

# LEGEA LUI BRAGG: DIFRACTIA RADIATIILOR X PE MONOCRISTALE

## 1. Obiectivele lucrării

- Studiul reflexiei Bragg pe un monocristal de NaCl folosind radiația X caracteristică a Mo.
- Determinarea lungimii de undă pentru liniile  $K_{\alpha}$  și  $K_{\beta}$  a radiației X caracteristice a Mo
- Confirmarea legii lui Bragg.
- Verificarea naturii ondulatorii a radiațiilor X

## 2. Teoria lucrării

Cristalele sunt corpuri solide care au o structură atomică spațială, periodic ordonată tridimensional. Starea cristalină este o stare de echilibru termodinamic a corpului solid. Rețeaua cristalină se caracterizează cu ajutorul celulei elementare care reprezintă cel mai mic complex de atomi prin a cărei repetare în spațiu se obține întreaga rețea. Prin atomii unei rețele pot fi duse diferite serii de drepte și plane paralele. Între două plane cristalografice este distanța  $d$ .

Pentru determinarea structurii cristaline este necesar să se utilizeze unde electromagnetice sau particule a căror lungime de undă asociată să fie de ordinul de mărime al constantei rețelei cristaline. Radiațiile X au lungimea de undă între  $\lambda \in [0,1 - 100] \text{ \AA}$  ceea ce permite studiul structurii cristaline.

În 1913 H.W. și W.L. Bragg au descoperit că aranjamentul regulat al atomilor și/sau ionilor în cristal poate fi înțeles ca o repetare de elemente ale rețelei în plane paralele. Dacă un fascicul de radiații X cade pe un astfel de cristal și considerând natura ondulatorie a RX, atunci va avea loc o reflexie selectivă. În acest model, lungimea de undă rămâne neschimbată față de unda incidentă, și direcția radiației care este perpendiculară pe cele două fronturi de undă se supune condiției  $i=r$ .

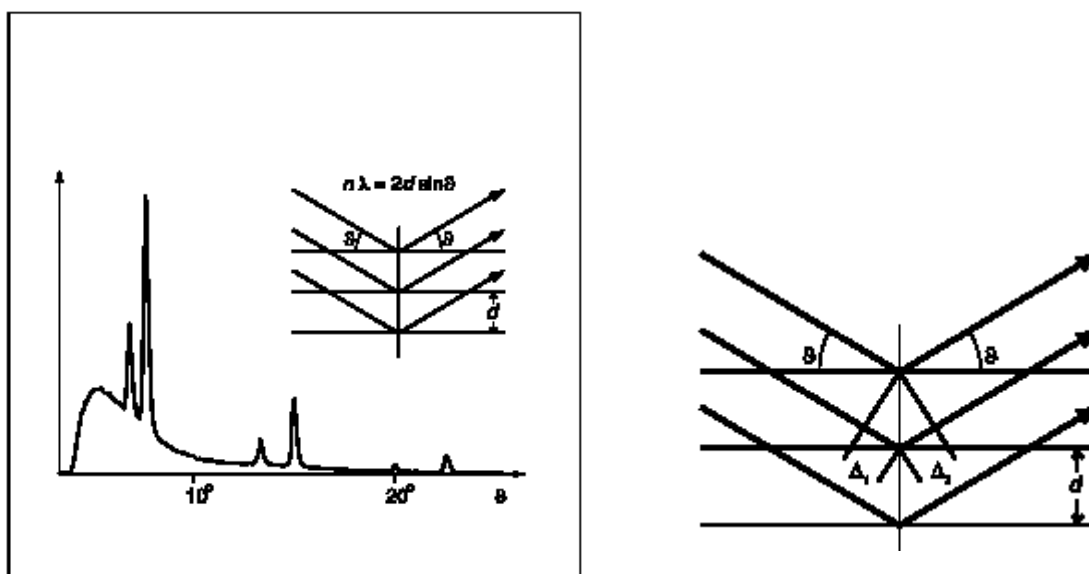


Fig.1 Diagrama reflexiei radiațiilor X pe planele rețelei unui monocristal.

