

Введение к работам с рентгеновскими лучами.

§ 1. Рентгеновские лучи и конструкция рентгеновских трубок.

Рентгеновские лучи представляют собою электромагнитное излучение, занимающее широкий диапазон длин волн, от нескольких сотых долей ангстрема до сотен ангстрем. Рентгеновские лучи возникают в результате двух различных процессов, происходящих при падении пучка быстрых электронов на поверхность твердого тела и состоят поэтому из двух компонент, имеющих различный спектральный состав.

Одна компонента, называемая тормозным излучением, возникает в результате взаимодействия падающих электронов с ядрами атомов. Когда электрон проходит вблизи ядра, то он испытывает ускорение, направленное к ядру и искривляющее его путь. Согласно законам классической электродинамики электрон, движущийся с ускорением, излучает электромагнитную энергию (в данном случае рентгеновское излучение). Так как на это расходуется часть кинетической энергии электрона, то в процессе излучения электрон тормозится и после прохождения ядра движется с меньшей скоростью.

Спектральный состав излучения, испускаемого при торможении, не может быть объяснен на основе классической электродинамики. Сделать это можно только на основе квантовомеханических представлений, согласно которым в акте торможения испускается один квант излучения. Энергия кванта $\hbar\nu$ не может превышать энергии тормозящегося электрона, поэтому частота испускаемых квантов имеет верхний предел, определяемый из соотношения:

$$\hbar\nu_{\max} = eU \quad (1)$$

где eU есть начальная энергия электронов, e - заряд электрона, U - разность потенциалов, которой ускорялся пучок электронов.

Вследствие этого в распределении интенсивности излучения по длинам волн имеется нижний предел - λ_0 (так называемая коротковолновая граница

тормозного спектра). Очевидно:
$$\lambda_0 = \frac{c}{\nu_{\max}} = \frac{\hbar c}{eU} \approx \frac{12,4}{U(\text{кВ})} \text{ \AA} \quad (2)$$

Интенсивность тормозного спектра приближенно описывается формулой:

$$J_{\lambda} = c \frac{\lambda - \lambda_0}{\lambda^3 \lambda_0} \quad \lambda \geq \lambda_0, \quad J_{\lambda} = 0 \quad \lambda \leq \lambda_0 \quad (3)$$

Рассчитанные по этой формуле кривые распределения интенсивности представлены на рис.1. Как видно из рисунка, интенсивность тормозного спектра

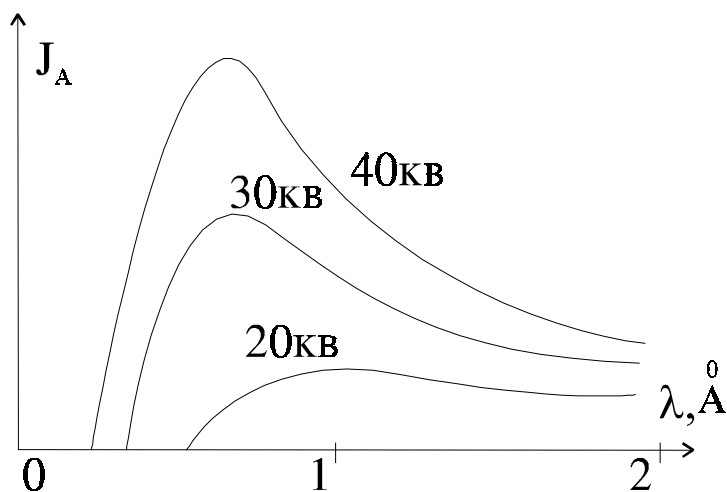


Рис.1

вначале быстро возрастает с увеличением длины волны, достигая максимума при $\lambda = \frac{3}{2}\lambda_0$, а затем постепенно спадает.

Интегральная интенсивность тормозного спектра, согласно этой формуле, обратно пропорциональна λ_0^2 и, следовательно, пропорциональна квадрату ускоряющего напряжения.

Вторая компонента излучения, называемая характеристическим излучением, возникает при взаимодействии быстрых электронов с электронной оболочкой атома.

Электроны, входящие в атом, имеют различные энергии связи определяемые квантовыми числами n , l и s . В основном энергия определяется главным квантовым числом n . В состоянии с $n=1$ находятся два электрона, образующие К-оболочку атома, семь электронов с $n=2$ образуют L-оболочку. Электроны, для которых $n=3$, входят в состав M-оболочки и т.д.

