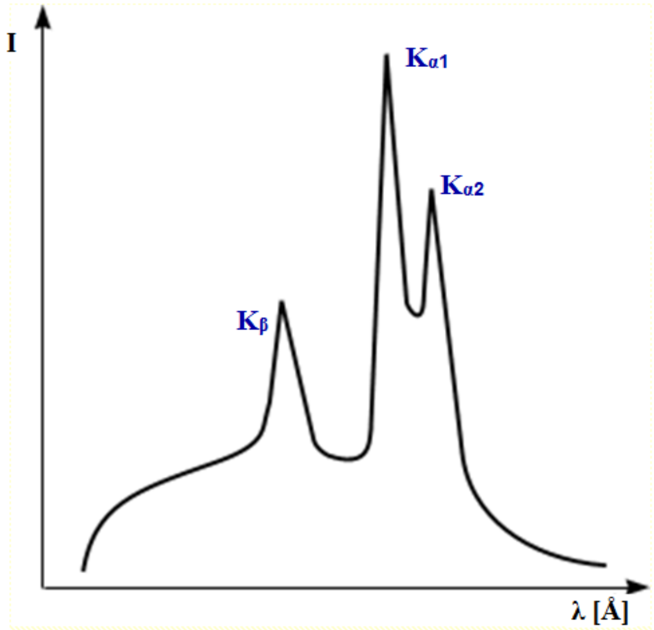
Gdy wiązka promieni rentgenowskich przechodzi przez ośrodek materialny mogą wystąpić następujące zjawiska:
- Załamanie
- Rozpraszanie Rayleigha
- Rozpraszanie Comptona
- Fluorescencja
- absorpcja

Promieniowanie rentgenowskie wytwarzane jest w lampie rentgenowskiej (rys.1).



Rys.1. Schemat lampy rentgenowskiej

Podgrzana katoda jest źródłem elektronów, które następnie są przyspieszane napięciem przyspieszającym, osiągając duże energie. W bańce jest próżnia, by elektrony nie rozpraszały się na cząsteczkach powietrza. Rozpędzone elektrony padają na anodę i zostają w niej wyhamowane, a każdy ładunek, który ulega przyspieszeniu emituje fale elektromagnetyczne. W lampie rentgenowskiej atom wiązki padającej może wybić elektron z podpowłoki, czym spowoduje wysokie wzbudzenie atomu (ubył jeden z elektronów o bardzo dużej energii wiązania). Atom ostatecznie powróci do stanu podstawowego, emitując serię fotonów wysokoenergetycznych. W ten sposób powstaje charakterystyczne widmo rentgenowskie atomów anody. Całkowite widmo promieniowania emitowanego przez lampę rentgenowską składa się z widma liniowego, nałożonego na widmo ciągłe. Widmo ciągłe powstaje w wyniku procesów hamowania, gdy elektrony z wiązki doznają przyspieszeń i opóźnień w trakcie rozpraszania na jądrach atomów anody. Natomiast kształt widma charakterystycznego jest charakterystyczny dla atomów konkretnego pierwiastka anody (rys.2).

