

Образовательный ресурсный центр по направлению физика

#### Е.О. Филатова, А.С. Конашук

## СПЕКТРАЛЬНОЕ РАСПРЕДЕЛЕНИЕ РЕНТГЕНОВСКОГО ИЗЛУЧЕНИЯ В УСЛОВИЯХ БРЭГГОВСКОЙ ДИФРАКЦИИ

Учебно-методическое пособие (описание лабораторной работы)

Рецензенты: д. ф.-м. н., профессор А.А. Павлычев, к. ф.-м. н., доцент А.А. Пастор

Рекомендовано к печати Ученым советом физического факультета СПбГУ (выписка из протокола № 9 от 15.11.2016 г.)

Учебно-методическое пособие предназначено для студентов СПбГУ естественно-научных направлений обучения. Оно может быть полезно также учащимся и преподавателям средних и средне-специальных учебных заведений.

Лабораторная работа выполняется на оборудовании Образовательного ресурсного центра по направлению физика Научного парка СПбГУ (http://researchpark.spbu.ru).

Введение	2
1. Рентгеновские лучи: тормозное и характеристическое рентгеновское излучение	3
2. Введение в рентгеновскую оптику кристаллов	14
3. Порядок выполнения работы.	17
3.1. О рабочей установке и использовании программы «X-ray apparatus»	17
3.2. Изучение зависимости интенсивности рентгеновского излучения от угла скользящего падения θ (спектра) в условиях Брэгговской дифракции при различных значениях тока эмиссии.	19
3.3. Измерение спектра в условиях Брэгговской дифракции при различных значениях анодного напряжения	20
3.4. Разрешение компонент мультиплета в высоких порядках дифракции.	21
3.5. Определение параметра кристаллической решетки неизвестного монокристалла.	22
4. Примерная структура отчета	23
5. Контрольные вопросы	24

### <u>СОДЕРЖАНИЕ</u>

### Введение.

8 ноября 1895 г. профессор Вильгельм Конрад Рёнтген (1845–1923) сделал одно из важнейших открытий конца XIX века. Он впервые наблюдал, неизвестные ранее Х-лучи, проникающие через непрозрачные преграды. Оказалось, что эти лучи обладают замечательными свойствами. Большинство свойств этих лучей, названных впоследствии рентгеновскими, было изучено самим Рёнтгеном. Отметим, что именно В. Рёнтгену была присуждена *Первая Нобелевская премия по физике* за сделанное им пятью годами ранее открытие рентгеновских лучей.

При всем огромном интересе к открытому явлению, только спустя более 10 лет английский физик Ч. Баркла доказал их волновую природу. Еще через 6 лет Макс фон Лауэ разработал теорию интерференции Х-лучей на кристаллах, предложив использовать кристаллы в качестве дифракционных решеток.

Научное значение открытия Рентгена подтверждается присуждением еще восьми нобелевских премий за работы в области рентгеновских лучей:

- в 1914 г., за открытие дифракции рентгеновских лучей (М. фон Лауэ);
- в 1915 г., за изучение структуры кристаллов с помощью рентгеновских лучей (отцу и сыну Брэггам);
- в 1917 г., за открытие характеристического рентгеновского излучения (Ч. Баркла);
- в 1924 г., за исследования спектров в диапазоне рентгеновских лучей (М.К. Зигбан);
- в 1927 г., за открытие рассеяния рентгеновских лучей на свободных электронах вещества (А. Комптон);
- в 1936 г., за вклад в изучение молекулярных структур с помощью дифракции рентгеновских лучей и электронов (П. Дебай);
- в 1979 г., за разработку метода осевой (рентгеновской) томографии (А. Кормак и Г. Хаунсфилд);
- в 1981 г., за разработку рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии для химического анализа (К. Сигбан).

# 1. Рентгеновские лучи: тормозное и характеристическое рентгеновское излучение.

Рентгеновские лучи имеют ту же природу, что и лучи видимого света, т.е. являются электромагнитными колебаниями но с очень маленькой длиной волны. На шкале электромагнитных волн рентгеновское излучение занимает спектральную область между ультрафиолетовым (УФ) и гамма-излучением в пределах длин волн  $\lambda$  от 10<sup>2</sup> до 10<sup>-3</sup> нм (или энергий фотонов *hv* от 10 эВ до нескольких МэВ, где частота излучения  $v = c / \lambda$ ) (рис. 1.).