Considerand doua plane din acest ansamblu (fig.1), fascicula reflectat va avea intensitatea maxima atunci cand diferenta de drum dintre fasciculele reflectate va fi egala cu un numar intreg de lungimi de unda. Daca  $d$  este distanta dintre cele doua plane,  $\lambda$  lungimea de unda a radiatiilor X si  $\theta$  unghiul de incidenta, conditia ca interferenta sa fie constructiva este :

$$2d \sin \theta = n\lambda$$

unde  $n=1,2,3,\dots$  este ordinul de interferenta si este un numar intreg.

Interferenta constructiva se produce la undele reflectate pe planele retelei pentru care diferenta de drum este un multiplu de lungimi de unda.

Relatia exprima legea Bragg si este o consecinta a periodicitatii retelei si decurge dintr-o ecuatie mult mai generala, ecuatie de difractie a lui Laue.

In acest experiment se verifica legea lui Bragg studiind difractia radiatiilor X pe un monocristal de NaCl care are o structura CFC. Planele retelei sunt paralele si distanta dintre planele retelei,  $d$ , este jumatate din constanta retelei  $a_0$ , adica:

$$2d = a_0 = 564,02 \text{ pm}$$

Pentru masuratori se va folosi un aparat de RX cu goniometru. Pentru detectie se foloseste un contor GM. Detectorul se deplaseaza cu un unghi  $2\theta$ , iar cristalul cu  $\theta$ .

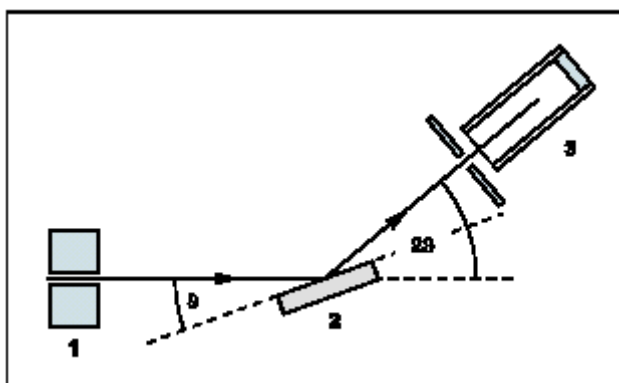


Fig.2.

Spectrul RX este format dintr-un spectru continuu si un spectru caracteristic. Radiatia X provine de la un anod de Mo in urma tranzitiilor  $K_\alpha$  si  $K_\beta$  ale atomilor de molibden. Pentru studierea legii lui Bragg se foloseste radiatia X caracteristica. Proprietatile radiatiei X caracteristice sunt date in tabelul 2.

**Tabel 1.** Energia  $E$ , frecventa  $\nu$  si lungimea de unda  $\lambda$  a radiatiei X caracteristice a Mo.

	$\frac{E}{\text{keV}}$	$\frac{\nu}{\text{EHz}}$	$\frac{\lambda}{\text{pm}}$
$K_\alpha$	17.443	4.2264	71.080
$K_\beta$	19.651	4.8287	63.095

keV -  $10^3$  eV, EHz -  $10^{18}$  Hz, pm -  $10^{-12}$  m

**Tabelul 2.** Unghiul de difracție corespunzător la care se obține maximum de difracție a radiației caracteristice pentru monocristalul de NaCl ( $d = 282,01 \text{ pm}$ ) până la ordinul 3 difracție.

$n$	$\vartheta(K_{\alpha})$	$\vartheta(K_{\beta})$
1	$7.24^{\circ}$	$6.42^{\circ}$
2	$14.60^{\circ}$	$12.93^{\circ}$
3	$22.21^{\circ}$	$19.61^{\circ}$

### 3. Montajul experimental

Difracometrele sunt aparate cu un înalt grad de complexitate.

