

# Рентгеновское изучение кристаллических структур / метод Лауэ



Физика

Современная физика

Природа рентгеновского излучение и его применение



Уровень сложности

твёрдый



Размер группы

2



Время подготовки

45+ Минут



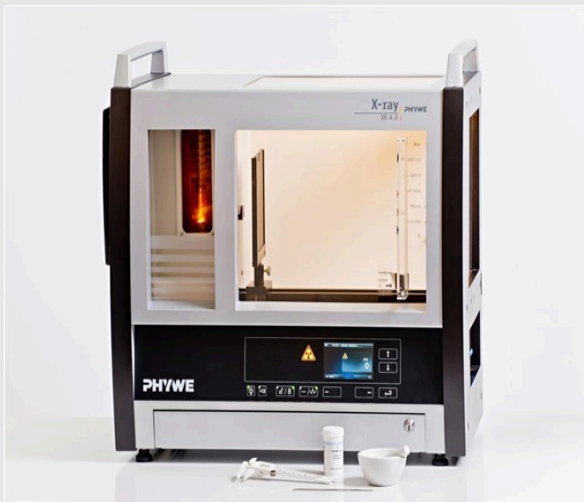
Время выполнения

45+ Минут

**PHYWE**  
excellence in science

# Общая информация

## Описание

**PHYWE**  
excellence in science

Экспериментальная установка

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.

## Дополнительная информация (1/2)

**PHYWE**  
excellence in science

### Предварительные

знания



Предварительные знания, необходимые для этого эксперимента, приведены в разделе "Теория".

### Принцип



Диаграммы Лауэ получают при облучении монокристаллов полихроматическими рентгеновскими лучами. Этот метод в основном используется для определения симметрии и ориентации кристаллов. При облучении монокристалла LiF полихроматическими рентгеновскими лучами возникает характерная дифракционная картина. Эта картина фотографируется и затем оценивается.

## Дополнительная информация (2/2)

**PHYWE**  
excellence in science

### Обучение

цель



### Задачи

Цель данного эксперимента - исследовать картину Лауэ монокристалла LiF.

1. Сфотографируйте картину Лауэ монокристалла *LiF*.
2. Присвойте отражения Лауэ плоскостям решетки кристалла.

## Теория (1/3)

**PHYWE**  
excellence in science

Диаграммы Лауэ получают при облучении монокристаллов полихроматическими рентгеновскими лучами. Этот метод используется в основном для определения симметрии и ориентации кристаллов. Полный анализ диаграмм возможен только для простых кристаллических структур. Необходимым, хотя и недостаточным, условием конструктивного отражения в различных плоскостях решетки является условие Брэгга:

$$2d \sin(\theta) = n\lambda(1)$$

( $d$  = межплоскостное расстояние;  $\theta$  = угол наклона;  $\lambda$  = длина волны;  $n = 1, 2, 3, \dots$ )

С постоянной решетки  $a$  кубического кристалла для расстояния  $d(hkl)$  между отдельными плоскостями решетки справедливо следующее:

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

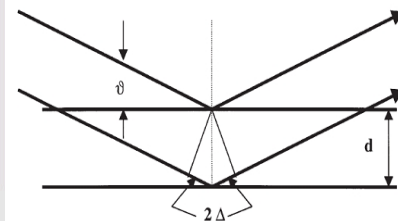


Рис. 1: Брэгговское рассеяние на паре плоскостей решетки

## Теория (2/3)

**PHYWE**  
excellence in science

Если  $L$  - расстояние между отражением и центром рисунка Лауэ, а  $D$  - расстояние между пленкой и образцом (рис. 2), то угол скольжения  $\theta_{\text{exp}}$  который определяется экспериментально, равен:

$$\theta_{\text{exp}} = \frac{1}{2} \arctan\left(\frac{L}{D}\right); L = \sqrt{y^2 + z^2} \quad (3)$$

$y$  и  $z$  - расстояния отражения в системе прямоугольных координат с его началом в центре рисунка.