Рис. 1. Шкала электромагнитных волн.

В области 1–100 кэВ гамма-излучение и рентгеновское излучение различаются только по источнику возбуждения: если квант излучается в ядерном переходе (при переходах между возбуждёнными состояниями атомных ядер), то его принято относить к гамма-излучению; если при взаимодействиях электронов или при переходах в атомной электронной оболочке – к рентгеновскому излучению. С точки зрения физики, кванты электромагнитного излучения с одинаковой энергией не отличаются, поэтому такое разделение условно.

Традиционным лабораторным источником рентгеновского излучения является электронная рентгеновская трубка (рис. 2).



Рис. 2. Схематическая диаграмма, изображающая рентгеновскую трубку.

Основными элементами рентгеновской трубки являются катодный и анодный узлы. Катодный узел состоит из катода в виде накаливаемой проволочной вольфрамовой спирали, помещенной внутри фокусирующего устройства, и массивного медного анода с припаянной к его торцу пластинкой из того или иного металла, называемой зеркалом. Поскольку большая часть энергии тормозящихся в веществе анода (зеркала) электронов превращается в теплоту и только ничтожная часть их энергии (около 0,1–1 %) превращается в энергию рентгеновского излучения, анод снабжен охлаждающим устройством. Как правило, анод работающей трубки непрерывно охлаждается изнутри проточной водой. Для обеспечения свободного движения электронов от катода к аноду, для тепловой и химической изоляции катода, а также для предотвращения возможности возникновения газового разряда между электродами, в трубке при ее изготовлении создается высокий вакуум (порядка  $10^{-6} - 10^{-7}$  MM. pt. ct.).

Работа трубки сводится к следующему: электроны, испускаемые накаленной вольфрамовой спиралью (катодом), фокусируются в узкий пучок и ускоряются электрическим полем, созданным в пространстве анод – катод благодаря высокому анодному напряжению (при положительной полярности анодного напряжения: плюс на аноде, минус на катоде трубки). Изменяя ток

накала катода при постоянном напряжении на аноде можно регулировать анодный ток.

На электрон, находящийся в электрическом поле, действует сила, определяемая выражением:

$$F_e = -e \cdot E = e \cdot gradU, \qquad (1)$$

где  $F_{\rm e}$  – сила, действующая на электрон; e – заряд электрона (абсолютная величина его); Е – напряженность электрического поля; U – потенциал поля (меняющийся от точки к точке междуэлектродного пространства). Под действием силы F<sub>e</sub> электрон приходит в движение и перемещается, набирая скорость, в сторону возрастания потенциала в электрическом поле. Начальной скоростью вылета электрона из катода можно пренебречь в силу ее малости. При этом скорость электрона в любой точке его траектории будет определяться только пройденной им разностью потенциалов, и не будет зависеть от пути его движения от катода к данной точке. Скорость электрона, вылетевшего из катода, условно выражаемая в вольтах, будет всегда равна потенциалу той точки пространства, в которой он находится, отсчитываемому относительно катода. Скорость электрона при ударе об анод, выраженная в вольтах всегда будет численно равна мгновенному значению приложенного к трубке анодного напряжения. Ударяясь с большой скоростью о малую резко ограниченную площадку зеркала анода (фокус), эти электроны при торможении возбуждают рентгеновское излучение, которое выходит через отверстие (окно), закрытое тонким слоем из материала (например, бериллия), слабо поглощающего рентгеновское излучение.

Систематическое изучение условий возбуждения и свойств генерируемых лучей показало, что в общем случае рентгеновское излучение состоит из двух компонентов: тормозного и характеристического рентгеновского излучения. Огромный вклад в развитие теории тормозного и характеристического рентгеновского излучения внес Арнольд Зоммерфельд. В самом общем схематическом виде спектральное распределение рентгеновского излучения, возбуждаемого электронами, показано на рис. 3. Характеристические линии

появляются на фоне гладкого широкого распределения интенсивности тормозного рентгеновского излучения.



