# Определение постоянной решетки монокристалла









# Общая информация

#### Описание





Большинство применений рентгеновских лучей основано на их способности проходить сквозь вещество. Поскольку эта способность зависит от плотности вещества, становится возможным получение изображений внутренних частей объектов и даже людей. Это находит широкое применение в таких областях, как медицина или безопасность.

Экспериментальная установка



Robert-Bosch-Breite 10 37079 Göttingen

### Дополнительная информация (1/2)

разделе "Теория"



#### Предварительные

знания



Принцип

Полихроматические рентгеновские лучи падают на монокристалл под различными углами падения. Лучи отражаются от плоскостей решетки монокристалла. Детектор энергии используется только для измерения тех частей излучения, которые создают конструктивные интерференционные картины. Постоянная решетки кристалла определяется с помощью различных порядков дифракции и энергии отраженных лучей.

Предварительные знания, необходимые для этого эксперимента, приведены в

### Дополнительная информация (2/2)





Задачи

Цель этого эксперимента - определить постоянную решетки монокристалла.

- 1. Определите энергию рентгеновских лучей, которые отражаются от плоскостей кристаллической решетки LiF-кристалла при различных углах падения или порядках дифракции.
- 2. Вычислите постоянную решетки кристалла LiF на основе углов скольжения и связанных с ними значений энергии.

#### Теория (1/3)





Рис.1: Конструктивная интерференция при отражении от плоскостей решетки кристаллов. Рентгеновские лучи, попадающие на монокристалл под углом скольжения  $\theta$  (см. рис. 1), могут наблюдаться только в отражении, если падающие и отраженные лучи одной длины волны конструктивно интерферируют. Это означает, однако, что разность хода  $\Delta$  лучей должна быть целым числом, кратным длине волны (на рис. 2  $\Delta$  представлена сегментами, отмеченными жирными линиями):

 $\Delta = 2 \mathrm{d} \sin( heta) = \mathrm{n} \lambda$  (1)

Уравнение (1) описывает условие Брэгга.

где (*d*- межплоскостное расстояние решетки, *θ* - угол скольжения, *λ* - длина волны, a n = 1, 2, 3, ...). Если моноэнергетические лучи с длиной волны *λ* попадают в семейство плоскостей решетки монокристалла и если угол скольжения велик (большая разность хода Δ), то в соответствии с (1) при n = 2 наблюдается дифракция 2-го порядка.

### Теория (2/3)

Если же полихроматические лучи попадают в кристалл под заданным углом скольжения (заданная разность хода  $\Delta$ ), отраженный луч будет иметь части с длинами волн  $\lambda, \frac{1}{2}\lambda, \frac{1}{3}\lambda, \ldots$  в соответствии с уравнением (1), так как в этом случае разность хода соответствует  $\lambda, 2\frac{1}{2}\lambda, 3\frac{1}{3}\lambda, \ldots$  (см. рис. 2). Эта ситуация может быть подтверждена только детектором энергии, а не с помощью счетной трубки Гейгера-Мюллера, которая обычно работает в режиме запуска. Если заменить длину волны в (1) соответствующей энергией  $E = h\nu$  и  $c = \lambda\nu$ , то это приведет к:

$${
m E_n}=nrac{{
m hc}}{{2{
m d}}\sin( heta)}$$
 (2)

При заданном угле скольжения heta

уравнение (2) приводит к:

$$\mathrm{E_n} = \mathrm{k} \cdot \mathrm{n}$$
 и  $\frac{\mathrm{E_n}}{\mathrm{E_1}}$  (3)

Квант действия Планка  $h = 6.626 \cdot 10^{-34}$  Джс Скорость света в вакууме  $c = 2.998 \cdot 10^8$  м/с Частота фотонов  $\nu$ 





Теория (3/3)





Рис. 2: Расширенная разность хода  $\Delta = ABC$  для отображения различных порядков дифракции с  $n = 1(\lambda), n = 2(2\frac{1}{2}\lambda)$  и  $n = 3(3\frac{1}{3}\lambda)$ 



#### Оборудование

Позиция	Материал	Пункт No.	Количество
1	XR 4.0 X-ray Базовая рентгеновская установка, 35 кВ	09057-99	1
2	XR 4.0 X-ray Гониометр для рентгеновской установки, 35 кВ	09057-10	1
3	XR4 Съёмная рентгеновская трубка Plug-in Cu tube	09057-51	1
4	XR 4.0 X-ray Рентгеновский анализ материалов, расширение	09165-88	1





