

**Laboratorium Metod Badań Materiałów**

**Rentgenografia**

**Analiza widma rentgenowskiego**

*©2002-2006 by Tremolo – Robert Gabor pomyśl zanim skopiujesz ☺*

*Więcej na: [www.tremolo.prv.pl](http://www.tremolo.prv.pl) , [www.tremolo.elektroda.eu](http://www.tremolo.elektroda.eu) dział  
laboratoria*

Data wykonania ćwiczenia:  
**28 marca 2006**

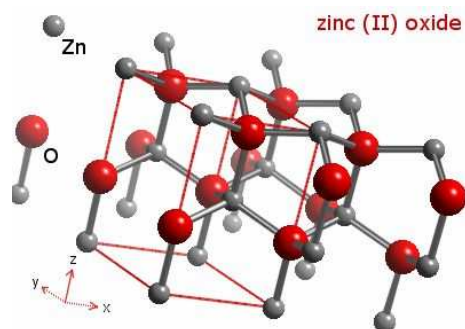
Data oddania sprawozdania:  
**13 marca 2006**

## Wstęp:

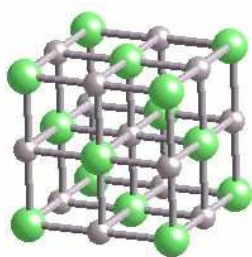
Widmowa analiza rentgenowska należy do jednych z najpopularniejszych metod analizy składu surowcowego danej mieszaniny fazowej. Przez wiele lat wybrane instytucje naukowe zbierały informacje na temat położenia linii widmowych pewnych krystalicznych substancji chemicznych. Są to zarówno kryształy organiczne jak i nieorganiczne.



(Griceit – naturalny kryształ NaF)



Struktura tlenku cynku (ZnO: struktura wurcytu  $P6mm$ ) Strukturbericht B4



Struktura fluorku sodu – (układ regularny klasa NaCl  $\frac{4}{m}\bar{3}\frac{2}{m}$ ) – Strukturbericht B1

Metoda polega na tym, że padająca wiązka z lampy na kryształ zostaje odbita pod odpowiednim, charakterystycznym kątem dla danego kryształu  $\theta$ . Rejestrator zapisuje natężenie wiązki odbitej z analizatora (licznika). Posuw papieru odpowiada wzrastającym kątom  $\theta$ , natomiast położenie pisaka odpowiada natężeniu wiązki. Je dając liniowe widmo charakterystyczne dla danej substancji.

Dokładność jest ograniczona do szerokości linii papieru, jakości urządzenia, dynamiki przesuwu papieru (im wolniej tym lepiej).

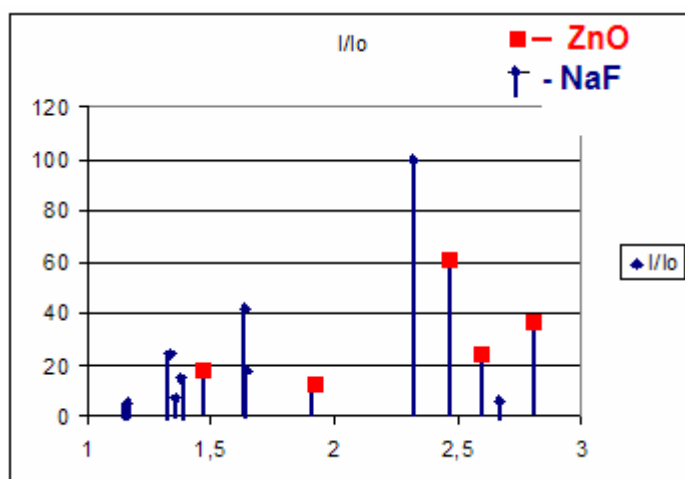
Każdemu kątowi odbicia odpowiada pewien zakres fali w angstromach, będący wynikiem rozwiązania równania Bragga.

Przy badaniu użyto lampy kobaltowej Co przy napięciu 30kV i natężeniu prądu 10mA przy szczelinie 1,5mm licznikowej 0,4mm, przy liczniku proporcjonalnym przy szybkości papieru 0,5 stopnia/minutę, zakres 60 impulsów/minutę Czułość 1. **PRÓBKA NR 4**

Każda linia promieniowania posiada swój zakres oraz natężenie względem najmocniejszej linii. W naszym przypadku problemem było to, iż mieliśmy dwie fazy, co stwarzało problemy w odszukaniu danej struktury w książkach.

*Tablica z podstawionymi wartościami:*

lp.	$\theta$	ZnO+NaF			NaF			ZnO		
		dhkl	l/o	hkl	dhkl	l/o	hkl	dhkl	l/o	hkl
1	18,6	2,8043	36					2,8043	36	100
2	19,6	2,6664	6	111	2,6664	3	111			
3	20,1	2,6027	24					2,6027	24	002
4	21,2	2,4734	60					2,4734	60	101
5	22,7	2,31782	100	200	2,31782	100	200			
6	27,9	1,91153	12					1,91153	12	102
7ka1	33,1	1,6378	42	220	1,6378	60	220			
7ka2	33,5	1,64143	18	220	1,6378	60	220			
8	37,4	1,47266	18					1,47266	18	103
9	40,6	1,37446	15	311	1,47266	2	311			
10	41,3	1,35524	7					1,35524	7	201
11	42,1	1,33417	24	222	1,33417	17	222			



Zaznaczone wybrane linie widma dla poszczególnych substancji ZnO (5 linii) i NaF (6 linii)  
 Wysokość linii określono dokładnością około 5% za pomocą liniatu, wyskalowane wg  
 najmocniejszej linii NaF 2,31782Å

### ***Wnioski:***

W wyniku przeprowadzenia ćwiczenia poznaliśmy praktyczne zastosowanie książek z zapisanymi po kolei znanymi i teoretycznymi liniami dyfrakcyjnymi różnych związków, przelicznikami, nazwami związków, opisami struktur w katalogach.

Dowiedzieliśmy jak za pomocą tych książek w prosty sposób przeliczyć kąt  $\theta$  lub  $2*\theta$  na długość fali w angstromach. Jak w dość żmudnym procesie wysublimować daną substancję chemiczną spośród mieszaniny dwóch faz. Gdzie jedna przenika wzajemnie przez drugą, dając mieszaninę dwóch widm. Gdzie blisko siebie znajdujące się linie mogą albo należeć do jednego związku lub to po prostu druga linia dyfrakcyjna (w wyniku błędów w monochromatorze, szczególnie dla niskich długości fal w pobliżu 1,4 angstroma). Stwarza to poważne problemy podczas szukania w książkach danej substancji.

Kolejnym problemem była niedokładność posuwu papieru, bezwładność układu pomiarowego. W wyniku czego uzyskiwaliśmy często duże błędy na 2-3 ostatnich miejscach po przecinku. Co było dodatkowym problemem podczas szukania. Gdyż wprawdzie odzyskaliśmy prawie bez trudu strukturę NaF po czym ze względu na błędy widmo drugiego związku przypominało i ZnO i Zr (cyrkon).

**Więcej na: [www.tremolo.prv.pl](http://www.tremolo.prv.pl) , [www.tremolo.elektroda.eu](http://www.tremolo.elektroda.eu) dział  
laboratoria**

*©2002-2006 by Tremolo – Robert Gabor pomyśl zanim skopiujesz ☺*