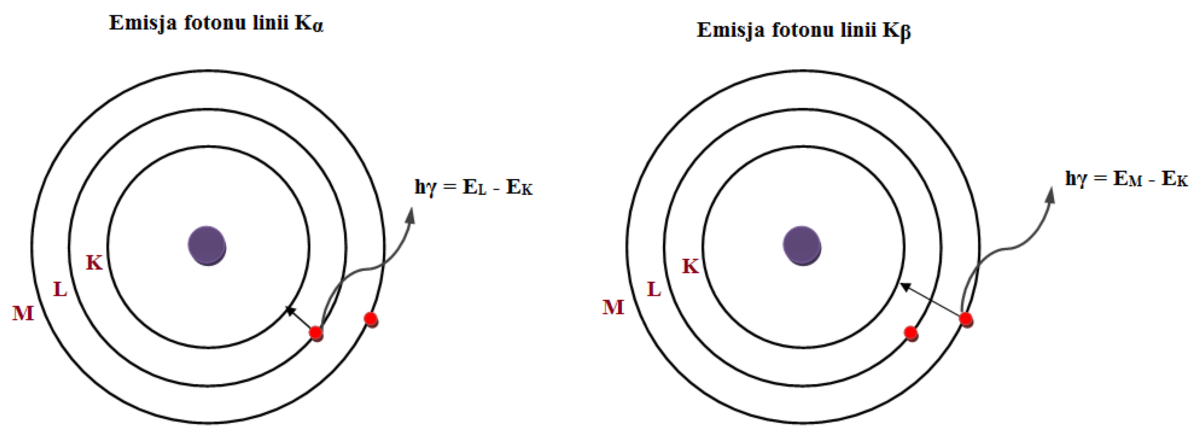


Rys. 2. Rozkład natężenia promieniowania ciągłego i charakterystycznego.

Do opisu powstawania charakterystycznych widm rentgenowskich bardzo przydatne jest pojęcie dziury tworzącej się w jednym z poziomów o wyższej energii jonizacji i przeskakującej przez kolejne poziomy o niższej energii. W każdym przeskoku emitowany jest foton rentgenowski, o częstotliwości v i energii $E = hv$. Całe emitowane w takich przejściach promieniowanie rentgenowskie daje liniowe widmo rentgenowskie atomu. Po wybiciu elektronu z powłoki *K* powstaje po nim dziura, która może być zapełniona przez elektron z wyższej powłoki (dziura wędruje na kolejne powłoki) – rys.3. Wszystkie przejścia dziury z powłoki *K* dają linię z tzw. serii *K*:

K_α - przejście dziury do powłoki *L*

K_β - przejście dziury do powłoki *M*

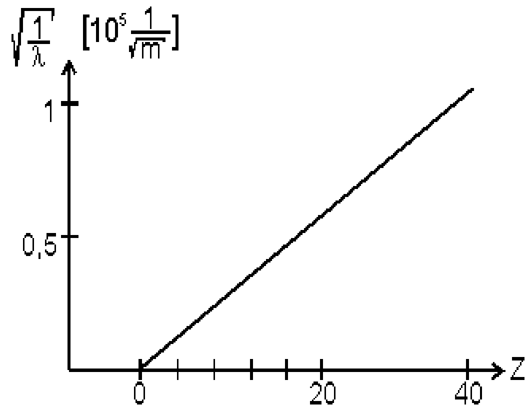


Rys.3. Powstawanie promieniowania charakterystycznego.

Prawo Moseleya:
Długość promieniowania charakterystycznego zmniejsza się odwrotnie proporcjonalnie do kwadratu liczby atomowej Z.

$$\frac{1}{\lambda} = R(Z-\sigma)^2\left(\frac{1}{n_1^2} - \frac{1}{n_2^2}\right) \qquad (1)$$

Gdzie:
R - stała Rydberga
σ- jest stałą ekranowania (dla linii K_α stała ekranowania jest równa jedności).



Rys.4. Graficzna interpretacja prawa Moseleya.

Najbardziej charakterystyczną cechą krzywych rozkładu widmowego jest istnienie dla danej wartości energii elektronów dobrze określonej minimalnej długości fali λ_{min}, zwanej krótkofalową granicą promieniowania. Chociaż kształt krzywej rozkładu dla widma ciągłego promieniowania rentgenowskiego zależy nieznacznie od wyboru materiału anody, jak również od napięcia *U* przyspieszającego elektrony, to wartość λ_{min} zależy jedynie od *U* i jest taka sama dla wszystkich materiałów, z jakich wykonane są anody.
Natomiast jeśli promieniowanie rentgenowskie traktujemy jako strumień fotonów, to wyjaśnienie obserwowanych faktów jest proste. Elektron w wyniku oddziaływania z ciężkim

