

Rentgenografia strukturalna(2)

Rozwiązania techniczne i przykłady

B. Augustyniak

Wilhelm Conrad Roentgen żył w latach 1845-1923. Badał, między innymi, zjawisko promieniowania katodowego (zjawisko to występowało w czasie przepływu prądu elektrycznego przez rurkę z rozrzedzonym gazem - rurka zaczynała świecić naprzeciw ujemnej elektrody, za co odpowiedzialne miały być niewidzialne promienie wypływające z katody).



W. C. Roentgen

Naukowiec obserwował oddziaływani ich z metalami. Zauważył, że znajdujące się obok zestawu doświadczalnego fluorescencyjne kryształy zaczynały świecić nawet wówczas, gdy doświadczeni przeprowadzał w całkowitej ciemności. Zjawisko to starał się wytłumaczyć istnieniem nieznanego i tajemniczego nowego rodzaju promieniowania - promieniowania X. Roentgen odkrył, że owo promieniowanie w różnym stopniu jest pochłaniane przez różne materiały. Pozwoliło mu to na wykonanie pierwszego zdjęcia szkieletu dłoni żyjącego człowieka.

Promienie X (1)

Roentgen stwierdził, iż odpowiedzialny za tą fluorescencję musi być czynnik, który może przenikać z wnętrza rury próżniowej poprzez ciemną tekturę (nie przenikliwą dla promieniowania widzialnego czy nadfioletowego) na zewnątrz układu. W kolejnych doświadczeniach naukowiec pokazał, że czynnik ten (nazwał go promieniami X) może w różnym stopniu przenikać przez różne ciała (stopień przezroczystości danego ciała. Roentgen oznaczał poprzez stosunek jasności fluoryzującego ekranu umieszczonego za danym ciałem, do jasności ekranu nieosłoniętego). I tak na przykład papier i folia cynkowa mają dużą przezroczystość. Drewno trochę mniejszą. Jeszcze mniejszą ma aluminium. Przezroczyste są cienkie płytki miedzi, srebra, złota, czy platyny (grube płytki już nie). Znacznie mniej przezroczyste okazują się związki zawierające domieszki ołowiu (na przykład szkło ołowiowe). Natomiast warstwy ołowiu są praktycznie nieprzezroczyste.

Naukowiec spostrzegł, że także ciało ludzkie jest przezroczyste dla promieni X – Roentgen włożył rękę między rurę próżniową, a ekran i zaobserwował na nim ciemne cienie kości na tle lekko zacienionego zarysu swojej ręki.



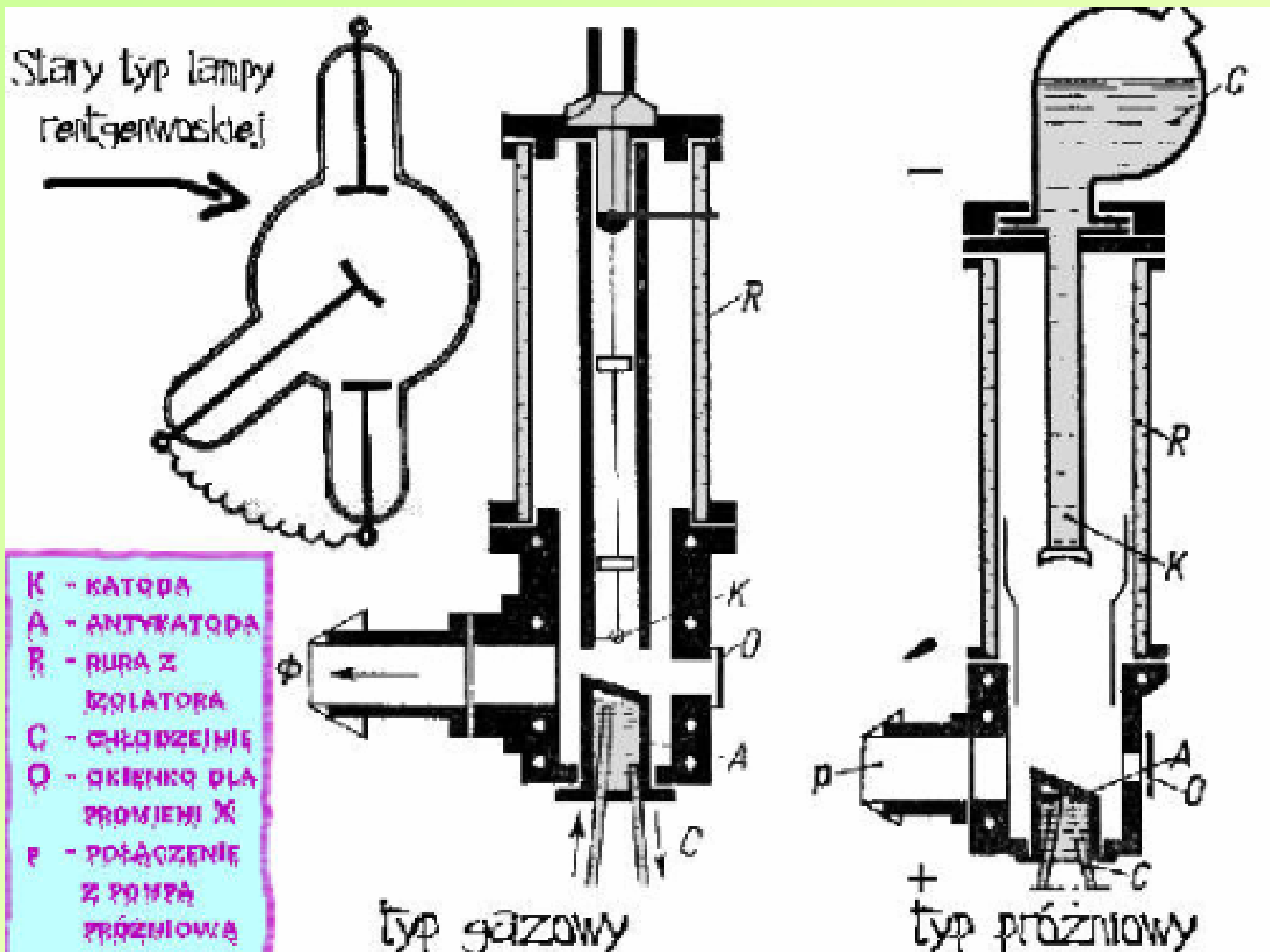
Promienie X (2)



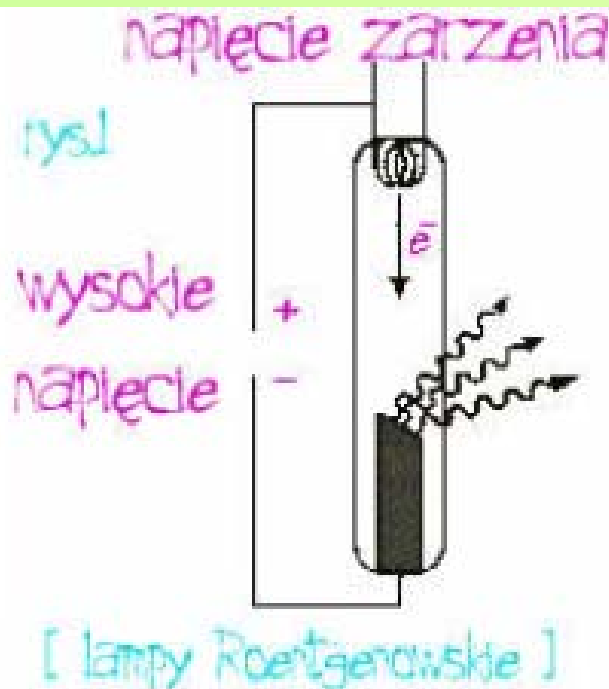
Promienie X – podstawy (abc)

Promieniowanie X są to fale elektromagnetyczne o długości od około 0,0001 nanometrów do około 100 nanometrów. Powstaje ono w wyniku hamowania cząstek naładowanych przez materię (na przykład wiązki elektronów - promieni katodowych) lub w czasie przechodzenia elektronów w atomie z poziomów o wyższej energii na poziomy o energii niższej. Promieniowanie X cechuje duża przenikliwość (szczególnie promieniowania o mniejszej długości).