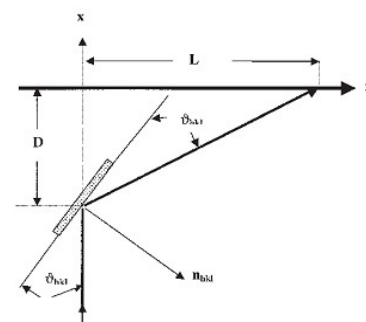


Рис. 2: Геометрия рассеяния картины Лауэ. Ось  $y$  находится в плоскости пленки и перпендикулярна плоскости  $x, z$

## Теория (3/3)

Если рентгеновский луч совпадает с определенным кристаллографическим направлением  $[h^*, k^*, l^*]$  (здесь направление  $[100]$ ) и если он падает на кристаллическую плоскость  $(h, k, l)$ , то угол падения  $\alpha$  (см. рис. 3) определяется скалярным произведением вектора нормали плоскости и вектора падения.

$$\cos(\alpha) = \frac{hh^* + kk^* + ll^*}{\sqrt{(h^2 + k^2 + l^2) \cdot ((h^*)^2 + (k^*)^2 + (l^*)^2)}}$$

Тогда для угла скольжения справедливо следующее:  $\theta_{\text{cal}} = 90^\circ - \alpha$

Согласно теореме сложения и при  $(h^*, k^*, l^*) = (100)$ , из (4) следует, что:

$$\sin(\theta) = \frac{h}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (5)$$

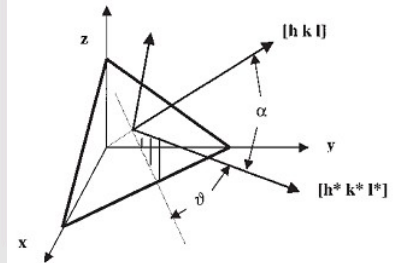


Рис. 3: Отражение от плоскости решетки со случайной ориентацией.

## Оборудование

Позиция	Материал	Пункт No.	Количество
1	<a href="#">XR 4.0 X-ray Базовая рентгеновская установка, 35 кВ</a>	09057-99	1
2	<a href="#">XR4 Съёмная рентгеновская трубка Plug-in Cu tube</a>	09057-51	1
3	<a href="#">XR 4.0 Рентгеноструктурный анализ, расширение</a>	09145-88	1



# Подготовка и выполнение работы

## Выполнение работы (1/3)

Перед началом эксперимента выньте гониометр из экспериментальной камеры.

Затем вставьте трубку диафрагмы диаметром 1 мм в выходное отверстие рентгеновского съемного блока. Добавьте держатель кристалла для картины Лауэ. Установите кристалл LiF с двумя штифтами в держатель так, чтобы закругленные стороны держателя были обращены к рентгеновской трубке. Поместите в темноте пленку в держателе пленки (см. рис. 4) и убедитесь, что держатель плотно закрыт. Закрепите держатель в держателе флуоресцентного экрана и расположите его на внутренней оптической скамье на расстоянии  $D = 1,5-2$  см от кристалла. Точное определение этого расстояния очень важно для последующей оценки. Плоскость пленки должна быть параллельна поверхности кристалла.

Рентгеновская трубка используется на максимальной мощности (анодное напряжение  $U_A = 35$  кВ, анодный ток  $I_A = 1$  мА). Время экспозиции не менее 30 мин (2 часа для слабых отражений) может быть установлено и активировано следующим образом:



Рис. 4: Положение пленки в держателе пленки

## Выполнение работы (2/3)

**PHYWE**  
excellence in science



Рис. 5



Рис. 6

- Выберите рабочие параметры трубки в разделе "Параметры рентгеновского излучения" и подтвердите их нажатием "Enter".
- В разделе "Меню" выберите "Таймер" (рис. 5). → "Продолжительность". Установите желаемое время с помощью кнопок со стрелками. Подтвердите нажатием кнопки "Enter".
- Появится окно "Режим". Выберите "Вкл." и подтвердите выбор кнопкой "Ввод" (рис. 6).
- Чтобы начать эксперимент, закройте и заблокируйте раздвижную дверь и нажмите кнопку "Старт" (рис. 7).