Электрон, входящий в состав одной из оболочек, может быть выбит падающим на анод быстрым электроном. Образующаяся при этом вакансия заполняется путем перехода электрона с другой оболочки. При переходе испускается квант энергии, равный разности энергий начального и конечного состояний. Излучение, возникающее при таком переходе, очень близко к монохроматическому и образует в спектральном распределении узкую и интенсивную линию.

Рассмотрим в качестве примера излучение, возникающее при ионизации К-оболочки. Вакансия на К-оболочке может быть заполнена, во-первых, переходами из L-оболочки. Восемь электронов, входящие в эту оболочку, в свою очередь, подразделяются по величине энергии связи на три подгруппы, образующие L_I , L_{II} и L_{III} подоболочки. Переход L_I - К запрещен так называемыми правилами отбора. Два другие перехода L_{II} - К и L_{III} - К разрешены и приводят к возникновению линий K_{α_1} и K_{α_2} (см.рис.2). Так как состояния L_{III} и L_{II} различаются лишь направлением спина, то пара линий K_{α_1} и K_{α_2} называется спин-дублетом. Следует отметить, что рис.2 выполнен не в масштабе.

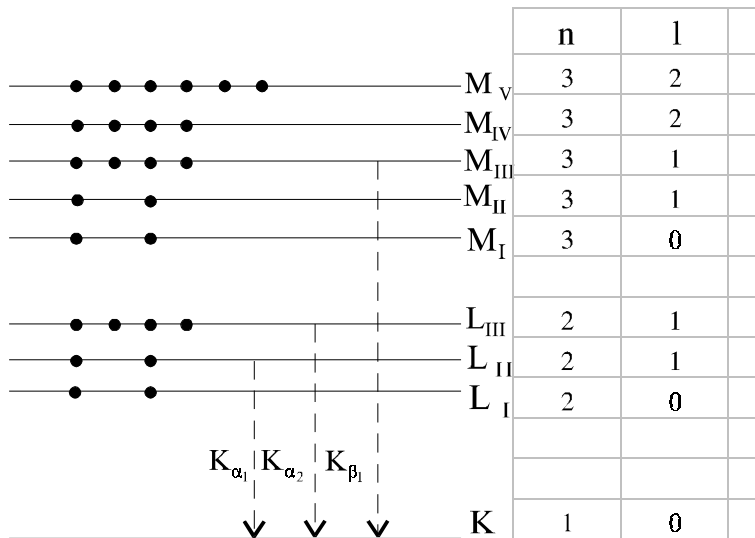


Рис.2

В действительности расстояние по энергетической шкале между подуровнями L_{II} и L_{III} (тем более M_I - M_V подуровнями) в сотни раз меньше расстояния от этих подуровней до K-уровня.

Переходы электронов с M-оболочки на вакантное место в K-оболочке

значительно менее вероятны и поэтому соответствующие им линии слабы. Наиболее интенсивная из этих линий возникает при переходе M_{III} - K и называется K_{β₁}.

Вся совокупность линий, возникающих в результате ионизации K-оболочки, называется K-серией, а упомянутые выше линии K_{α₁}, K_{α₂} и K_{β₁} являются самыми интенсивными линиями этой серии. Только эти линии и будут наблюдаться при выполнении лабораторных работ, приведенных в этом описании.

Для того, чтобы падающие электроны могли произвести ионизацию K-оболочки, их энергия должна быть больше энергии связи K-электронов с ядром. Эта энергия связи, выраженная в электрон-вольтах, называется потенциалом ионизации K-оболочки. Эксперимент показывает, что потенциалы ионизации так же как и длины волн характеристических линий зависят от порядкового номера элемента z. Для того чтобы дать представление о потенциалах ионизации и о длинах волн линий K-серии, их величины приведены в таблице I для элементов, наиболее часто используемых в качестве рентгеновских трубок.

Разность потенциалов между катодом и анодом работающей рентгеновской трубки обычно составляет несколько десятков киловольт. При таком напряжении интенсивность характеристических линий в максимуме в тысячи раз превышает интенсивность тормозного спектра под ними. Однако характеристические линии очень узки, поэтому их интегральная интенсивность есть величина того же порядка, что и интегральная интенсивность тормозного спектра. Опишем теперь вкратце устройство технических источников рентгеновского излучения рентгеновских трубок.

Таблица I.