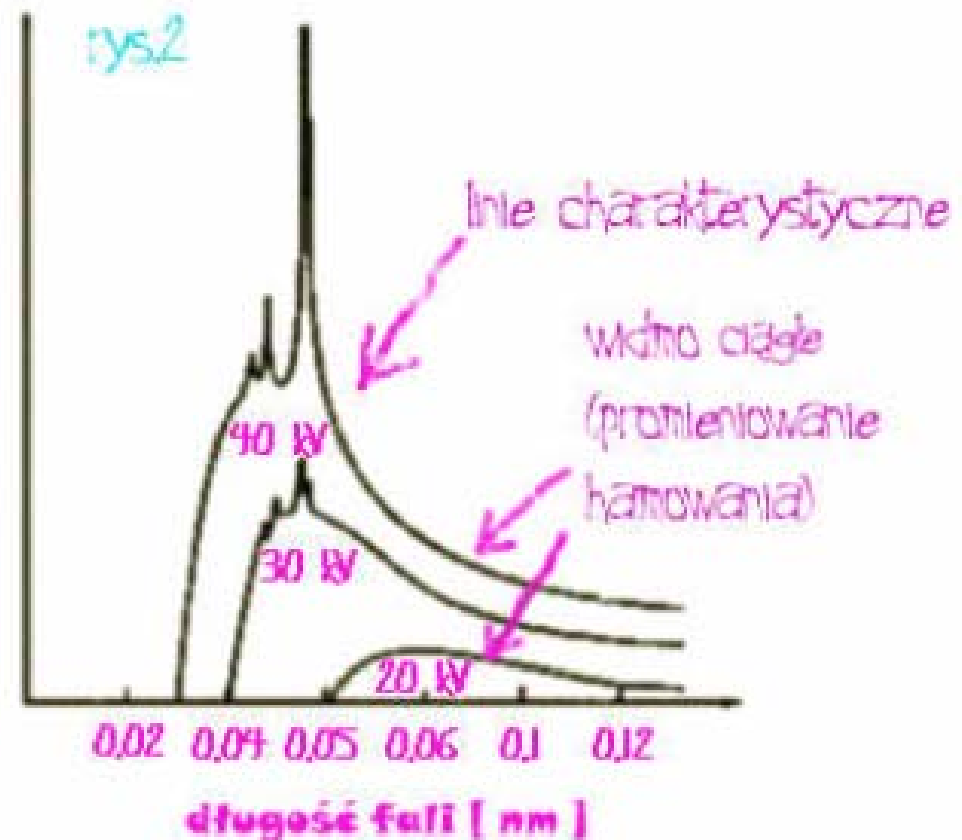
Promienie X - lampy

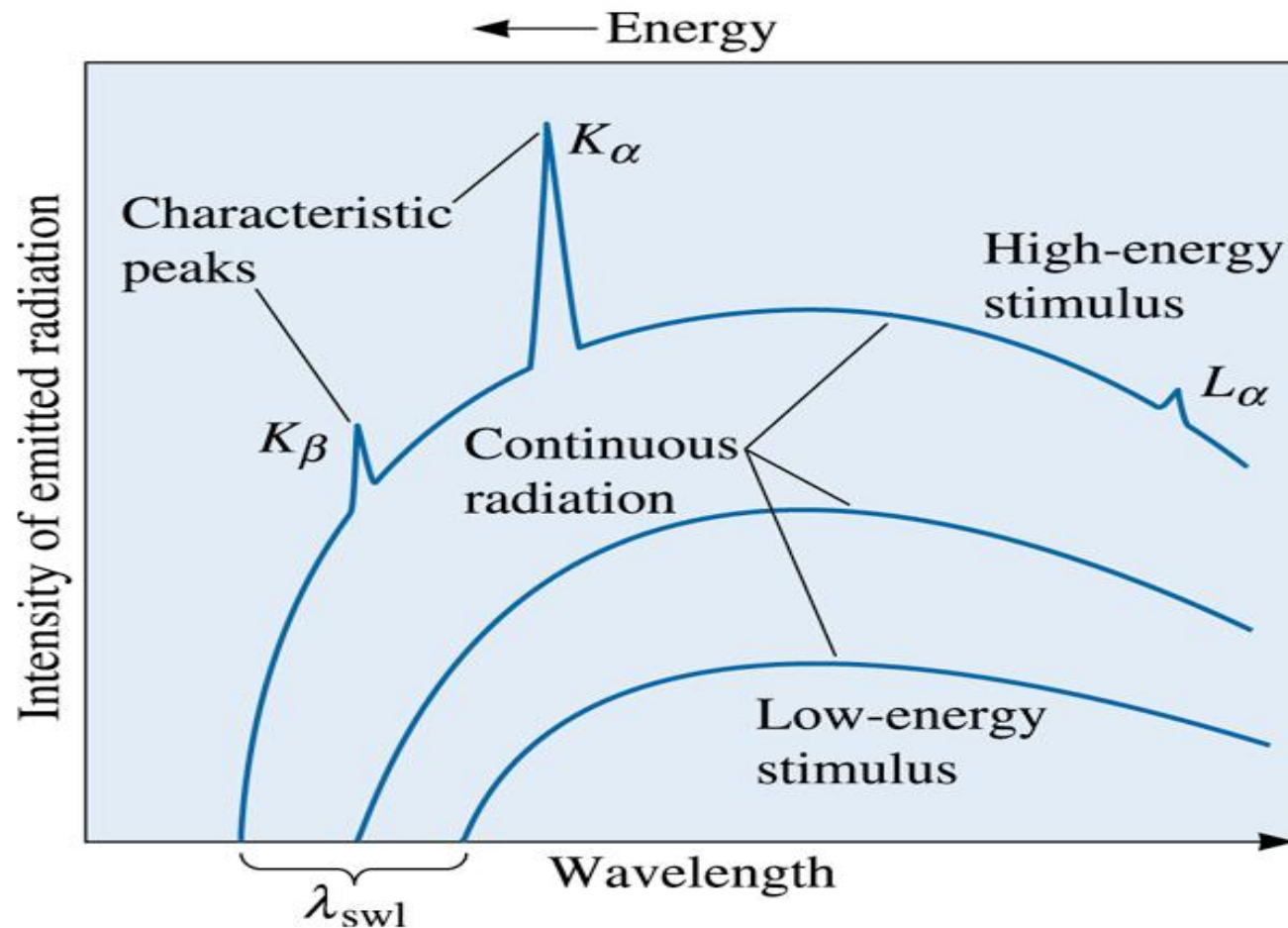


Promienie X – mechanizm generacji



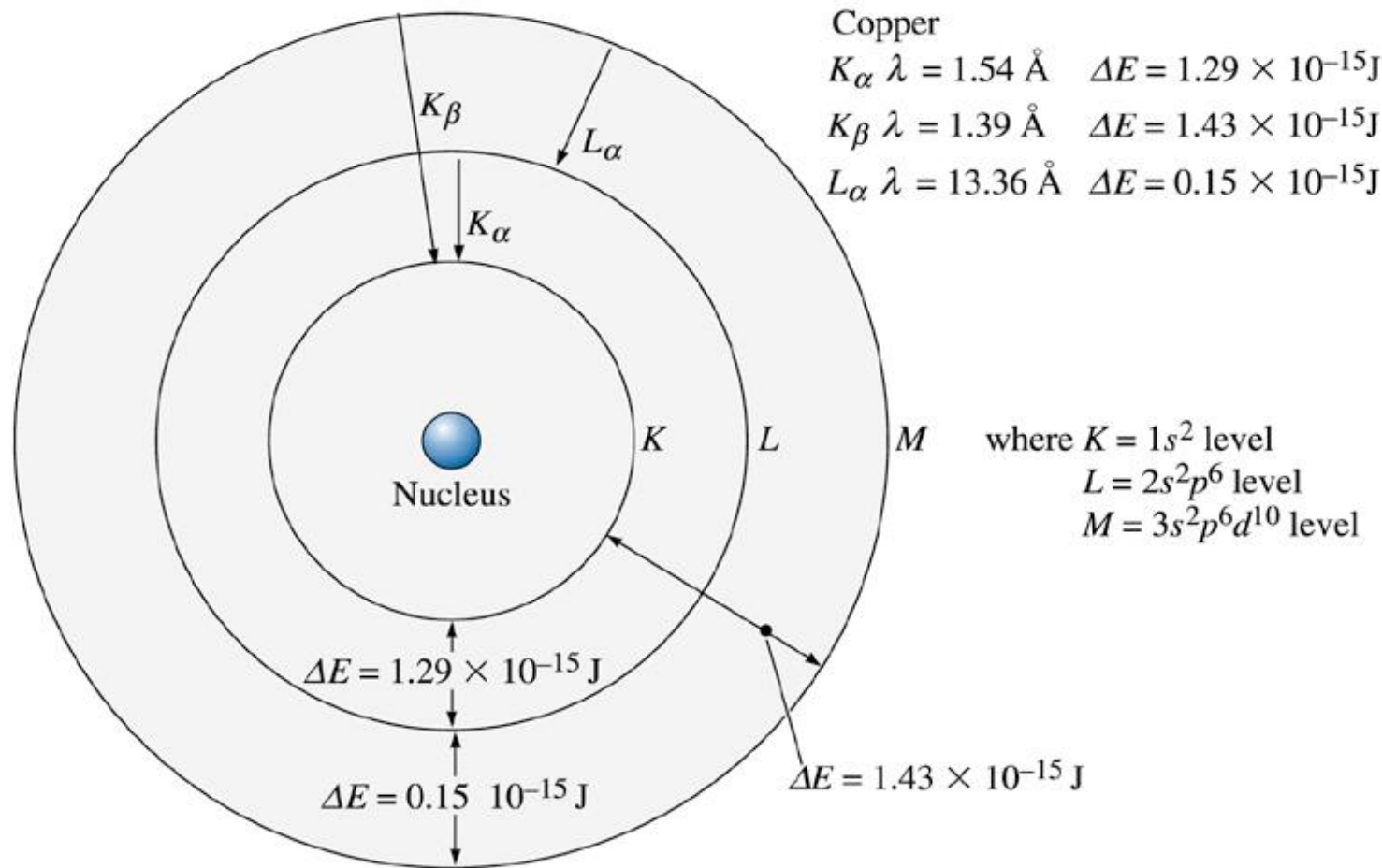
natężenie [jednostki umowne]





©2003 Brooks/Cole, a division of Thomson Learning, Inc. Thomson LearningTM is a trademark used herein under license.

Figure 20.10 The continuous and characteristic spectra of radiation emitted from a material. Low-energy stimuli produce a continuous spectrum of low-energy, long-wavelength photons. A more intense, higher energy spectrum is emitted when the stimulus is more powerful until, eventually, characteristic radiation is observed.



©2003 Brooks/Cole, a division of Thomson Learning, Inc. Thomson Learning[®] is a trademark used herein under license.

Figure 20.11 Characteristic x-rays are produced when electrons change from one energy level to a lower energy level, as illustrated here for copper. The energy and wavelength of the x-rays are fixed by the energy differences between the energy levels.