Рис. 3. Схематический вид спектрального распределения рентгеновского излучения, возбуждаемого электронами.

*Тормозное излучение* (непрерывный или сплошной спектр), возникает в результате рассеяния электронов катодного пучка (бомбардирующего зеркало анода) на экранированных внутренними электронами атомов ядрах (рис. 4).



**Рис. 4.** Зависимость спектральной интенсивности тормозного излучения  $I_{\lambda}$  для вольфрамового анода от длины волны  $\lambda$  при разных напряжениях U (слева).

При прохождении электрона катодного пучка вблизи атома анода он претерпевает значительное отклонение (рис. 4) и его движение в первом

приближении можно описать как движение в поле центральных сил ядра атома с зарядом  $Z \cdot e$ . В этом случае электрону катодного пучка сообщается ускорение *a*, равное

$$a = \frac{Z \cdot e^2}{m \cdot r^2},\tag{2}$$

где е – заряд, т – масса электрона. Согласно законам классической электродинамики, под влиянием полученного ускорения электрон излучает электромагнитную энергию. В процессе излучения электрон тормозится и после прохождения атома движется с меньшей скоростью. Важнейшая особенность тормозного спектра заключается в том, что он имеет резкую волн (рис. 4). Существование границу co стороны коротких длин коротковолновой границы непосредственно вытекает из квантовой природы излучения. Действительно, если излучение возникает за счёт энергии, теряемой электроном при торможении, то энергия кванта не может превысить энергию электрона eU, которую он имел в момент соударения с зеркалом анода, т.е. hv < eU. Обозначим коротковолновую границу тормозного спектра через $v_{max}$ . Тогда получим:

$$hv_{\rm max} = eU$$
 или  $\lambda_0 = \frac{c}{v_{\rm max}} = \frac{1,24}{U},$  (3)

где  $\lambda_0$  – коротковолновая (граничная) длина волны (в нанометрах), U – скорость бомбардирующих электронов, выраженная в киловольтах, численно равная анодному напряжению, приложенному к рентгеновской трубке.

Распределение интенсивности излучения в тормозном спектре можно характеризовать так называемой плотностью интенсивности в спектре:

$$I_{\lambda} = \frac{dI}{d\lambda},\tag{4}$$

где *I* – интегральная интенсивность излучения, измеряемая в имп./с, λ – длина волны. Плотность интенсивности при прочих равных условиях является функцией длины волны и определяется выражением:

$$I_{\lambda} = AiZ \frac{1}{\lambda^2} \left( \frac{1}{\lambda_0} - \frac{1}{\lambda} \right), \tag{5}$$

где Z – атомный номер элемента, из которого состоит зеркало анода трубки; i – сила анодного тока в трубке; A – постоянная, зависящая от выбора единиц;  $\lambda_0$  – граничная длина волны, определяемая соотношением (3);  $\lambda$  – длина волны излучения, соответствующая значению  $I_{\lambda}$ .

Интегрируя выражение (5) в пределах от  $\lambda = \lambda_0$  до  $\lambda = \infty$ , можно получить расчетную формулу для интегральной интенсивности тормозного излучения, которая будет иметь вид:

$$I = CZi(U)^2, (6)$$

где C – постоянная, зависящая от выбора единиц. Как видно из (6), интенсивность излучения I возрастает пропорционально атомному номеру элемента Z, из которого сделано зеркало анода, силе анодного тока i в трубке и квадрату анодного напряжения U.

Воспользовавшись выражением (5) для  $I_{\lambda}$ , найдем значение  $\lambda_{\max}$ , при котором  $I_{\lambda}$  имеет максимум. Приравняв  $dI_{\lambda}/d\lambda$  нулю и решив полученное уравнение относительно  $\lambda$ , найдем:

$$\lambda_{\max} = \frac{3}{2}\lambda_0, \qquad (7)$$

При  $\lambda = \lambda_0$  и при  $\lambda = \infty I_{\lambda} = 0$ .