Вещество	Fe	Co	Ni
Порядковый номер	26	27	28
Потенциал возбужд.(кВ)	7,1	7,71	8,2
$K_{\alpha_1}^0, \text{A}$	1,936	1,789	1,6
$K_{\alpha_2}^0, \text{A}$	1,94	1,793	1,6
$K_{\beta_1}^0, \text{A}$	1,757	1,621	1,5

Каждая рентгеновская трубка имеет источник электронов (катод), который представляет собой вольфрамовую спираль, накаливаемую током до температур, обеспечивающих термоэлектронную эмиссию. Против катода укрепляется анод, изготавливаемый обычно из медной трубы с массивным дном, на которое наваривается металлическое зеркало из того или иного металла. Как катод, так и анод покрыты специальными колпачками. Форма этих колпачков такова, что при подаче на них напряжения они образуют электростатическую линзу, сжимающую исходящие из нити катода электроны в узкий пучок поверхности зеркала анода. Так как при торможении электронов выделяется большое количество тепла, то анод работающей трубки непрерывно охлаждается изнутри приточной водой. Чтобы упростить задачу охлаждения, анод трубки заземляется, а высокое напряжение отрицательной полярности подается на катод.

Для выхода из трубки рентгеновского излучения в металлическом колпачке, окружающем анод, сделаны четыре отверстия (окна), закрытые тонкими пластинками из бериллия, который поглощает рентгеновское излучение очень слабо. Рентгеновские лучи выходят из этих окон четырьмя узкими пучками.

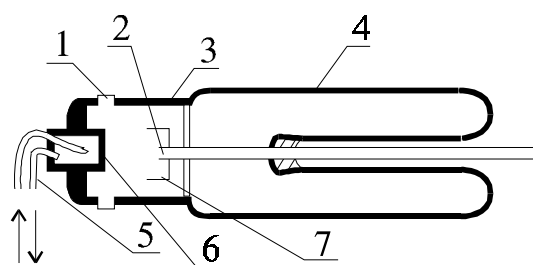


Рис.3

Для питания рентгеновской трубки необходимы два источника: один из них обеспечивает нагрев катода трубки, второй создает разность потенциалов между анодом и катодом.

Сила тока, проходящего через трубку, а, следовательно, и интенсивность рентгеновского пучка может

регулироваться изменением тока накала катода. Устройство рентгеновской трубки изображено на рис.3. Напряжение между анодом и катодом трубки регулируется изменением напряжения, подаваемого на первичную обмотку высоковольтного трансформатора, во вторичную цепь которого включена трубка. Элементом, выпрямляющим ток во вторичной цепи, может служить как сама трубка, так и включенный специально для этой цели высоковольтный кенотрон. Оба возможных способа включения трубки изображены на рис.4.

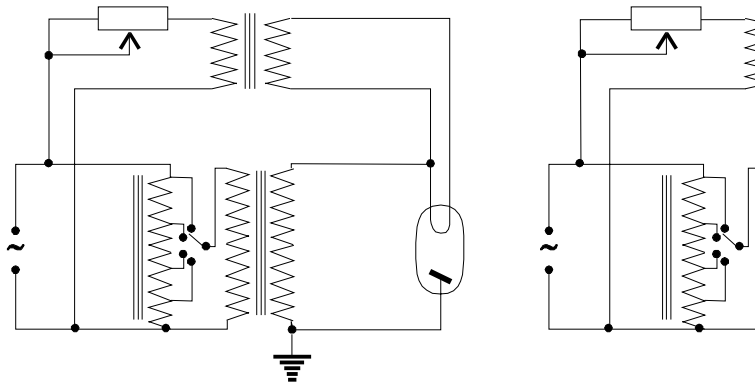


Рис.4

Перед выполнением работы на рентгеновской установке необходимо ознакомиться с правилами техники безопасности!

§ 2. Кристаллическая решетка и ее трансляционная симметрия.

Кристаллические тела характерны упорядоченностью своего внутреннего строения. Их атомы закономерно расположены в пространстве и образуют правильную кристаллическую решетку.

Всякой кристаллической решетке свойственна трансляционная симметрия, проявляющаяся в том, что она может быть совмещена сама с собой путем параллельного переноса по определенным направлениям и на определенные расстояния. Конечно, строго говоря, такое совмещение может быть выполнено только лишь для бесконечной решетки, но размеры кристаллов обычно столь велики по сравнению с межатомными расстояниями, что мы можем считать их кристаллические решетки бесконечными.