Example 20.8

Generation of X-rays for XRD

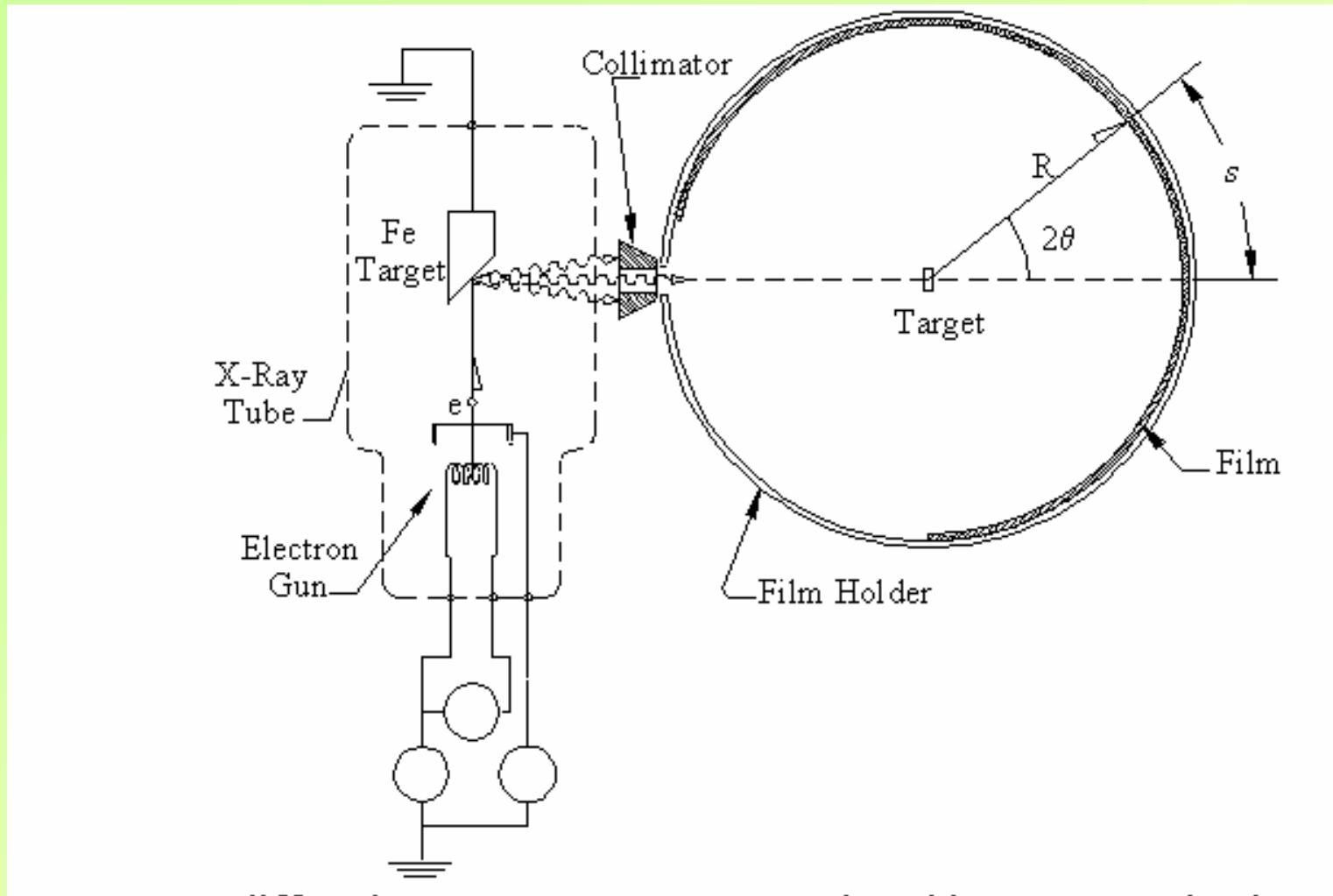
Suppose an electron accelerated at 5000 V strikes a copper target. Will K_α , K_β , or L_α x-rays be emitted from the copper target?

Example 20.8 SOLUTION

The electron must possess enough energy to excite an electron to a higher level, or its wavelength must be less than that corresponding to the energy difference between the shells:

$$\begin{aligned} E &= (5000 \text{ eV})(1.6 \times 10^{-19} \text{ J/eV}) = 8 \times 10^{-16} \text{ J} \\ \lambda &= \frac{hc}{E} = \frac{(6.62 \times 10^{-34})(3 \times 10^{10})}{8 \times 10^{-16}} \\ &= 2.48 \times 10^{-8} \text{ cm} = 2.48 \text{ \AA} \end{aligned}$$

For copper, K_α is 1.542 Å, K_β is 1.392 Å, and L_α is 13.357 Å. Therefore, the L_α peak may be produced, but K_α and K_β will not.