Зависимость пространственного распределения интегральной интенсивности тормозного излучения от величины напряжения показана на рис. 5. Как видно из рисунка, при средних энергиях электронов (ниже 500 кэВ) пространственное распределение излучения оказывается близким к сферически симметричному. С ростом энергии электронов, т.е. с увеличением напряжения на трубке, наблюдается все более резко выраженная направленность излучения. В традиционных рентгеновских трубках, рассчитанных на работу при напряжениях ниже 500 кВ, используются массивные аноды, срезанные под

некоторым углом, и используется излучение, направленное перпендикулярно к направлению движения пучка электронов (рис. 2).



Рис. 5. Пространственное распределение интегральной интенсивности тормозного излучения.

Тормозное излучение возникает даже при сравнительно небольших энергиях электронов, бомбардирующих анод (рис. 6а). По мере увеличения напряжения на трубке кинетическая энергия электронов возрастает до значений достаточных для ионизации атомов материала анода, в том числе оказываются возможными процессы выбивания электронов из заполненных внутренних электронных оболочек атомов. Поскольку время жизни возбуждённого состояния иона достаточно мало, для электронов, находящихся на более высоких оболочках, становится энергетически переход выгодным на освободившееся место и, как следствие, вакансии во внутренних оболочках, возникающие вследствие ионизации атома, заполняются за счет каскада переходов электронов из внешних оболочек атомов. Возбужденные атомы, переходя в основное энергетическое состояние, испускают рентгеновские кванты. В результате возникает линейчатый спектр. Поскольку длины волн линий В спектре зависят ОТ материала анода, спектры назвали характеристическими (рис. 6б).



**Рис. 6** Схематический вид спектрального распределения тормозного излучения без характеристического (напряжение на трубке меньше потенциала ионизации К-уровня) (*a*) и тормозного излучения вместе с характеристическим излучением (*б*) при достаточном напряжении на трубке.

Спектр характеристического рентгеновского излучения состоит из нескольких групп (или серий) линий, сильно отличающихся друг от друга по длине волны (рис. 7). Для тяжелых элементов найдено пять таких серий линий; они обозначаются буквами K, L, M, N, O.



Рис. 7. Схематическая диаграмма рентгеновских переходов атома.

Каждая серия состоит из определенного числа линий. Серия К образована из наиболее жестких лучей (т.е. с наименьшей длиной волны) (рис. 7). Например, в спектре характеристического излучения вольфрама, атомный номер которого Z = 74, обнаружено три серии K, L, M, причем длины волн линий спектра К-излучения находятся в пределах 0,178–0,213 Å, L-серии – 1,025–1,675 Å, М-серии – 6,066–6,973 Å.

Спектр образуют спонтанные излучательные переходы на вакансию во внутренней оболочке атома электронов из оболочек с меньшей энергией. Характеристическое излучение возникает одновременно с тормозным излучением при выполнении определенных условий. Линии каждой серии возникают только тогда, когда скорость электронов катодного пучка, т.е. когда напряжение, приложенное к трубке, достигает определенного, так называемого возбуждающего значения  $U_0$ , связанного с наименьшей длиной волны  $\lambda$  данной серии формулой

$$eU_0 = hv = h\frac{c}{\lambda}.$$
(8)

Когда напряжение, приложенное к трубке, постепенно повышается и достигает значения, соответствующего возникновению линии с наименьшей длиной волны данной серии, тогда одновременно появляются все линии серии. К-оболочка обладает одним энергетическим уровнем, поэтому все линии К-серии возникают одновременно при соответствующем возбуждающем напряжении. L-оболочка состоит из трех энергетических уровней, поэтому спектр L-оболочки состоит из трех серий (групп)  $L^{I}$ ,  $L^{II}$  и  $L^{III}$ , возникающих последовательно одна за другой при повышении высокого напряжения. Каждая подгруппа возникает при характерном для нее возбуждающем напряжении.

Отношение интенсивностей отдельных линий данной серии остается постоянным независимо от приложенного к трубке напряжения и анодного тока. Например, для вольфрама интенсивности четырех линий К-серии относятся как 100 : 50 : 30 : 15.