Aparatul de RX folosit are următoarele părți componente :

- a. partea nucleară care cuprinde tubul de generare a radiațiilor X și sistemul de detecție a radiațiilor difractate.
  - b. partea mecanică constituită din goniometrul cu sistemul de prindere al probelor
  - c. partea electronică ce cuprinde blocul de alimentare cu tensiune înaltă a tubului generator de radiații X și subblocuri nespecifice.
- Aparatul de RX folosit în lucrarea de față este de uz didactic. Din construcția aparatului, doza de radiație în afara aparatului este mai mică de  $1 \mu\text{Sv}/h$ , valoare care se situează ca ordin de mărime în fondul natural de radiații.
  - Înainte de efectuarea lucrării se verifică dacă aparatul este în bună stare de funcționare și dacă înalta tensiune este deconectată atunci când ușile sunt deschise.
  - La aparatul de radiații X nu au acces decât persoanele autorizate.
  - Pentru a nu se supraîncălzi tubul de Mo, la deschiderea aparatului de RX ventilatorul din camera tubului trebuie să meargă.
  - Deoarece goniometrul este poziționat cu ajutorul unui motor pas cu pas, nu trebuie să se blocheze bratul senzorului și cel al probei, iar dacă totuși acestea s-au blocat nu trebuie forțate.

### Observații

Măsuratoarea se poate face în două moduri: scanare manuală sau automată.

Se pot înregistra datele manual prin citire directă de pe display sau folosind un înregistrator, sau automat folosind un sistem PC cu achiziție de date.

Cel mai rapid și convenabil mod de măsurare este modul autoscan cu înregistrare simultană a datelor și evaluare pe PC. Acest mod de măsurare este descris în instrucțiuni.

Datele sunt transmise către PC via interfața serială a aparatului de RX, RS-232. Programul "RX Apparatus" face posibilă înregistrarea, afișarea și evaluarea datelor achiziționate de aparatul de RX. Programul conține un help care se poate accesa apăsând tasta F1. Pentru indicații cu privire la instalarea programului se apelează la "Instruction Sheet", care conține descrierea modului de achiziție a datelor.

## 4. Modul de lucru

### Configuratia Bragg

In fig. 3 este prezentat montajul experimental.

- Se monteaza colimatorul in suport (a)
- Se atasaja goniometrul pe ghidaj (d) astfel incat distanta  $S_1$  dintre deschiderea diafragmei colimatorului si bratul tinte sa fie de aproximativ 5 cm. Se conecteaza cablul (c) pentru controlul goniometrului.
- Se indeparteaza capacul de la fereastra contorului , se introduce fereastra contorului in locul sensorului (e) si se conecteaza tubul contorului (ghidajul) la tubul GM.
- Se ajusteaza locul sensorului (b) pana cand distanta  $S_2$  dintre bratul tinte si deschiderea diafragmei locului sensorului este de aproximativ 6 cm.
- Se atasaza suportul tinte (f)
- Se desface surubul(g), se pune cristalul NaCl in suportul tinte si se ridica cu atentie suportul atat cat merge, apoi se strange surubul cu grije(se apasa din nou surubul uspr pentru a preveni desfacerea.
- Se ajusteaza pozitia de zero a sistemului de masura al goniometrului atat cat este nevoie.