jądrem atomu anody jest hamowany i energia, którą wówczas traci pojawia się w formie kwantów - fotonów promieniowania rentgenowskiego.
Foton o najmniejszej długości fali będzie emitowany wtedy, gdy elektron straci całą swoją energię kinetyczną w jednym procesie zderzenia hamującego jego ruch. Energia, jaką nabywa elektron w wyniku przyspieszania go za pomocą różnicy potencjałów U przyłożonej w lampie rentgenowskiej jest opisana wzorem:

$$eU = \frac{hc}{\lambda_{\min}} \qquad (2)$$

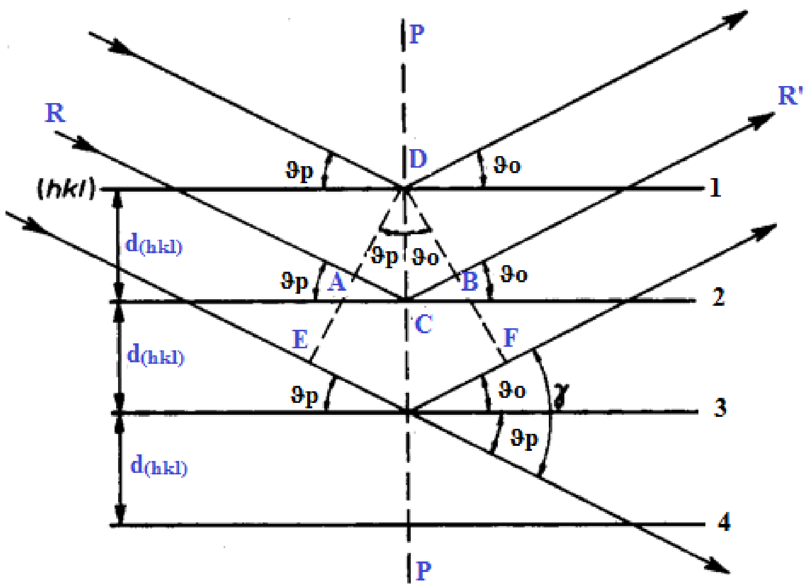
czyli

$$\lambda_{\min} = \frac{hc}{eU} \qquad (3)$$

Tak więc minimalna długość fali występująca w widmie ciągłym, czyli krótkofalowa granica widma, odpowiada zamianie całej energii kinetycznej elektronów na promieniowanie rentgenowskie.
Analiza polichromatycznego promieniowania rentgenowskiego możliwa jest z zastosowaniem monokryształu. Gdy promieniowanie rentgenowskie o długości fali λ pada na monokryształ pod kątem Θ (rys. 5), interferencja zachodzi, gdy różnica dróg Δ promieni odbitych od różnych płaszczyzn atomowych kryształu jest wielokrotnością długości fali. Sytuację powyższą opisuje równanie Bragga:

$$2d_{hkl}\sin\theta = n\lambda \qquad (4)$$

gdzie d_{hkl} – odległość międzypłaszczyznowa, n - rząd dyfrakcji.



Rys. 5. Rozpraszanie Bragga na płaszczyznach atomowych.

Znając odległość międzypłaszczyznową d_{hkl} analizatora (kryształ KBr lub LiF) i eksperymentalnie wyznaczając kąt Θ, możemy wyznaczyć energię linii charakterystycznych promieniowania X korzystając z równania (5):

$$E = h\upsilon = \frac{hc}{\lambda} \qquad (5)$$

lub korzystając z równania (6):

$$E = \frac{nhc}{2d_{hkl}\sin\theta} \qquad (6)$$

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

Rys. 5. Dyfraktometr rentgenowski PHYWE.

Wykonanie ćwiczenia:

Część I. Przygotowanie dyfraktometru do pracy.