В каждой кристаллической решетке можно выделить группу атомов или ионов, которая периодически повторяется в пространстве. Эта группа является как бы элементарным “кирпичиком”, из которого сложена кристаллическая решетка. Всю решетку можно построить повторением одной группы, путем ее параллельного переноса. Для того чтобы лучше изучить закон, по которому та группа повторяется в пространстве, можно каждую такую группу обозначить только одной точкой. Совокупность таких точек, называемых узлами, образует трансляционную решетку кристалла.

В отличие от реальной кристаллической решетки трансляционная решетка

Лабораторная работа №25

есть абстрактный геометрический образ, отражающий только трансляционные свойства кристалла. Все особенности конкретной группы атомов, связанной с узлом трансляционной решетки (число атомов, их взаимное расположение и т.д.) отброшены нами при построении трансляционной решетки для того, чтобы они не мешали изучению трансляционной симметрии кристалла. В качестве примера на рис.5 показано построение трансляционной решетки для $NaCl$.

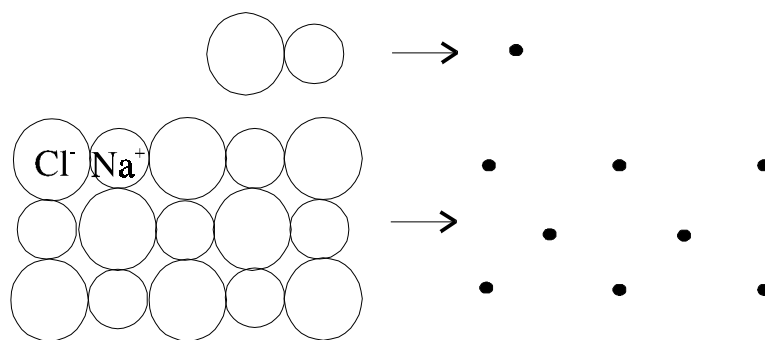


Рис.5

Чтобы упростить рисунок, построение сделано лишь для одного слоя решетки, образованного ионами Na^+ и Cl^- , расположенными в шахматном порядке. В группу ионов, связанную с

одним узлом, в решетке типа $NaCl$ входят только два иона, как это показано на рисунке. В кристаллах других более сложных веществ и группа может быть более сложной, в нее могут входить десятки и даже сотни атомов. В то же время у более простых веществ группа может состоять всего лишь из одного атома.

Все узлы трансляционной решетки совершенно эквивалентны. Если через любые два узла провести прямую, то на этой прямой будет расположено также бесконечное множество других узлов, лежащих друг от друга на равных расстояниях. Такая прямая называется узловой прямой, а расстояние между соседними узлами называется трансляцией вдоль данной узловой прямой. Если решетку сместить вдоль узловой прямой параллельным переносом на целое число трансляций, то она совпадет сама с собой.

Проведем теперь плоскость через две узловые прямые, проходящие через один общий узел. На этой плоскости будет расположено также бесчисленное множество других узловых прямых, параллельных двум начальным и образующих сетку. Ячейкой этой сетки будет параллелограмм, построенный на трансляциях вдоль начальных прямых. Такая плоскость называется узловой плоскостью.

Через узлы трансляционной решетки, которые не вошли в построенную нами узловую плоскость, можно провести другие, параллельные ей плоскости, которые также будут узловыми плоскостями. Все множество узлов трансляционной решетки окажется размещенным на системе параллельных плоскостей. Расстояние между двумя соседними плоскостями системы называется межплоскостным расстоянием и обозначается символом d . Совершенно очевидно, что описанным выше способом можно построить бесконечное множество систем плоскостей, дающих различные межплоскостные

расстояния.

Введем теперь в трансляционной решетке систему координат, поместив ее начало в произвольный узел решетки и направив ее оси по трем некопланарным узловым прямым. Построим параллелепипед, ребрами которого являются трансляции вдоль этих прямых. Этот параллелепипед называется элементарной ячейкой. Координатные оси мы всегда можем провести в направлении трех ближайших узлов решетки. Элементарная ячейка при этом будет иметь узлы только в вершинах.