Спектры характеристического излучения различных элементов совершенно одинаковы по строению, т.е. по числу и взаимному расположению линий, но различаются длиной волны.

Спектр характеристического излучения сложного вещества представляет собой наложение спектров, составляющих его элементов.

Интенсивность линий различной длины волны в характеристическом спектре неодинаковая. Интенсивность всех линий растет с повышением анодного напряжения трубки и силы тока в соответствии с законом:

$$I = ai(U - U_0)^n, (9)$$

где a – постоянная величина для данного значения  $\lambda$ , i – сила анодного тока в трубке, U – анодное напряжение,  $U_0$  – напряжение возбуждения для данной серии, n = 1,5 для К-серии и n = 2 для L-серии. Отношение интенсивностей отдельных линий данной серии остается постоянным независимо от приложенного к трубке напряжения.

Повышение анодного напряжения вызывает увеличение интенсивности характеристического излучения, пропорциональное  $(U - U_0)^n$ . Наибольший удельный вес характеристического излучения (К-серии) достигается при питании трубки постоянным напряжением, равным

$$U_{\rm opt} = 4U_0. \tag{10}$$

На рис. 8 показана полная диаграмма дипольных ренттеновских переходов для К- и L-серий атома. На рисунке использованы общепринятые обозначения: n - главное квантовое число оболочки; полное квантовое число электрона (вакансии)  $j = l \pm s = l \pm 1/2$  (l -орбитальное квантовое число, принимающее значения l = 0 (s-уровень), 1 (p-уровень), 2 (d-уровень), 3 (f-уровень), ..., n-1; s = 1/2 -спиновое квантовое число электрона). Спинорбитальное взаимодействие (магнитное взаимодействие орбитального и спинового момента электрона) приводит к расщеплению каждого уровня nl (кроме l=0) на два с $j_1 = l+1/2$  и $j_2 = l-1/2$ . Наибольший вклад в интенсивность линий дают дипольные переходы, подчиняющиеся дипольных линий, в рентгеновском спектре наблюдаются и некоторые обычно очень слабые линии, называемые «квадрупольными». Эти линии возникают при

соблюдении следующих «квадрупольных правил отбора»:  $\Delta l = 0, \pm 2; \Delta j = 0, \pm 1, \pm 2.$ 

Спектральный состав рентгеновского излучения можно проанализировать с помощью дифракции рентгеновского излучения на дифракционной решетке или на монокристалле, в зависимости от длины волны излучения. В области длин волн  $\lambda < 1$  нм в качестве диспергирующего элемента используются монокристаллы.



**Рис. 8.** Диаграмма дипольных рентгеновских переходов атома. Приведены переходы для К- и Lсерий.

### 2. Введение в рентгеновскую оптику кристаллов.

Кристалл является естественной трёхмерной дифракционной решёткой для рентгеновских лучей, т.к. расстояние между атомами кристаллической решетки одного порядка с длиной волны рентгеновских лучей (~1–10 Å). Монокристаллы обладают очень высокой упорядоченностью структуры на атомном уровне. Расстояния между отражающими атомными плоскостями (периоды) кристаллической решетки большинства доступных монокристаллов не превышают 0,4–0,5 нм. В основе рентгеновской оптики кристаллов лежит основополагающее явление селективного отражения излучения определенной длины волны  $\lambda$  падающего под соответствующим углом скользящего падения  $\theta$  (угол Брэгга) к системе отражающих кристаллографических плоскостей кристалла. Это означает, что монокристалл, ориентированный определенным образом по отношению к падающему потоку рентгеновского излучения, будет отражать лишь излучение определенной длины волны, выполняя роль монохроматора.

В 1913 г. отец и сын Брэгги, а также российский учёный Г.В. Вульф, основываясь на теории симметрии кристаллов Шёфлиса-Фёдорова, вывели гениальное уравнение Вульфа-Брэггов. Согласно теории Вульфа-Брэггов, при падении рентгеновского излучения на кристалл, который можно рассматривать как систему параллельных и равноотстоящих атомных плоскостей (рис. 9), взаимное усиление рассеянных волн происходит в направлениях, для которых разность хода  $\delta = AB + BC$  волн, отраженных от соседних параллельных атомных плоскостей решетки, составляет одну или несколько длин волн.