1.1. Zamocować przesłonę na wyjściu promieniowania X o grubości 1 mm.
1.2 Ustawić goniometr w pozycji 4.
1.3. Zamocować kryształ KBr lub LiF w komorze eksperymentalnej.
1.4. Komputerowo ustawić parametry pracy dyfraktometru.
1.5. W zależności od wybranego kryształy wprowadzić następujące dane do programu „Measure”:

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

Część II. Rejestracja widma.

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 i w pamięciach przenośnych np. dyskietka, pendrive.

Część III. Obróbka danych pomiarowych.

3.1. Korzystając z równania Bragga (4) obliczyć maksymalny rząd refleksów możliwych do zrejestrowania.
3.2. Odczytać z wykresu I(Θ) położenia (maxima) linii charakterystycznych molibdenowej lampy rentgenowskiej dla wszystkich rzędów dyfrakcji.
3.3. Korzystając z równania (6) wyznaczyć wartości eksperymentalne energii dla linii K_α i K_β.
3.4. Korzystając ze schematu poziomów energetycznych dla molibdenu oraz z poniższego wzoru, obliczyć teoretyczne wartości energii dla linii K_α i K_β.

$$E_{K\alpha*} = E_K - \tfrac{1}{2}(E_{L2} + E_{L3})$$
$$E_{K\beta} = E_K - E_{M2,3}$$

$E_{K\alpha*}$ - średnia wartość energii linii $K_{\alpha1}$ i $K_{\alpha2}$.

3.5. Wyniki przedstawić w postaci tabeli:

n	Θ	linia	E_{exp}	E_{cal}

3.6. Na podstawie danych eksperymentalnych uzupełnić poniższą tabelę.

	n = 1				n = 2				
	$\Theta(K_\alpha)$[°]	$\lambda(K_\alpha)$[pm]	$\Theta(K_\beta)$[°]	$\lambda(K_\beta)$[pm]	$\Theta(K_\alpha)$[°]	$\lambda(K_\alpha)$[pm]	$\Theta(K_\beta)$[°]	$\lambda(K_\beta)$[pm]	$\sqrt{1/\lambda}$ [$10^8 s^{-1/2}$]
Mo (Z=42)									

Zachować wyniki doświadczenia.

Część IV. Zadania do rozwiązania.

1. Obliczyć granicę krótkofalowej części widma ciągłego przy napięciach pracy lampy rentgenowskiej V_1 = 10kV, V_2 = 20kV, V_3 = 40kV. Jak zmienia się długość fali na granicy krótkofalowej w zależności od napięcia lampy?

2. Obliczyć prędkość i energię elektronów uderzających w anodę lampy rentgenowskiej pracującej przy napięciu V_1 = 10kV i V_2 = 40kV.

3. Obliczyć długość fali promieniowania K_α i K_β molibdenu, miedzi oraz chromu przedstawić graficzną postać prawa Moseleya.

4. Jak jest moc lampy rentgenowskiej przy zasilaniu jej całkowicie wyprostowanym napięciem V=40kV i prądzie i = 25 mA. Jeżeli jest to moc maksymalna, to jakie jest dopuszczalne natężenie prądu przy napięciu V_1=50kV, a jakie przy V_2 = 60kV.

5. Lampa rentgenowska z anodą wolframową pracuje przy napięci V = 40kV i natężeniu i = 25m. Energia elektronów zamieniana na ciepło wynosi η = 99%. Jeżeli pominąć odprowadzenie ciepła, to po jakim czasie anoda o masie m = 0,1 kg ulegnie stopieniu? Temperatura topnienia wolframu T_t = 3370ºC, ciepło topnienia $c_t = 184 \cdot 10^3$ J/kg, ciepło właściwe 1536J/kg·ºC, temperatura otoczenia T_0 = 20ºC.