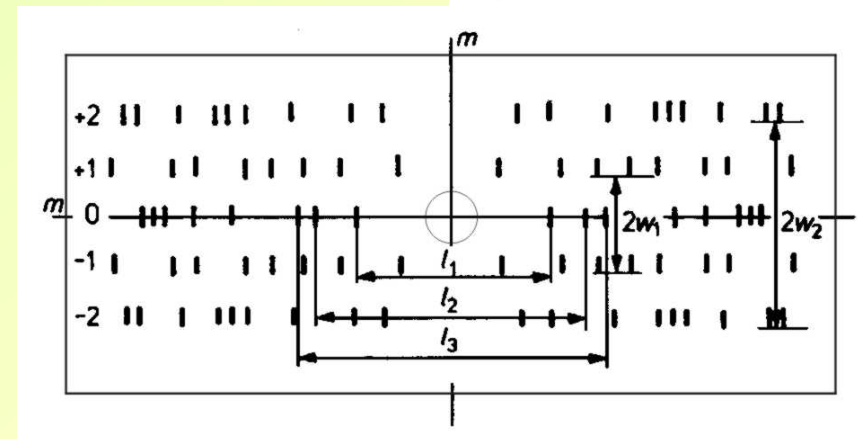
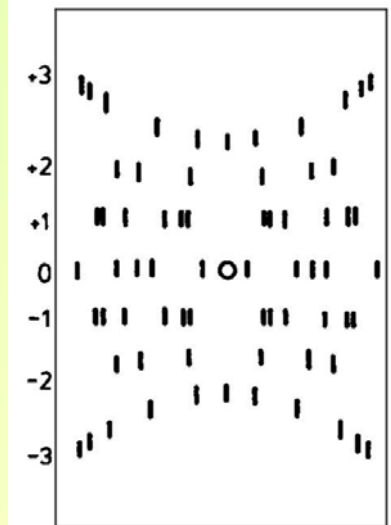
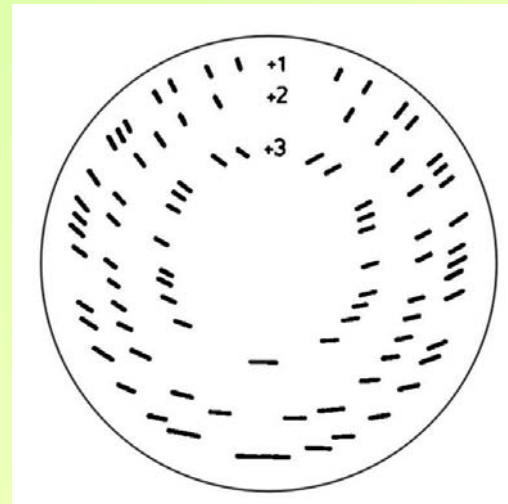
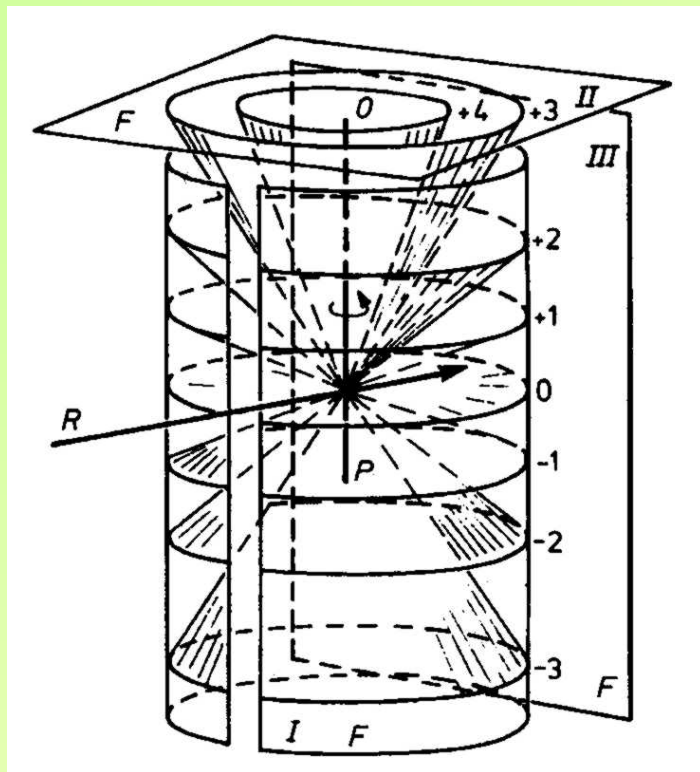


X-ray diffraction set-up. X-rays are produced in an x-ray tube that are collimated onto the sample. A cylindrical film records where the x-rays strike.

<http://www.physics.gatech.edu/advancedlab/labs/waveparticle/wave-particle-4.html>

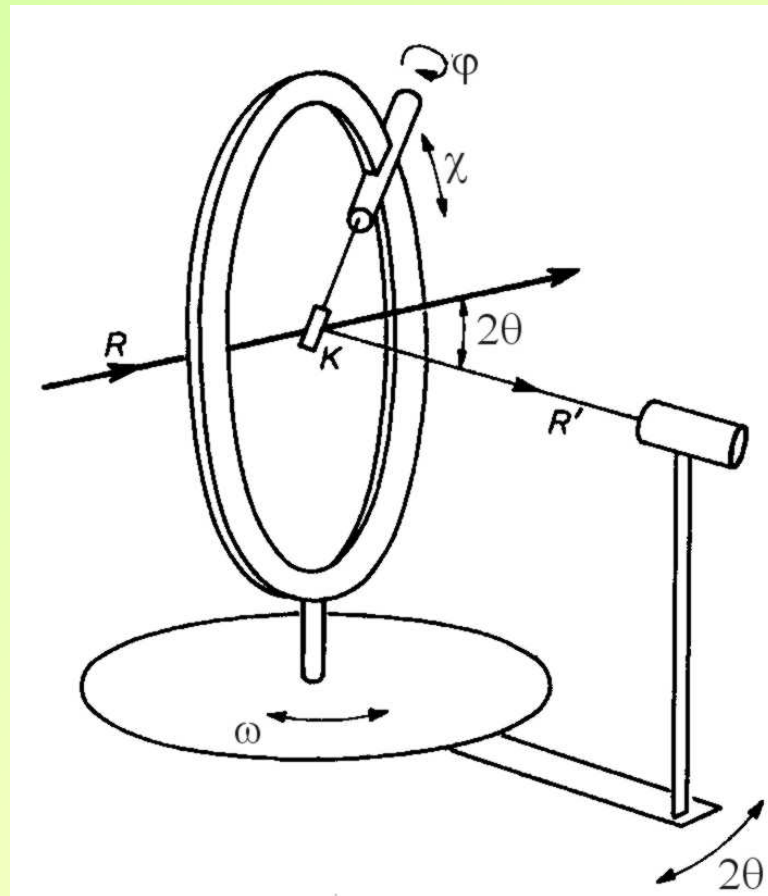
XRD – obracany kryształ

Obrazy dyfrakcyjne w metodzie obracanego kryształu

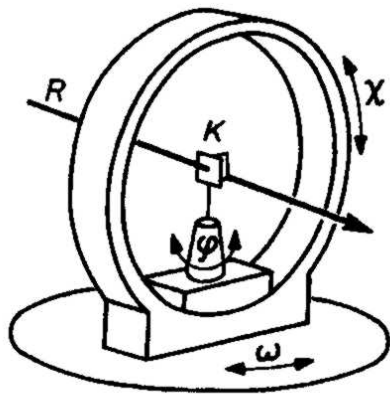


XRD - goniometr

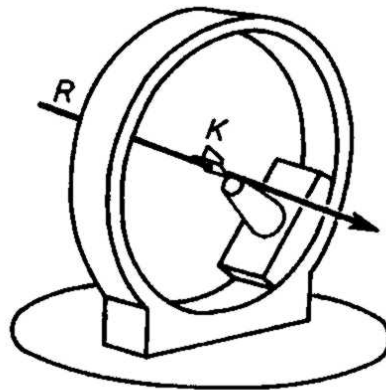
Goniometr czterokołowy - *geometria Eulera*



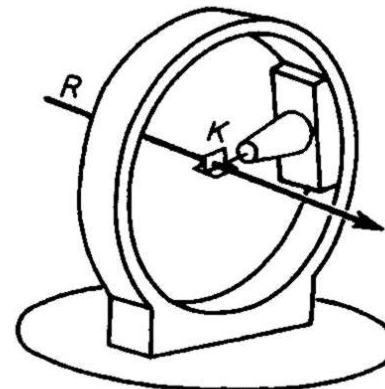
XRD – goniometry cd.