Рис 7

## Выполнение работы (3/3)

**PHYWE**  
excellence in science

Начинается облучение. Оно остановится автоматически по истечении заданного времени облучения. На дисплее можно наблюдать оставшееся время по часам, идущим в обратном направлении, и полосе дисплея.

Рентгеновские пленки должны быть проявлены в фотолаборатории в соответствии с инструкциями на упаковке. Затем пленки промывают в водяной бане перед фиксацией в течение примерно 10 минут. После этого пленки повторно промывают в течение 10 минут, а затем сушат на воздухе. Подробности использования рентгеновской пленки см. в инструкции по применению.





# Оценка

## Задание 1

### Сфотографируйте картину Лауэ монокристалла LiF.

На рис. 8 показана диаграмма Лауэ монокристалла LiF(100) с гранецентрированной кубической кристаллической решеткой (ГЦК). Если дифракционную картину повернуть на  $90^\circ$  вокруг направления первичного луча, она снова совпадает. Поскольку первичный луч падает перпендикулярно плоскости (100) кристалла LiF, направление кристалла [100] является осью симметрии четвертого порядка. Интенсивность отражений зависит от отражающей поверхности кристалла, а также от спектрального распределения интенсивности рентгеновских лучей.

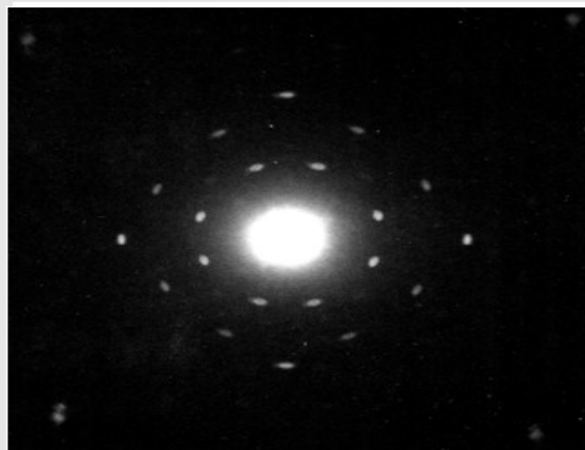


Рис. 8: Картина Лауэ кристалла LiF (100).

## Задание 2

**PHYWE**  
excellence in science

### Присвойте отражения Лауэ плоскостям решетки кристалла.

Угол скольжения  $\theta_{\text{cal}}$  рассчитывается из (5) для всех плоскостей с низкими индексами (h,k,l). Угол  $\theta_{\text{exp}}$  определяется с помощью (3) на основе диаграммы. Отнесение отражений к плоскостям решетки находится при совпадении углов и выполнении условия  $k/l = y/z$ , причем z и y являются координатами отражений.

Окончательный контроль может быть выполнен следующим образом. В соответствии с законом смещения Дуана-Ханта (см. эксперимент P2540905), начало тормозного спектра задается минимальной длиной волны  $\lambda_{\text{min}} = 1.24 \cdot 10^{-6} / u_A$  [м]. Для ускоряющего напряжения  $u_A = 35$  кВ, верно следующее:  $\lambda_{\text{min}} = 35,5$  пм. Это означает, что для отнесения отражений к плоскостям решетки могут играть роль только рентгеновские лучи с длиной волны  $> 35,5$  пм.

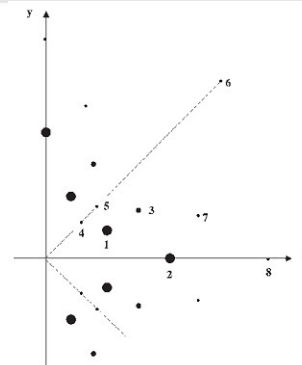


Рис. 9: Схематическое изображение отражений Лауэ.