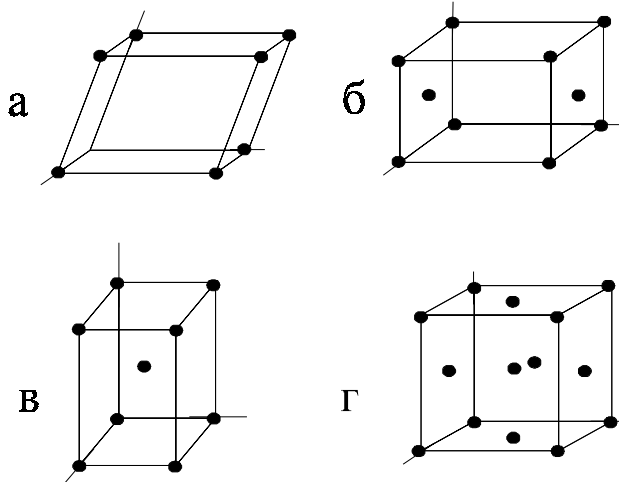


Рис.6

Такая элементарная ячейка называется примитивной и в большинстве случаев обладает низкой симметрией. Однако очень часто оказывается возможным повысить симметрию ячейки (например, сделать ее кубической), если провести оси через более отдаленные узлы решетки. При этом самые близкие к началу координат узлы окажутся или внутри ячейки или в центрах граней ячейки.

В первом случае элементарная ячейка называется объемноцентрированной, во втором - гранецентрированной или базоцентрированной (см. рис.6: здесь а - примитивная ячейка, б - базоцентрированная, в - объемноцентрированная и г - гранецентрированная).

Введение координатных осей позволяет обозначить различные системы параллельных плоскостей, о которых говорилось выше, специальными символами, называемыми индексами Миллера. Вводятся они следующим образом: взяв произвольную плоскость из системы плоскостей, пишут ее уравнение в отрезках на осях координат

$$\frac{x}{A} + \frac{y}{B} + \frac{z}{C} = 1 \quad (4)$$

где А, В и С есть отрезки, отсекаемые плоскостью на осях (см. рис.7).

Уравнение плоскости, написанное в этой форме, справедливо и в косоугольной системе координат.

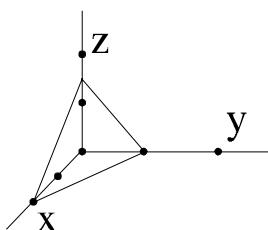


Рис.7

Для измерения отрезков А, В и С удобно ввести для каждой координатной оси специальную единицу длины, равную трансляции вдоль этой оси. Единицы длины для осей x, y и z обозначаются соответственно буквами а, b и

Лабораторная работа №25

с. Эти единицы в общем случае различны, но могут быть равными в частном случае, например, в случае кубической элементарной ячейки. Уравнение (4) остается справедливым и после введения новых единиц длины, т.к. каждая из дробей, входящих в левую часть уравнения, не изменится при переходе к новым единицам.

Можно показать, что длины отрезков А, В и С, измеренные в новых единицах, будут выражаться рациональными числами. Поэтому всегда можно найти такое целое число r , что частные от его деления на А, В и С будут взаимно несократимыми целыми числами.

$$h = \frac{r}{A} \quad k = \frac{r}{B} \quad l = \frac{r}{C} \quad (5)$$

Уравнение (4) следовательно можно переписать в виде: $hx + ky + lz = r$ (6)

Переход от данной узловой плоскости к другой узловой плоскости, параллельной данной, приводит к одновременному сокращению или увеличению всех отрезков А, В и С, а это вызывает соответствующее изменение r , числа же h , k и l остаются неизменными. Поэтому числами h , k и l можно характеризовать всю систему параллельных узловых плоскостей. Именно эти числа и называются индексами плоскостей или индексами Миллера. Записываются они всегда в круглых скобках (h, k, l); если один или несколько индексов отрицательны, то знак “-” пишется над цифрой, например $(1, \bar{2}, 0)$. Целочисленный множитель r , как можно показать, является номером плоскости, если нумерацию вести от начала координат, приписав плоскости, проходящей через начало, нулевой индекс.

Пример 1.

Плоскость отсекает на осях отрезки: $A=2$ периода, $B=1$ период, $C=1,5$ периода (см.рис.7). Определить индексы Миллера.

Решение:
$$h = \frac{r}{2}, \quad k = \frac{r}{1}, \quad l = \frac{r}{3/2}.$$

Минимальное значение r , обеспечивающее целочисленность всех индексов равно шести, индексы плоскости (3, 6, 4).