## Подготовка и выполнение работы

### Подготовка (1/2)

- Навинтите переходное кольцо на входную трубку детектора энергии и подключите сигнальный и питающий кабели к соответствующим портам детектора с помощью угловых штекеров.
- Подключите сигнальный и питающий кабели к соответствующим портам в экспериментальной камере рентгеновской установки. На рис. 3 порт для сигнального кабеля обозначен красным цветом, а порт для кабеля питания - зеленым. Подключите внешние порты X RED рентгеновской установки (см. рис. 4) к многоканальному анализатору (MCA). Подключите сигнальный кабель к порту "Вход", а питающий кабель - к порту "Детектор энергии рентгеновского излучения" MCA.





Рис. 4: Подключение многоканального анализатора



Robert-Bosch-Breite 10 37079 Göttingen

Tel.: 0551 604 - 0 Fax: 0551 604 - 107

2HV.WF

excellence in science

### Подготовка (2/2)

- Закрепите детектор энергии в держателе поворотного кронштейна гониометра. Проложите два кабеля достаточной длины, чтобы гониометр можно было свободно поворачивать во всем диапазоне.
- Соедините многоканальный анализатор и компьютер с помощью USB-кабеля.
- Вставьте трубку с отверстием 2 мм.
- Переместите блок гониометра и детектор в соответствующие крайние положения слева. Установите детектор в положение 90 ° в режиме связи 2: 1 (рис. 5).



Рис. 5: Установка гониометра

#### Выполнение работы (1/4)

- Переместите блок гониометра и детектор в соответствующие крайние положения справа.
- Вставьте трубку с отверстием 1 мм в выходную трубку рентгеновской трубки.
- Включите рентгеновскую установку и заблокируйте дверцу, переведите детектор в положение 0°. Затем сместите детектор на несколько десятых градуса из нулевого положения, чтобы уменьшить общую скорость.
- Рабочие характеристики вольфрамовой или медной рентгеновской трубки: Выберите анодное напряжение U<sub>A</sub> = 25 кВ и анодный ток I<sub>A</sub> = 0,02 мА и подтвердите эти значения нажатием кнопки Enter.
- Включите рентгеновское излучение.





Рис. 6: калибровка многоканального анализатора



#### Выполнение работы (2/4)



excellence in science

- В программе MEASURE выберите "Многоканальный анализатор" в разделе "Датчик". Затем выберите "Настройки и калибровка". После нажатия кнопки "Калибровка" можно измерить спектр. Скорость счета должна быть < 300 имп/с. Настройки калибровки по энергии: - калибровка по 2 точкам, - единица измерения = кэВ, усиление = 2 - установите смещение так, чтобы подавить низкоэнергетические сигналы шума (обычно достаточно нескольких процентов), см. рис. 6.
- Время измерения: 5 минут. Используйте таймер рентгеновской установки.
- Сделайте две цветные калибровочные линии совпадающими с центрами линий двух характеристических рентгеновских линий. Соответствующие значения энергии  $E(L_3M_5/L_3M_4) = 8,41$ кэВ и  $E(L_2N_4) = 9,69$  кэВ вводятся в соответствующие поля, в зависимости от цвета. (Примечание: Поскольку разделение линий  $L_3M_4$  и  $L_3M_5$  не представляется возможным, в качестве энергии линии вводится среднее значение обеих линий).
- Назовите и сохраните калибровку.

### Выполнение работы (3/4)

#### Измерение спектров с различными порядками дифракции

- Блок гониометра со вставленным LiF-кристаллом находится в левом упоре.
- Детектор находится спереди на направляющих стержнях.
- Используйте диафрагму диаметром 1 мм.
- Работайте с кристаллом и детектором в режиме 2:1.
- Используйте параметры, которые также использовались для калибровки энергии.
- Запишите спектры при углах падения от 10° до 42° с шагом 2°.
- $\circ~$  Отрегулируйте анодное напряжение  $U_A=35\,\kappa B$  и анодный ток  $I_A$  так, чтобы скорости счета различных спектров были  $\approx 400\,\mu m n/c$



#### Выполнение работы (4/4)



#### Оценка кривых измерения

- Чтобы определить энергию линии, переключитесь с отображения полос на отображение кривых. Для этого нажмите "Параметры отображения", а затем "Интерполяция и прямые линии".
- Увеличить соответствующий участок линии с помощью функции масштабирования
- Затем выберите участок кривой с помощьк Эткройте окно "Подгонка функции". Затем выберите "Масштабированное нормальное распределение" и подтвердите
- Найдите центр линии тяжести нормального распределения с помощью функции "Анализ пиков" или определите его с помощью функции "Обзор"