$$\omega, \varphi, \chi = 0^\circ$$

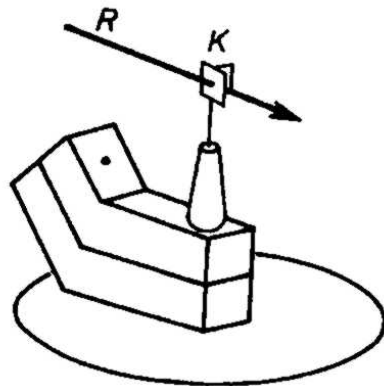


$$\omega, \varphi = 0^\circ, \chi = -50^\circ$$

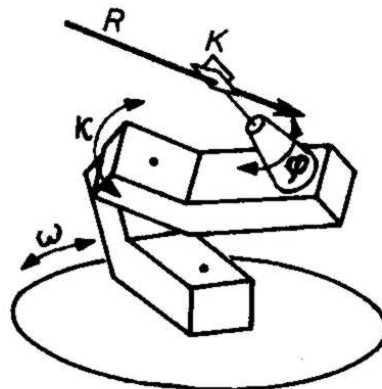


$$\omega, \varphi = 0^\circ, \chi = -100^\circ$$

Geometria Eulera

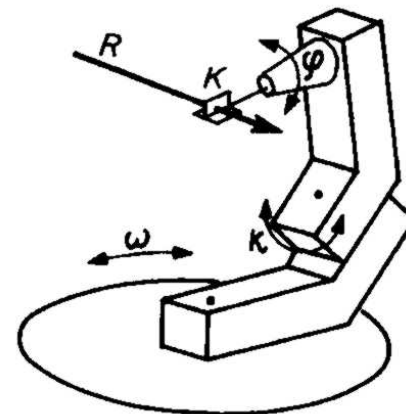


$$\omega, \varphi, \kappa = 0^\circ$$



$$\omega = 23^\circ, \varphi = 23^\circ$$

$$\kappa = -67^\circ$$

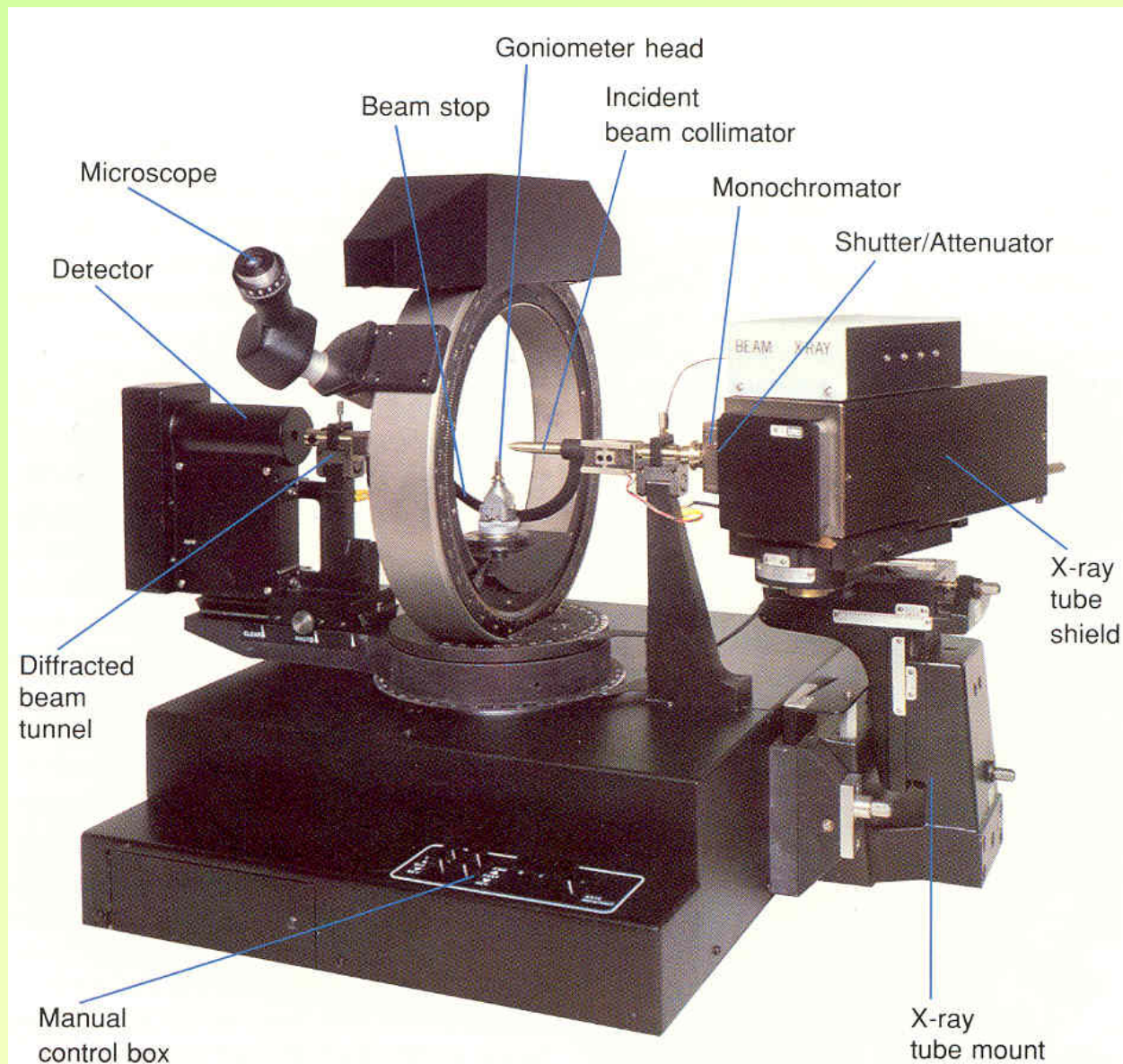


$$\omega, \varphi = 90^\circ$$