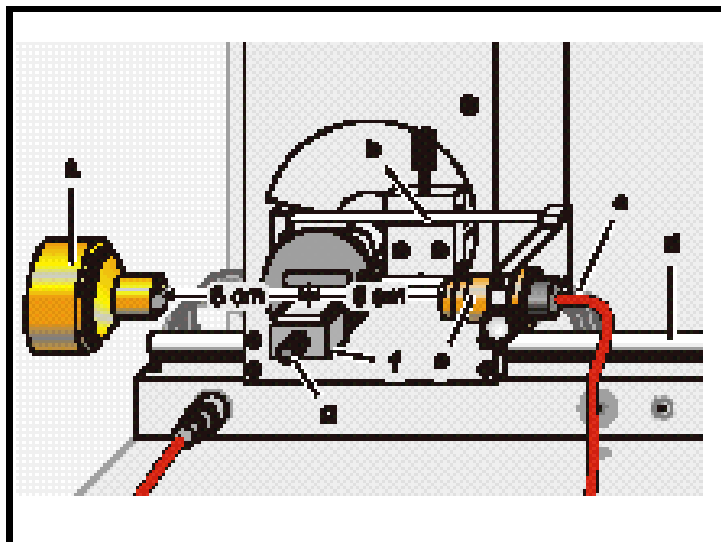


Fig.3

### **Observatii:**

- Cristalele de NaCl sunt higroscopice si fragile. Trebuie sa se depoziteze cristalele intr-un loc uscat.
  - Pentru a se evita tensiunile mecanice asupra cristalului se apuca cristalul numai de fetele mai mici.
  - Daca rata contorului este prea mica, se poate reduce distanta  $S_2$  dintre tinta si sensor.. Totusi aceasta distanta nu trebuie sa fie prea mica, astfel incat rezolutia unghiulara a goniometrului sa nu fie suficienta pentru a separa liniile caracteristice  $K_\alpha$  ,  $K_\beta$  .
- Verificarea calculatorului
- Se conecteaza RS-232 la interfata seriala (COM1 sau COM2) folosind cablul V24 cu 9 pini.
  - Se instaleaza soft-ul.

## Experimentul:

- Se porneste programul "X-ray Apparatus", se verifica daca aparatul de RX este corect conectat si se sterg masuratorile anterioare cu butonul ... sau cu ajutorul tastei F4.
- Se seteaza tensiunea  $U = 35KV$  curentul de emisie.  $I = 1mA$  timpul de masurare per pas unghiular  $\Delta t = 10s$  si pasul unghiular  $\Delta\beta = 0,1^\circ$ .
- Se apasa butonul COUPLED la mecanismul care permite cuplajul  $2\theta$  intre proba si senzoor: se seteaza cea mai joasa valoare a unghiului probei la  $2^\circ$  si limita de sus la  $25^\circ$ .
- Se apasa butonul SCAN pentru inceperea masuratorilor si achizitia datelor de catre PC.
- Cand masuratoarea s-a terminat se salveaza datele intr-un fisier cu numele dorit folosind tasta .... sau F2.

## Tabelul cu datele experimentale.

**Tabel 3.** Unghiurile de difractie masurate pentru  $MoK_\alpha$  si lungimile de unda calculate pentru primele trei ordine de difractie.

n	$\theta$ ( $K\alpha$ )	$\lambda$ ( $K\alpha$ ) (pm)
1		
2		
3		

**Tabel 4.** Unghiurile de difractie masurate pentru linia  $Mo K_\beta$  si lungimile de unda calculate pentru primele trei ordine de difractie.

n	$\theta$ ( $K\beta$ )	$\lambda$ ( $K\beta$ ) (pm)
1		
2		
3		

## 5. Rezultatele experimentale

- Se acceseaza functiile de evaluare ale programului "X-ray Apparatus" facand klik pe mouse dreapta si selectand comanda "Calculate Peak Center".
- Facand klik stanga mouse se calculeaza largimea integrala a pick-ului ; daca se doreste se poate introduce pozitia pick-ului  $\beta$  si largimea integrala a pick-ului in diagrama cu tastele Alt+T si se noteaza pozitia centrului pick-ului ca unghiul de difractie din tabelul 3 si 4.
- Se salveaza masuratorile si evaluarile intr-un fisier de studiu cu ajutorul butonului .... sau apasand F2.
- Folosind unghiul de difractie  $\theta$  si distanta dintre plane  $d = 282,01pm$  se calculeaza, cu ajutorul legii lui Bragg, lungimea de unda  $\lambda$  folosita. (tabelul 3 si 4).
- Se vor gasi valorile lungimii de unda calculate cu ajutorul datelor obtinute in urma masuratorilor (tabel 5).