## Задание 2 (часть 2)

**PHYWE**  
excellence in science

На рис. 9 показано расположение отражений другим способом. Из соображений симметрии оценка может быть ограничена 1/8 части диаграммы. Остальные отражения получаются перестановкой индексов и сменой знака. Отражение № 4 и 8 очень слабо видны на исходной фотографии. Для них необходимо более длительное время выдержки. Таблица 1 показывает результат оценки. Становится ясно, что отражения видны только в том случае, если все индексы Миллера либо все нечетные, либо все четные. Это характерная особенность ГЦК кристаллической решетки.

№	y [мм]	z [мм]	L [мм]	$\theta_{\text{exp}}$ [°]	hkl	$\theta_{\text{cal}}$ [°]	k/l	d/z	d [нм]	$\lambda$ [нм]
1	4.0	12.5	13.75	17.29	113	17.55	0.330	0.32	121.4	72.2
2	0.0	25.5	25.5	26.66	204	26.57	0	0	100.7	90.4
3	9.75	19.0	21.25	24.17	224	24.09	0.5	0.51	82.2	67.3
4	6.75	6.75	9.5	13.34	133	13.26	1	1	92.4	42.6
5	10.75	10.75	15.5	19.33	244	19.47	1	1	90.1	59.6
6	38.75	38.75	54.5	53.30	111	35.26	1	1	232.6	268.8
7	7.0	34.0	35.5	30.75	315	30.47	0.2	0.2	68.1	69.6
8	0.0	45.75	45.75	33.72	406	33.69	0	0	55.8	62.0

Таблица 1: Оценка диаграммы Лауэ

**PHYWE**  
excellence in science

# Приложение

## Альтернативное выполнение работы

**PHYWE**  
excellence in science

Настройка в рентгеновской установке

### Данные

Сменная трубка *Сu* 09057-50  
Напряжение трубки: 35 кВ  
Сила тока луча: 1 мА  
Диафрагма: 1 мм  
Время выдержки: 10-30 минут.

Положение экрана определяется с помощью миллиметровой шкалы на оптической скамье.

### Получение фотографии Лауэ с помощью самопроявляющейся рентгеновской пленки

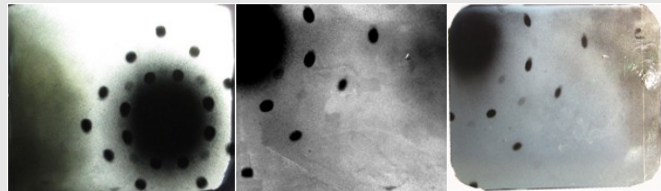
Рентгеноструктурный анализ монокристаллов может быть проведен непосредственно во время лекции с помощью самопроявляющихся рентгеновских пленок в сочетании с экспертным блоком XR 4.0. Если используется медная рентгеновская трубка, фотосъемка занимает всего 12,5 минут. Само проявление занимает 2-3 минуты

## Альтернативное выполнение работы (2/2)

**PHYWE**  
excellence in science

Рентгеновская пленка не располагается по центру перед кристаллом. Вместо этого она смещена, так как для оценки достаточно только квадранта диаграммы. Чтобы оценить диаграмму, она должна быть увеличена. Мы рекомендуем отсканировать фотографию, а затем увеличить ее в цифровом виде

Что касается проявки пленки, пожалуйста, обратитесь к инструкции по использованию, которая прилагается к пленкам. Мы рекомендуем проявлять пленку в течение 2 минут вместо 50 секунд. Очень важно после извлечения проявленной пленки из упаковки поддержать ее под проточной водой. Не сушите ее полотенцами. Дайте ей высохнуть только на воздухе.



Время  
экспозиции:  
30 минут  
Экран с  
диагональю  
4,7 см

Время  
экспозиции:  
20 минут  
Экран с  
диагональю  
4,7 см

Время  
экспозиции:  
12,5 минут  
Экран с  
диагональю  
5,5 см