Рис. 9. Система параллельных и равноотстоящих атомных плоскостей в кристалле.

Данное условие описывается законом Вульфа-Брэггов:

$$n\lambda = 2d\sin\theta,\tag{11}$$

где  $\lambda$  – длина волны излучения, d – межплоскостное расстояние отражающих слоёв кристалла,  $\theta$  – угол скользящего падения (т.е. угол между отражающей плоскостью и падающим лучом) излучения на кристалл, n – порядок дифракционного отражения.

На рис. 10, в качестве примера, приведены результаты регистрации интенсивности рентгеновского излучения меди *I* (в данном случае это величина, пропорциональная количеству квантов рентгеновского излучения, попавших в окно датчика в единицу времени) в зависимости от угла скользящего падения  $\theta$ . На фоне сплошного тормозного излучения отчетливо выражены пики характеристического излучения меди. Первая пара пиков отвечает К-серии излучения в первом порядке дифракции (*n*=1): углу скольжения  $\theta \sim 20^\circ$  соответствует линия  $K_\beta$ , а углу  $\theta \sim 23^\circ - K_\alpha$ -линия. Вторая пара пиков (углы скольжения  $\theta$  приблизительно 44° и 50°) отвечает второму порядку дифракции (*n*=2).



**Рис. 10.** Зависимость интенсивности рентгеновского излучения меди R от угла скользящего падения  $\theta$ .

Обратимся к уравнению Вульфа-Брэггов (11). Продифференцировав уравнение, получим:

$$\frac{d\theta}{d\lambda} = \frac{n}{2d} \frac{1}{\cos\theta},\tag{12}$$

Подставляя в уравнение (12)  $\frac{n}{2d} = \sin \theta \frac{1}{\lambda}$ , получим:

$$\frac{d\theta}{d\lambda} = \frac{1}{\lambda} \operatorname{tg} \theta, \qquad (13)$$

Из уравнения (13) следует, что дисперсия возрастает при стремлении угла скользящего падения  $\theta$  к 90°. Это в свою очередь означает увеличение разрешения спектров в высоких порядках дифракции.

## 3. Порядок выполнения работы.

#### 3.1. О рабочей установке и использовании программы «X-ray apparatus».



Рис. 11. Схема рабочей камеры установки (слева) и ее изображение (справа).

На рис. 11 слева представлена схема рабочей камеры установки. Рентгеновская трубка (не показана здесь) создает рентгеновское излучение, которое проходит коллиматор (1) и под углом скользящего падения  $\theta$  падает на поверхность монокристалла (2). Далее излучение, длина волны которого при данном угле  $\theta$  удовлетворяет уравнению Вульфа-Брэггов, дифрагирует под углом  $2\theta$  (относительно направления падающего луча) и регистрируется детектором (3). Изображение рабочей камеры представлено на рис. 11 справа: а – коллиматор, f – столик для крепления монокристалла, g – фиксирующий винт, е – детектор.

Установка позволяет задавать анодное напряжение до 35 кВ и анодный ток (ток эмиссии) до 1 мА.



D 🖪 🛱 🖨 🛛	🕅 🖾 🖉 🛝 🕞
Bragg Planck Transr	nission Moseley
β/°	R 10
	1/s

Рис. 12. Рабочий интерфейс программы «X-ray apparatus».

Settings		×	
Goniometer Sensor Target Coupled B= 0.0	an userneran Parameter U= 35.0 kV βmin= 2.50 I= 1.00 mA βmax= 300	0 ° Δβ= 0.10 ° 00 ° Δt= 1 s	
Current actions	HV Replay Zero	C Loudspeaker	

Рис. 13. Окно «Settings».

Все измерения осуществляются с помощью программы «X-ray apparatus», рабочий интерфейс которой представлен на рис. 12. Самая важная кнопка, это кнопка «Settings» S. При ее нажатии открывается одноименное окно (рис. 13), в котором можно задать параметры измерения и начать/прервать его.