**Tabel 5.** Valorile din literatura pentru pentru lungimile de unda caracteristice.

	$\lambda$ (K $\alpha$ ) (pm)	$\lambda$ (K $\beta$ ) (pm)
Valorile din literatura	71.08	63.09

### **Observatii**

Liniile caracteristice K $\alpha$  si K $\beta$  sunt alcatuite din mai multe linii care pot fi observate separat in ordinele inalte de difractie. In tabelul 1 sunt date valorile medii ale liniilor individuale ale substructurii.

### **6. Intrebari**

- Cum este constituit un cristal?
- Care este Legea Bragg ?
- In ce consta difractia RX pe monocristale ?
- Ce structura are monocristalul NaCl ?
- Care sunt partile componente ale aparatului de RX?
- Cum se calculeaza lungimile de unda pentru primele 3 ordine de difractie?
- Cum se determina unghiul de difractie corespunzator la care se obtine maximul de difractie a radiatiei caracteristice pentru monocristalul de NaCl?

### **7. Bibliografie**

- [1] Hendbook of Chemistry and Physics, 52<sup>nd</sup> Edition (1971-72) . The Chemical Rubber Company, Cleveland, Ohio, USA.
- [2] C.M. Lederer and V.S.Shirley, Table of Isotopes, 7<sup>th</sup> Edition, 1978, John Wiley&Sons, Inc., New York, USA.

## Anexa

In fig.4 este data figura de difractie obtinuta in urma masuratorilor pentru parametrii tubului  $U = 35kV$  si  $I = 1mA$ .