# Оценка



Robert-Bosch-Breite 10 37079 Göttingen

Tel.: 0551 604 - 0 Fax: 0551 604 - 107

### Задание 1



На рис. 7 показаны рефлексы Брэгга для различных углов скольжения. При увеличении угла скольжения (увеличение  $\Delta$ ), можно измерить больше брэгговских рефлексов за счет конструктивной интерференции. Если  $\Delta$  увеличивается, их энергия уменьшается, поскольку соответствующие длины волн становятся все больше. Интенсивность в низкоэнергетическом диапазоне первичного луча очень мала. Кроме того, спектральные части больших длин волн в большей степени поглощаются стеклянной колбой рентгеновской трубки. Они становятся заметными по уменьшению интенсивности рефлексных линий вплоть до их исчезновения (см. линию с n = 1 на рис. 7d и 7c). Слабая линия при E = 8 кэВ должна быть отнесена к флуоресцентному излучению  $Cu - K_{\alpha}$ . Когда моноэнергетические фотоны, которые отражаются кристаллом, проникают в корпус детектора, они могут вызвать флуоресцентное излучение вокруг материалов, которые используются в сборке детектора. Это излучение также измеряется детектором. В таблице 1 приведена оценка спектров. Линии рефлекса с n = 5 игнорируются из-за их низкой интенсивности. Столбцы B - E показывают значения энергии  $E_n$  различных дифракционных порядков с различными углами скольжения (столбец A), которые были определены в ходе эксперимента. В столбцах F - I приведены соответствующие значения  $E_n/n$ , округленные средние значения которых приведены в столбце J.

### Задание 1 (часть 2)

A	B	C	D	Ē	F	G	H	I	J	K
<i>9</i> /°	<i>n</i> = 1	<i>n</i> = 2	<i>n</i> = 3	<i>n</i> = 4	E <sub>1</sub>	$E_2$	$E_3$	$E_4$	E <sub>mittel</sub> /ke∨	<i>d</i> /pm
	$E_1$ / keV	$E_2$ / keV	$E_3$ / keV	$E_4$ / keV	1 /keV	<sup>2</sup> /keV	<sup>3</sup> /keV	4 /keV		
10	17,69				17,69				17,69	201,8
12	14,80	29,60			14,80	14,80			14,80	201,5
14	12,70	25,43			12,70	12,72			12,71	201,6
16	11,17	22,40			11,17	11,20			11,19	201,0
18	9,93	20,00			9,93	10,00			9,97	201,2
20	8,94	18,05			8,94	9,03			8,98	201,8
22	8,14	16,52	24,87		8,14	8,26	8,29		8,23	201,1
24	7,53	15,20	22,88		7,53	7,60	7,63		7,59	200,8
26	6,94	14,05	21,17	28,19	6,94	7,03	7,06	7,05	7,02	201,5
28	6,51	13,16	19,82	26,54	6,51	6,58	6,61	6,64	6,59	200,4
30	6,11	12,36	18,62	24,89	6,11	6,18	6,21	6,22	6,18	200,6
34	5,43	11,04	16,63	22,22	5,43	5,52	5,54	5,56	5,51	201,2
38	4,96	10,00	15,10	20,31	4,96	5,00	5,03	5,01	5,00	201,4
42		9,2	13,84	18,56	-	4,60	4,61	4,64	4,62	200,5

Таблица 1: Определение межплоскостного расстояния  $d_{200} \ LiF$ 



Рис. 7: Брэгговские рефлексы с возрастающим порядком дифракции и различными углами скольжения.

excellence in science

a:  $\theta$  = 10°, b:  $\theta$  = 16°, c:  $\theta$  = 24°, d:  $\theta$  = 30°, e:  $\theta$  = 42°

На рис. е рефлекс с n = 1 не наблюдается.



#### Задание 2

**PHYWE** excellence in science

В столбе *К* показано значение межплоскостного расстояния *d*, которое было рассчитано с помощью уравнение (2).

Для этого (100)-ориентированного *LiF*-монокристалла получается следующее округленное значение:

 $m d_{200}(LiF) = (201.2\pm0.5)$  пм;  $\Delta d/d pprox 0.3$  %; (табличное значение  $m d_{200} = 201.4$  пм).

Соответственно, длина ребра кубической LiF-решетки  $d_{200} = 402.8\,\mathrm{mm}$ 