Для каждого измерения автоматически строится график в рабочей области. Каждый следующий график накладывается на предыдущий. Полученную серию измерений можно сохранить в рабочий файл *название.xry* нажатием кнопки «Save Measurement As» 🖺 и, если нужно, обратиться к нему в последующем и дописать другие сканы (кнопка «Open Measurement» 🖭). Кнопка «Clear Measurement or Settings» 🗈 очищает рабочую область от всех открытых/измеренных данных.

#### Важно!

Таблицу с численными данными из файла *название.xry* извлечь нельзя. Поэтому, чтобы сохранить данные в форме, пригодной для обработки, нужно правой кнопкой мыши вызвать выпадающее меню и выбрать команду «Сору Table». Вставить ее в Excel и уже этот файл использовать при обработке.

#### Рекомендация!

Прежде, чем начать измерение с более мелким шагом, сохраните уже измеренные данные через Excel, чтобы не испытывать трудностей при обработке. Дело в том, что программа строит одну общую колонку углов (ось абсцисс) с равномерным шагом под все измерения в серии. Поэтому, если провести измерение с более мелким шагом в некотором диапазоне, вся колонка углов будет целиком перестроена под этот шаг.

Пункты 3.2, 3.3 данной работы выполняются на установке с Мо-анодом. Пункты 3.4, 3.5 выполняются на установке с W-анодом.

3.2. Изучение зависимости интенсивности рентгеновского излучения от угла скользящего падения  $\theta$  (спектра) в условиях Брэгговской дифракции при различных значениях тока эмиссии.

Установите максимально возможное анодное напряжение 35 кВ и максимально возможный ток эмиссии 1 мА. Проведите ознакомительное измерение в диапазоне углов от  $\beta = 2,5^{\circ}$  до  $\beta = 20^{\circ}$  с шагом  $\Delta\beta = 0,1^{\circ}$  и с экспозицией  $\Delta t = 1$  с (краткая запись условий измерения: [35 кВ\_1 мА\_2,5°-20°  $\Delta\beta=0,1^{\circ} \Delta t=1$  с]).





Осуществите серию измерений тормозного спектра (экспозиция  $\Delta t = 1$  с) и характеристических линий  $K_{\alpha}$ ,  $K_{\beta}$  (рекомендуемый шаг $\Delta \beta = 0,03^{\circ}$ , экспозиция  $\Delta t = 3$  с) при трех значениях тока эмиссии 1, 0,8, 0,6 мА. Диапазон углов определите по ознакомительному измерению.

Убедитесь в том, что соотношение интегральной интенсивности характеристических линий и тормозного фона под этими линиями не зависит от тока эмиссии, а коротковолновая граница остается неизменной.

Для оценки интегральных интенсивностей воспользуйтесь программой Origin или другими. С помощью программы «X-ray apparatus» нельзя корректно оценить интегральную площадь характеристических линий и тормозного фона (функция «Calculate Integral» в контекстном меню на самом деле выдает сумму значений каждой экспериментальной точки в указанном диапазоне – т.е. результат сильно зависит от величины шага и выбора диапазона – что не является интегралом).

Проведите также дополнительное измерение при меньшем анодном напряжении: [27 кВ\_1 мА\_2,5°—20°\_  $\Delta\beta$ =0,1°\_  $\Delta t$ =1 с] и сравните его с предыдущим, выполненным при бо́льшем анодном напряжении, но меньшем токе эмиссии (35 кВ, 0,6 мА). Обратите внимание, что интенсивности тормозного излучения примерно совпадают, а интенсивности характеристических линий заметно различаются. В каком случае интенсивность характеристических линий больше?

# 3.3. Измерение спектра в условиях Брэгговской дифракции при различных значениях анодного напряжения.

Пронаблюдав качественно изменение соотношения интенсивностей тормозного и характеристического излучения при изменении анодного напряжения, исследуйте теперь данную зависимость количественно.

Для этого проведите серию измерений, аналогичную предыдущей, и измерение вблизи коротковолновой границы с бо́льшей экспозицией  $\Delta t = 3$  с, варьируя величину анодного напряжения, например: 35, 33, 31, 29 кВ.