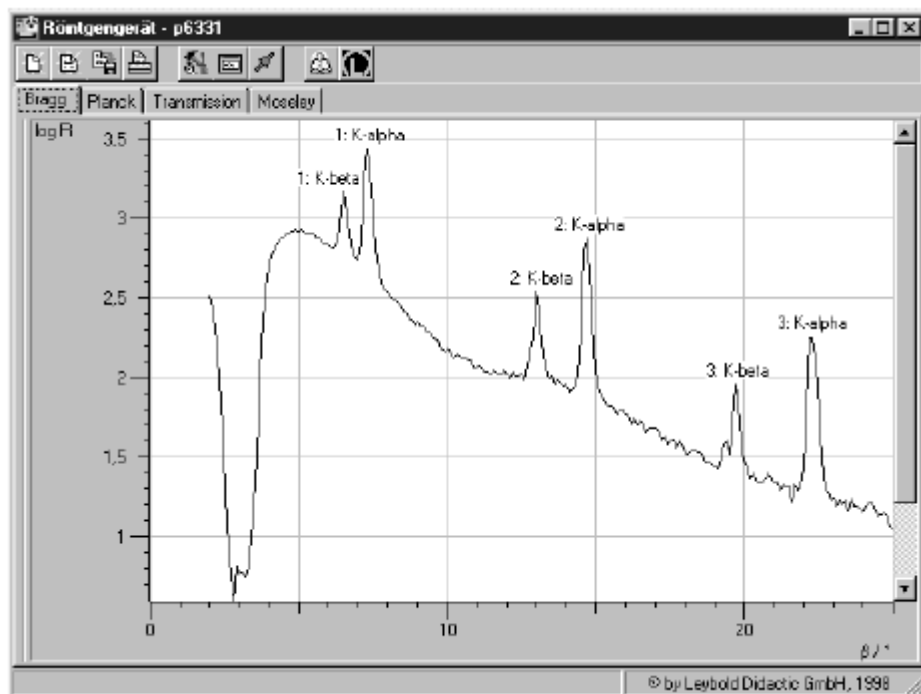
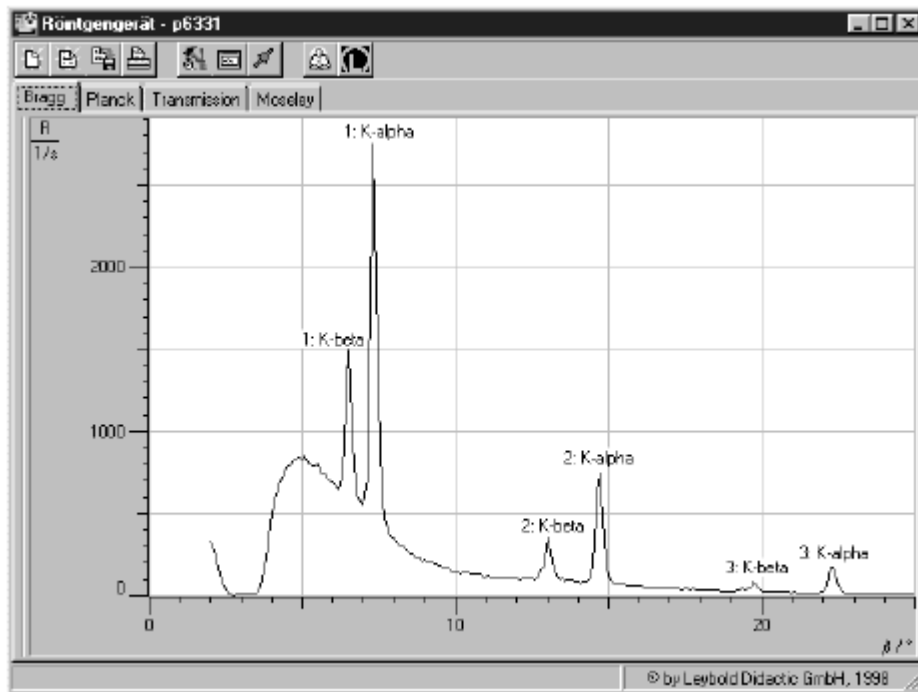


Fig.4 Figura de difracție a RX pentru reflexia Bragg de ordinul al treilea pe un monocristal de NaCl. a. reprezentarea liniară a ratei de numărare R, b. reprezentarea logaritmică a ratei de numărare.

Tabel 3. Unghiurile de difracție măsurate pentru  $MoK_{\alpha}$  și lungimile de undă calculate pentru primele trei ordine de difracție.

$n$	$\theta(K_{\alpha})$	$\frac{\lambda(K_{\alpha})}{\text{pm}}$
1	7.24°	71.08
2	14.60°	71.09
3	22.20°	71.04

Tabel 4. Unghiurile de difracție măsurate pentru linia  $Mo K_{\beta}$  și lungimile de undă calculate pentru primele trei ordine de difracție.

$n$	$\theta(K_{\beta})$	$\frac{\lambda(K_{\beta})}{\text{pm}}$
1	6.42°	63.07
2	12.94°	63.15
3	19.58°	63.01

Tabel 5. Valorile din literatură pentru lungimile de undă caracteristice.

	$\frac{\lambda(K_{\alpha})}{\text{pm}}$	$\frac{\lambda(K_{\beta})}{\text{pm}}$
Mean value	71.07	63.08
Literature value	71.08	63.09

Compararea lungimilor de undă determinate în urma măsurătorilor efectuate pentru liniile caracteristice  $MoK_{\alpha}$  și  $Mo K_{\beta}$  cu valorile din literatură (tabelul 5) verifică valabilitatea legii lui Bragg. De asemenea se confirmă natura ondulatorie a radiațiilor X care a fost subțenteasă în deducerea legii.