$$\kappa = -180^\circ$$

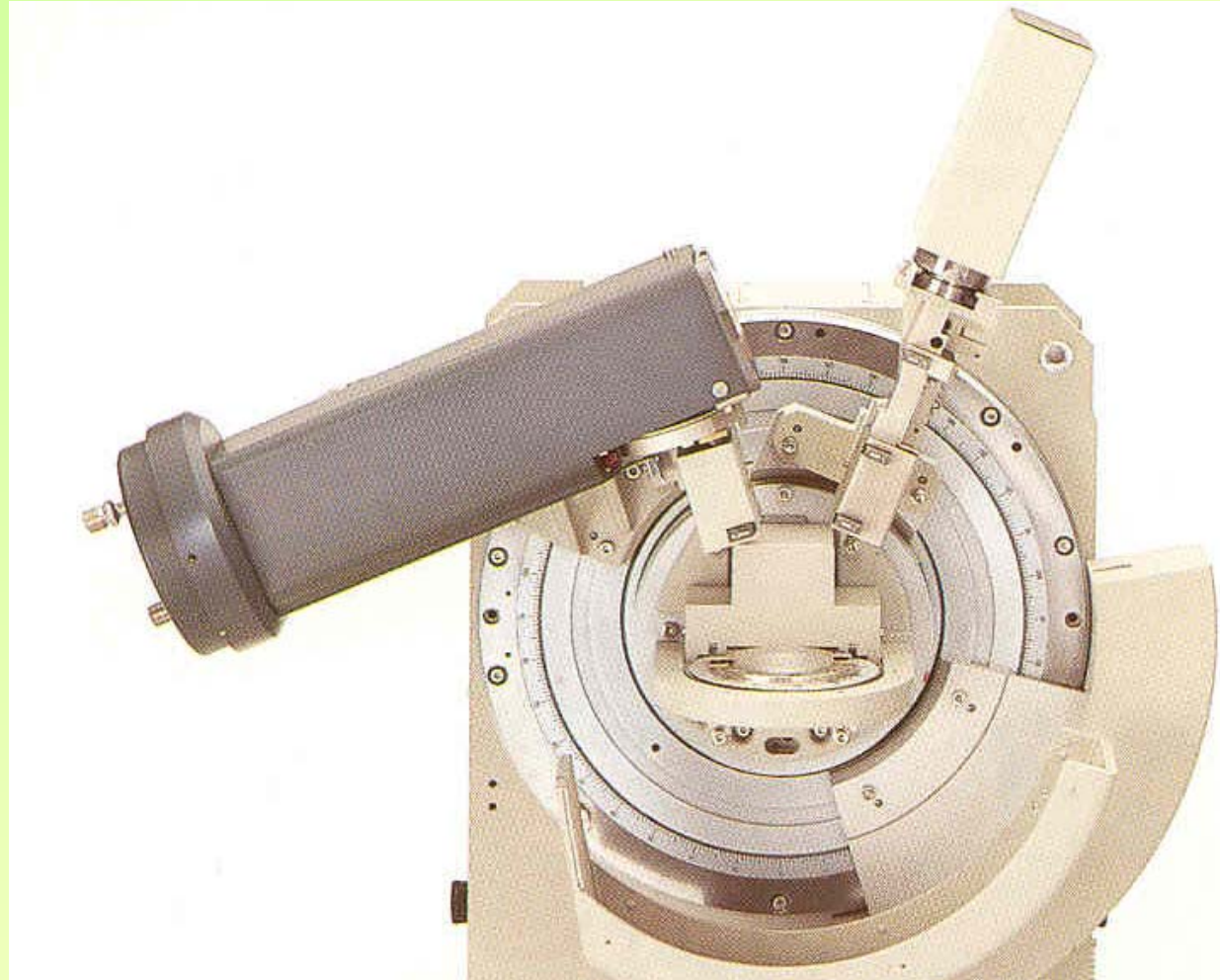
Geometria kappa

XRD – dyfraktometr (1)



Dyfraktometr 4-kołowy

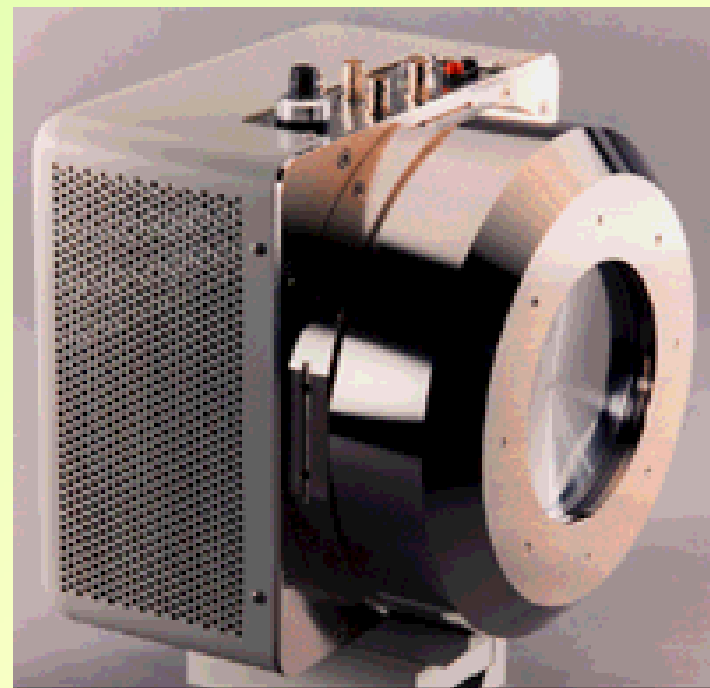
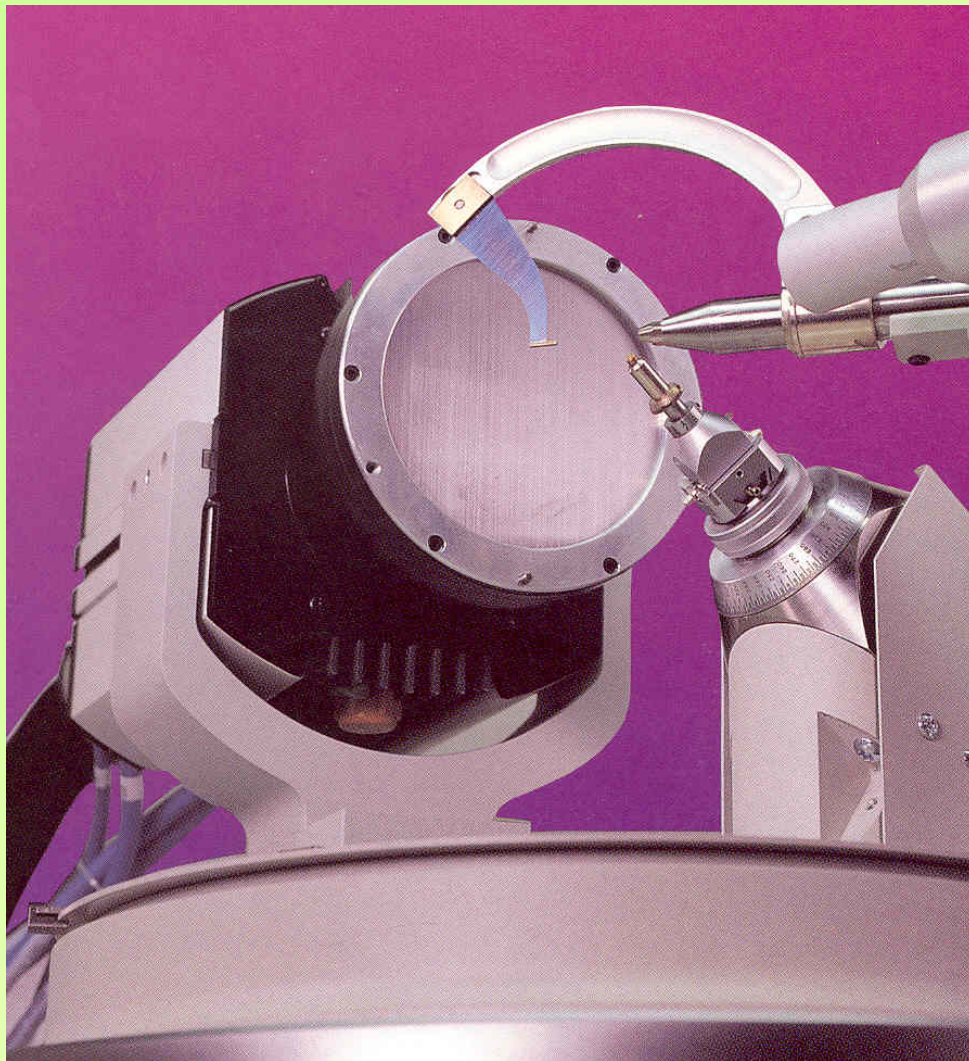
XRD – dyfraktometr (2)



Dyfraktometr 2-kołowy do badań materiałów polikrystalicznych

XRD – dyfraktometr z CCD

Dyfraktometr wyposażony
w detektor CCD



Dyfraktometr Philipsa (KFCS FTiMS)



Dyfraktometr Philipsa (KFCS FTiMS) (2)