Пример 2.

Определить индексы плоскостей, образующих грани куба.

Решение:

Как следует из определения индексов Миллера., параллельность плоскости какой-либо координатной оси означает, что эта плоскость имеет индекс 0 для соответствующей оси. Так как каждая грань куба параллельна двум координатным осям, то два ее индекса равны нулю, а третий равен единице. Индексы граней суть $(1, 0, 0)$, $(0, 1, 0)$, $(0, 0, 1)$.

При исследовании кристаллов очень часто возникает необходимость определить межплоскостное расстояние для системы параллельных плоскостей с индексами (h, k, l) .

В общем случае это расстояние d является сложной функцией основных трансляций решетки a, b, c , индексов (h, k, l) и углов между координатными осями. Однако применительно к трансляционным решеткам кубической симметрии, для которых $a = b = c$ и углы между координатными осями равны 90° , выражение для межплоскостного расстояния упрощается и может быть дано в виде:

$$d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (7)$$

Эту формулу следует запомнить, т.к. она потребуется в дальнейшем при расшифровке рентгенограммы.

§ 3. Дифракция рентгеновских лучей в объемной кристаллической решетке.

При движении в кристаллической решетке электромагнитная волна рассеивается на атомах, составляющих эту решетку. Каждый атом становится центром сферической вторичной волны. Поставим перед собой задачу отыскания тех направлений, в которых вторичные волны усиливают друг друга. Прежде всего всю рассеивающую способность группы атомов, представленной узлом в трансляционной решетке, мы приписываем этому узлу. Для этого мы складываем волны, рассеянные различными атомами группы, с учетом разности фаз между ними и эту суммарную волну считаем распространяющейся из узла трансляционной решетки. Конечно, такая волна будет иметь неодинаковую

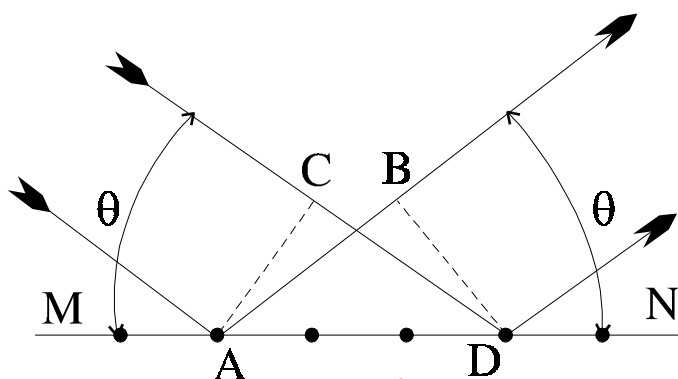


Рис.8

интенсивность в различных направлениях, но вопросы интенсивности нас пока не интересуют. В дальнейшем мы будем говорить о рассеянии рентгеновской волны узлами трансляционной решетки.

Вернемся к определению направлений, в которых

Лабораторная работа №25

вторичные волны, совпадая по фазе, усиливают друг друга. Прежде всего можно показать, что волны, рассеянные узлами одной узловой плоскости, усиливают друг друга в направлении зеркального отражения. На рис.8 прямая MN представляет собою сечение плоскости (h, k, l) с плоскостью чертежа. Сама плоскость проходит через перпендикулярно плоскости чертежа. Пусть на плоскость (h, k, l) падает плоская волна под углом скольжения θ . Нетрудно заметить, что в направлении зеркального отражения разность хода двух волн рассеянных любыми двумя узлами данной плоскости, равна нулю. Действительно, разность хода равна разности отрезков \overline{AB} и \overline{CD} , которые равны в силу симметрии построения. Это утверждение справедливо для произвольного угла θ и произвольного размещения узлов на данной плоскости.