Проанализируйте отношение интегральных интенсивностей характеристических линий  $K_{\alpha}$  и  $K_{\beta}$  к интегральной интенсивности

тормозного фона под ними в зависимости от анодного напряжения. Сравните полученный результат с теоретической зависимостью. Также убедитесь, что соотношение интенсивностей самих характеристических линий между собой не изменяется.

Что при этом происходит с положением коротковолновой границы?

#### 3.4. Разрешение компонент мультиплета в высоких порядках дифракции.

Перейдите на рабочее место перед установкой, в которой установлен Wанод и проведите измерение L-серии вольфрама в 1-м и высоких порядках дифракции. Пронаблюдайте увеличение разрешающей способности при использовании высоких порядков дифракции и определите положения характеристических линий в мультиплетах  $L_{\alpha}$  и  $L_{\beta}$ , где это возможно.  $L_{\gamma}$ линию не анализируйте ввиду ее малой интенсивности.



Рис. 15. L-серия вольфрама в 1, 2 и 3-м порядках дифракции. Использовался монокристалл NaCl.

Для этого проведите ознакомительное измерение [35 кВ\_1 мА\_2,5°—60°\_  $\Delta\beta$ =0,1°\_  $\Delta t$ =1 с], определите из него угловые интервалы для измерения L<sub>α</sub> и L<sub>β</sub> мультиплетов по отдельности и проведите измерения при следующих рекомендованных параметрах:

- 2-й порядок дифракции (NaCl монокристалл):  $\Delta\beta=0.02^{\circ}\Delta t=3$  с;
- 3-й порядок дифракции (NaCl монокристалл):  $\Delta\beta = 0.05^{\circ} \Delta t = 5$  с;

• 2-й порядок дифракции (LiF монокристалл):  $\Delta\beta = 0.05^{\circ} \Delta t = 2$  с.

Вычислите угловые положения линий с помощью команды «Calculate Peak Center» и пересчитайте их в шкалу длин волн, используя уравнение Вульфа-Брэггов. Параметр кристаллической решетки использованного монокристалла узнайте у преподавателя или инженера.

## 3.5. Определение параметра кристаллической решетки неизвестного монокристалла.

Замените с помощью инженера монокристалл. Проведите ознакомительное измерение в широком диапазоне углов (но не дальше 60° чтобы детектор не уперся в стенку камеры!) и самостоятельно определите условия для качественного измерения  $L_{\alpha}$  и  $L_{\beta}$  характеристических линий в высоких порядках дифракции. Определите их угловые положения и, зная соответствующие им значения длин волн (по предыдущему пункту), *определите параметр кристаллической решетки неизвестного кристалла*.

Сравните результаты измерений, выполненные на разных монокристаллах. В каком случае разрешающая способность лучше и как она связана с параметром кристаллической решетки?

Сохраните полученные данные в текстовом формате и скопируйте себе программу, если это нужно. Все графики в отчете представьте в шкале длин волн.

## 4. Примерная структура отчета.

- 1. Цель работы, конкретная постановка задачи, априорные ожидания.
- 2. Расчетные формулы с указанием единиц измерения и введение всех используемых обозначений.
- 3. Схема установки.
- 4. Описание процедуры проведения эксперимента, таблицы и графики первичных результатов измерений.
- 5. Обработки экспериментальных данных, таблицы и графики результатов эксперимента.
- 6. Обсуждение результатов.
- 7. Выводы по работе.

## 5. Контрольные вопросы.

- 1. Объясните принцип работы рентгеновской трубки?
- 2. В чем различие тормозного и характеристического излучения?
- 3. При выполнении каких условий происходит дифракция?
- 4. Объясните, почему монокристаллы можно использовать в качестве диспергирующего элемента?
- 5. Любая ли длина волны излучения отразится от поверхности монокристалла при данном угле падения?
- 6. Что понимается под параметром кристаллической решетки кристалла?
- 7. Что такое разрешающая способность, как она связана с порядком дифракции и параметром кристаллической решетки?