Przykłady 'widm' rentgenowskich

Przykład 1: widmo rentgenowskie
substancji nieznanej

Przykład 2: widmo rentgenowskie
substancji znanej

Przykład 3: widmo rentgenowskie
substancji nieznanej

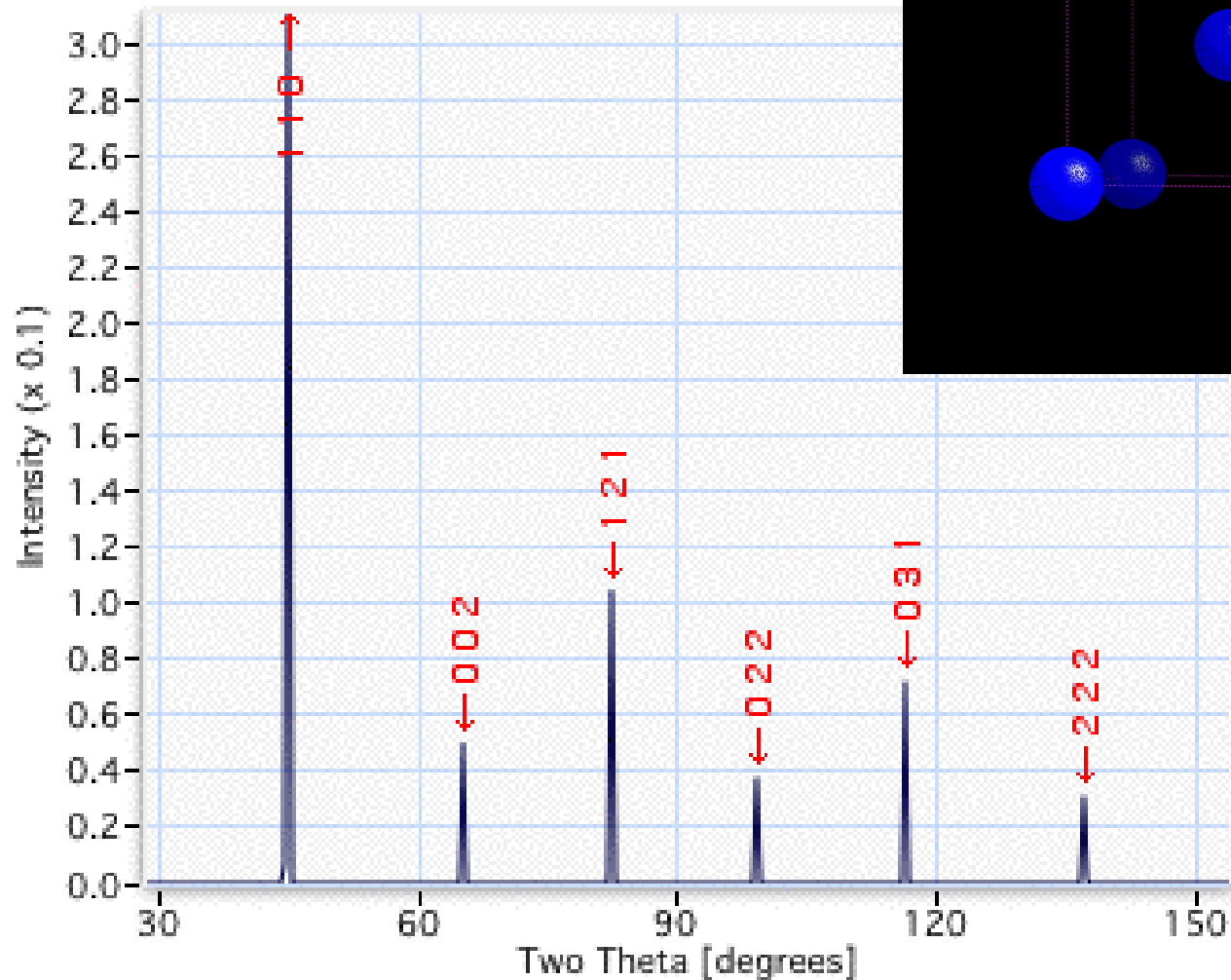
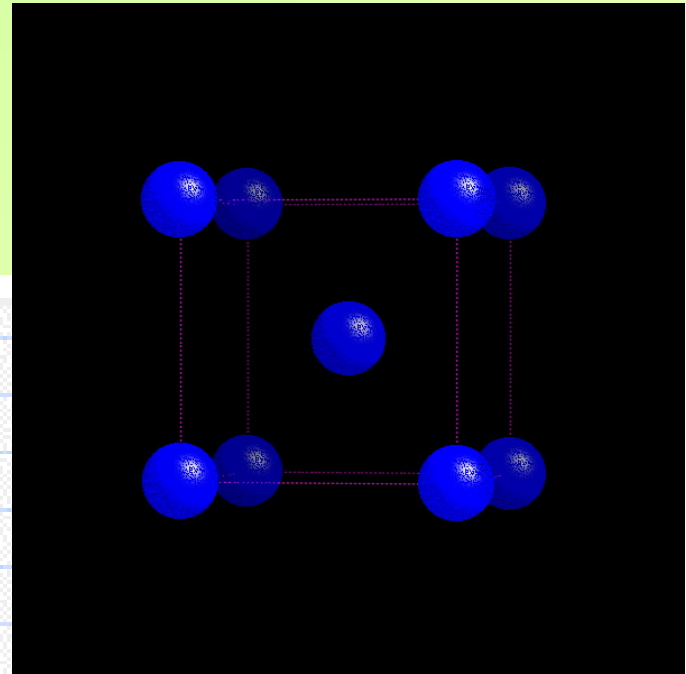
Przykład 4: widmo rentgenowskie
substancji znanej

Przykład 5: widmo rentgenowskie
substancji nieznanej

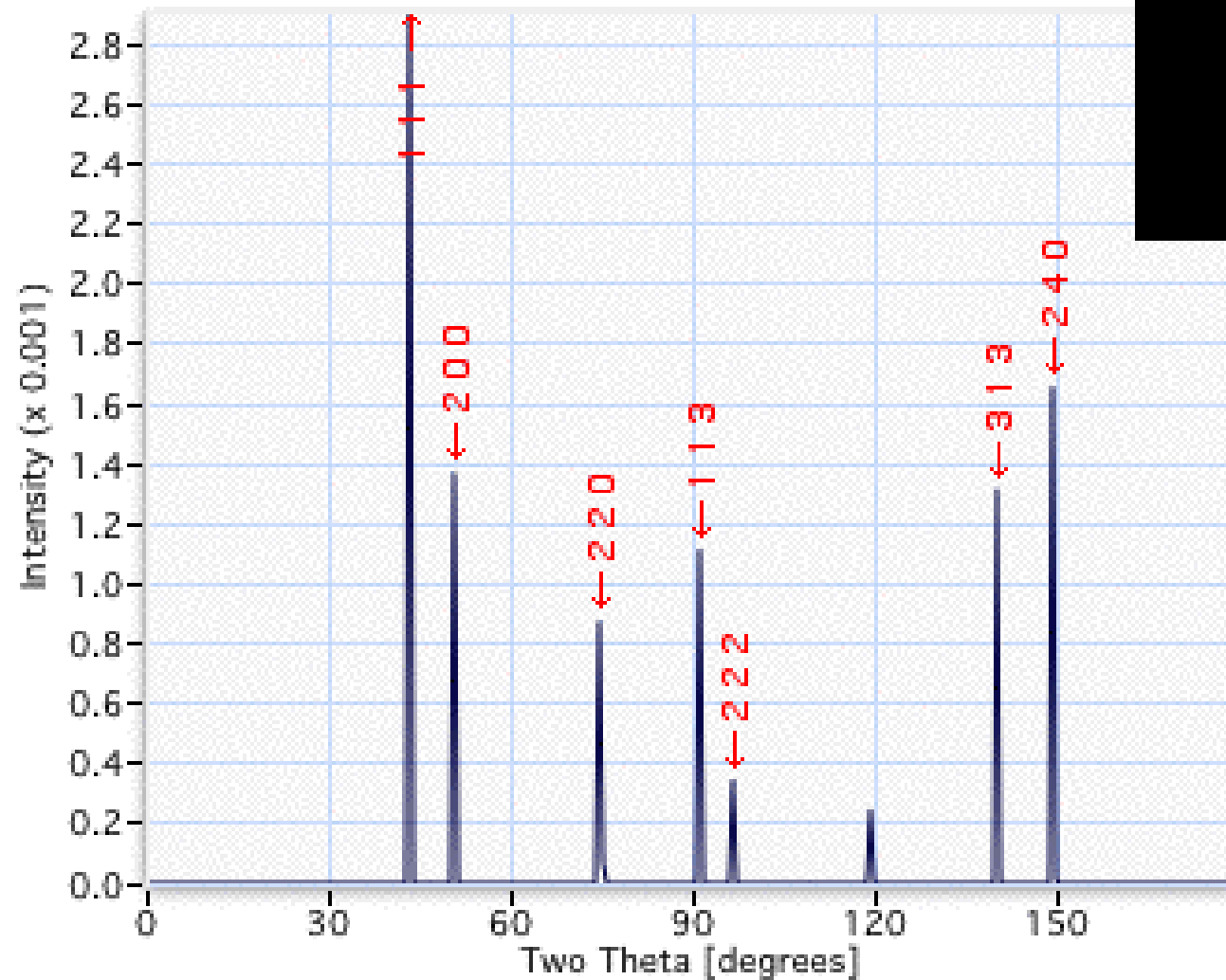
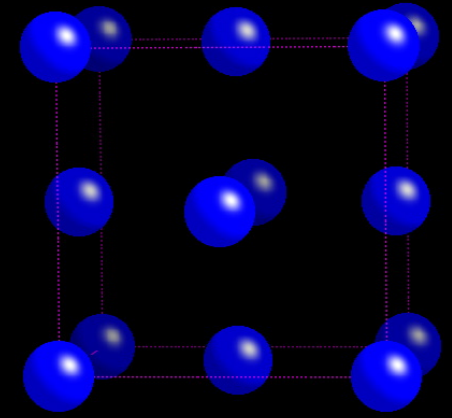
Przykład 6: widmo rentgenowskie
substancji znanej