Приведенное выше рассуждение можно в равной степени применить к любой плоскости из системы параллельных плоскостей (h, k, l). Следовательно, каждая плоскость системы (h, k, l), образует в направлении зеркального отражения вторичную волну, однако разность хода этих волн будет уже отлична от нуля. Очевидно, что эти волны усилят друг друга, если разность хода равна целому числу длин волн. Как непосредственно видно из рисунка 9, разность между

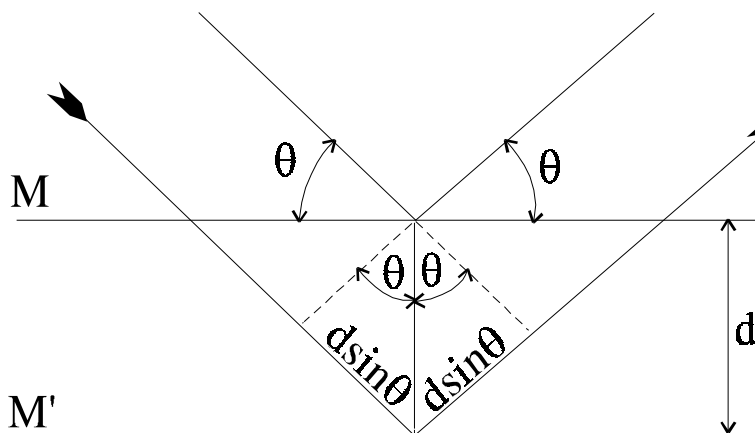


Рис.9

волнами, отраженными от двух соседних равна $2d \sin \theta$. Следовательно, условие отражения рентгеновских лучей от кристалла можно записать в виде:

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (8)$$

Это условие было одновременно получено Вульфом и Брэггом и называется поэтому условием Вульфа-Брэгга. Используя приведенное ранее выражение d для кристаллов кубической сингонии (7), можно написать:

$$\frac{2a \sin \theta}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} = n\lambda \quad \text{или} \quad \frac{2a \sin \theta}{\sqrt{n^2 h^2 + n^2 k^2 + n^2 l^2}} = n\lambda \quad (9)$$

Произведения nh , nk и nl обозначаются символами h^* , k^* и l^* называются индексами интерференции. В отличие от индексов Миллера они могут иметь общий множитель, больший единицы.

Допустим теперь, что на монокристалл падает монохроматическое рентгеновское излучение с длиной волны λ , причем ориентация монокристалла относительно рентгеновского пучка совершенно случайна. Поставим вопрос: найдется ли в этом монокристалле хотя бы одна система параллельных плоскостей (h, k, l) , которая была бы ориентирована таким образом, что уравнение (8) выполнялось бы. (В дальнейшем для краткости вместо слов “система параллельных плоскостей (h, k, l) ” мы будем говорить “плоскость (h, k, l) ”, понимая под этим всю систему). Легко заметить, что далеко не всякая плоскость (h, k, l) способна отражать излучение данной длины волны. В самом деле, если $d < \frac{\lambda}{2}$, то даже при максимальном значении $\sin \theta$, равном единице, левая часть уравнения (8) будет меньше правой и условие Вульфа-Брегга не может быть выполнено. Поэтому из бесконечного множества мыслимых плоскостей отражать излучение способно только конечное и обычно небольшое число плоскостей, для которых $d > \frac{\lambda}{2}$. Как следует из равенства (7) это есть плоскости с малыми индексами h , k и l .

Очевидно, нельзя ожидать, чтобы среди таких плоскостей с дискретными наборами фиксированных углов θ и межплоскостных расстояний d нашлась хотя бы одна плоскость, для которой условие (8) выполнялось бы при определенном значении λ . Таким образом отражение монохроматических рентгеновских лучей от монокристалла при его фиксированной ориентации, вообще говоря не должно наблюдаться.

Для того чтобы обеспечить возникновение рентгеновских отражений, применяются три способа.

Первый способ применен в так называемом методе Лауэ и предполагает использование сплошного спектра вместо монохроматического рентгеновского излучения. В сплошном спектре всегда найдутся длины волн, удовлетворяющие уравнению (8).

Второй способ применен в методе Дебая-Шерера, называемом иначе методом порошков. Этот способ предполагает использование монохроматического излучения и поликристаллического образца, т.е. образца, состоящего из множества маленьких кристалликов, ориентированных беспорядочным образом. Всегда найдется кристаллик, в котором плоскость (h, k, l) , способная отражать излучение данной волны, попадает в отражающее положение.

Лабораторная работа №25

Наконец, третий способ обеспечить возникновение рентгеновских отражений состоит в том, что монокристалл, на который падает монохроматический рентгеновский пучок, вращают вокруг оси, не совпадающей с рентгеновским пучком. При этом угол падения пучка на каждую плоскость (h , k , l) непрерывно изменяется и при некоторых положениях кристалла удовлетворяет условию Вульфа-Брегга.

В настоящем описании приведен только первый и второй способы получения рентгенограмм, т.к. третий способ более сложен.