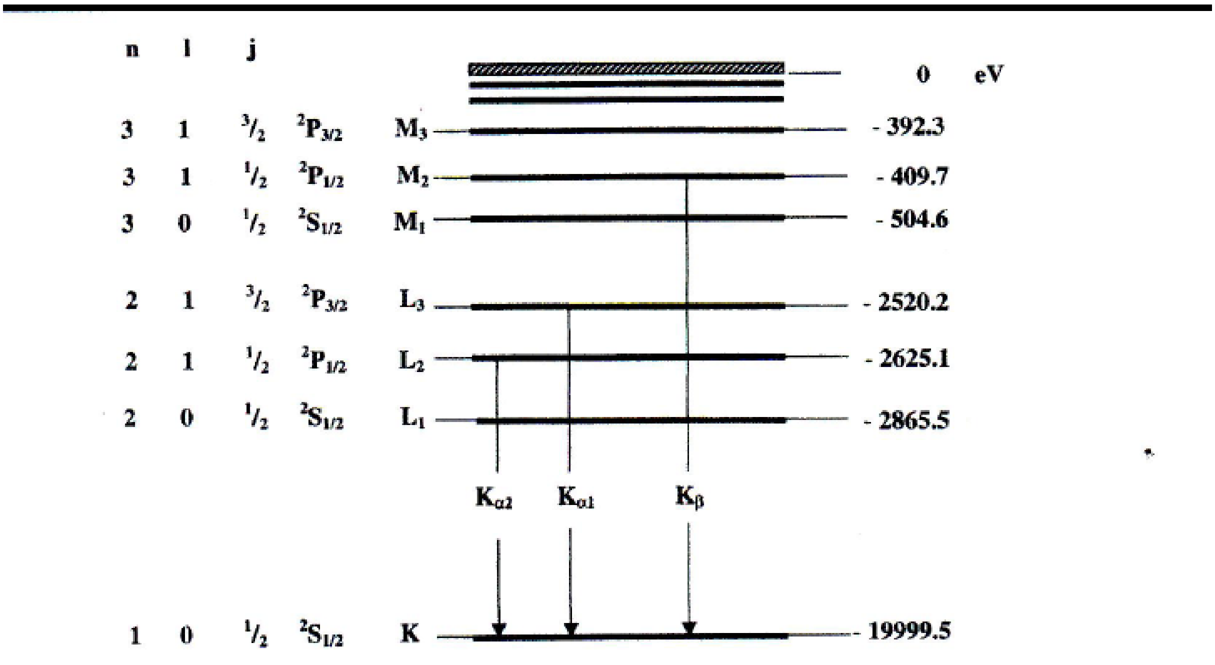
6. Obliczyć, jaka musi być szybkość przepływu wody chłodzącej przez miedzianą anodę lampy, aby odprowadzić ciepło wydzielone w czasie jej pracy przy napięciu V=40kV i natężeniu i = 10mA. Sprawność lampy η = 1%. Różnica temperatury wody na wejściu i wyjściu lampy nie powinna przekraczać ΔT=2ºC. Ciepło właściwe wody c_w = 4186,7 J/kg·ºC

Stałe fizyczne

Masa elektronu	$m_e = 9.109 \cdot 10^{-31}$kg
Ładunek elementarny	$e = 1.602 \cdot 10^{-19}$ C
Stała Plancka	$h = 6.6261 \cdot 10^{-34}$ Js $= 4.1357 \cdot 10^{-15}$ eVs
Stała dielektryczna	$\varepsilon_0 = 8.8542 \cdot 10^{-12}\, N^{-1}m^{-2}C^2$
Prędkość światła	$c = 2.9979 \cdot 10^8$ m/s
Odległość międzypłaszczyznowa dla KBr (100)	$d = 3.290 \cdot 10^{-10}$ m
Odległość międzypłaszczyznowa dla LiF (100)	$d = 2.014 \cdot 10^{-10}$ m

Literatura

1. D. Holiday, R. Resnick, J. Walker, Podstawy fizyki ,Tom V, rozdz. 41



Rys.6. Poziomy energetyczne w molibdenie (Mo, Z = 42).