Przykład 7: widmo rentgenowskie
substancji nieznanej

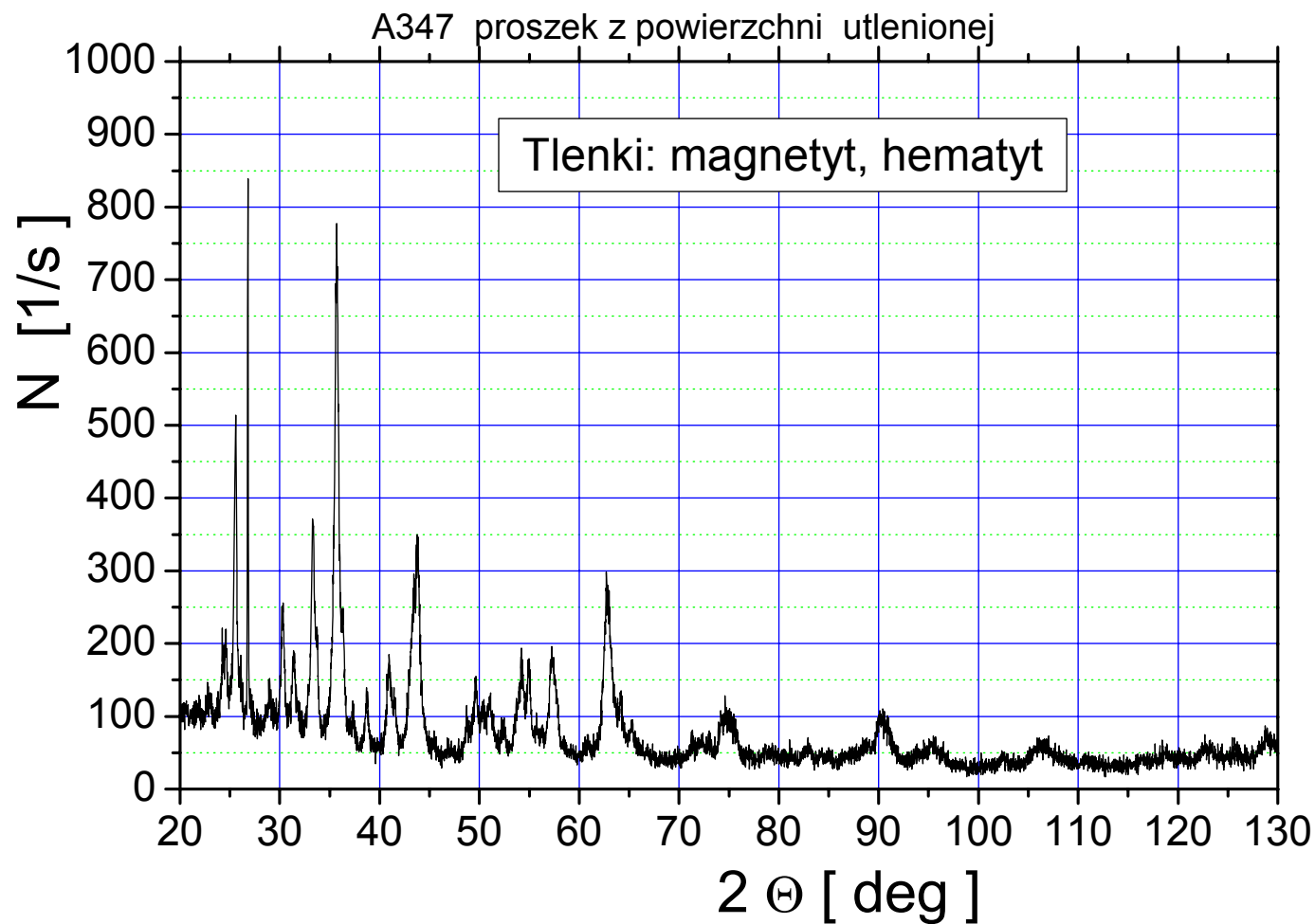
ferryt



austenit



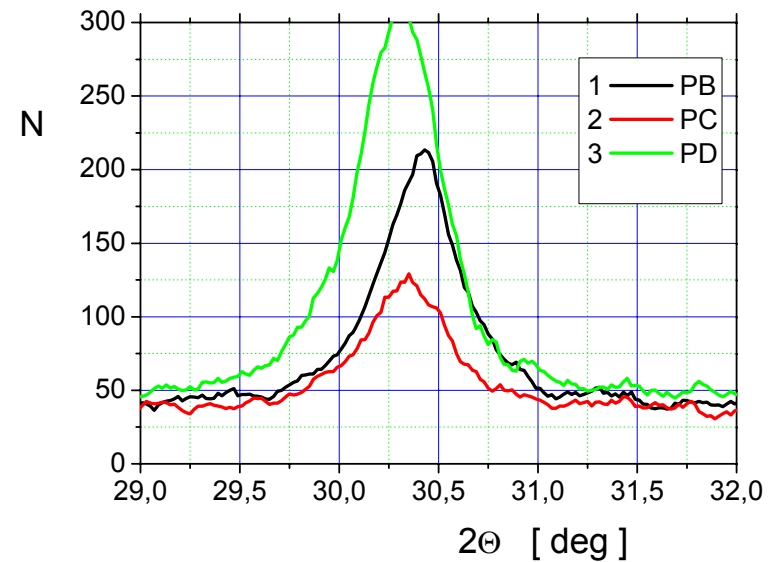
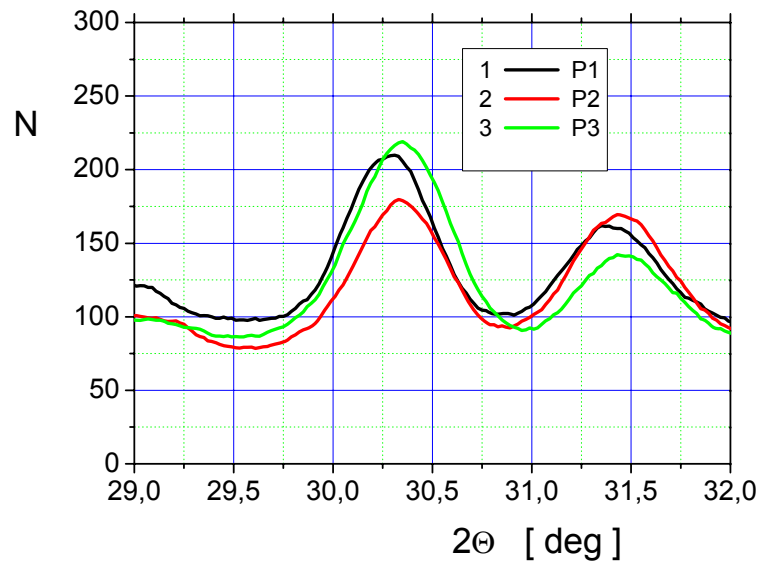
‘korozja’ stali austenitycznej



'korozja' austenitycznej (cd)

A347

A304



Magnetyt Fe₃O₄ (linia 30,2 deg)

Próbki po różnym czasie eksploatacji

Linki

[Centre Interdepartemental de Microscopie Electronique](#)

[O periodyczności kryształów](#)

<http://www.nt.if.pwr.wroc.pl/kwazar/nagrodyNobla/117115/Noblista.htm>

[Krystalografia w Internecie - strona dla uczniów i studentów](#)

