

PRAKTIKUM Z FYZIKY PEVNÝCH LÁTEK

Návod na ovládání rtg. difraktometru Phywe

Verze únor 2016

Stručný popis zařízení

Difraktometr Phywe je malý stolní difraktometr s 35 W rentgenkou zkonstruovaným pro účely školního rtg praktika. Box s průhledným předním panelem umožňuje zasunout zleva modul s rentgenkou (máme zakoupenou měděnou, molybdenovou a wolframovou rentgenku). Do experimentálního prostoru je možné umístit goniometr, který umožňuje rotovat se vzorkem (tzv. ω -scan) a s ramenem se ionizačním detektorem (tzv. 2θ -scan), nebo film či energiově disperzní polovodičový detektor pro detekci fluorescenčního spektra. Čelní spodní panel obsahuje ovládací prvky pro manuální ovládání difraktometru, a sériový port pro připojení kabelu k ovládání zařízení pomocí počítače. V horní části je displej zobrazující intenzitu měřenou detektorem nebo aktuální polohy motorků.

Rentgenka a spuštění záření

Zapnutí záření vyžaduje zavření dvířek pracovního boxu a jejich uzamknutí otočným knoflíkem. Přepneme indikátor funkce na napětí, kulatým ciferníkem otočíme na žádanou hodnotu a potvrdíme tlačítkem Enter (vpravo od ciferníku). Přepneme indikátor funkce na proud, změním hodnotu kulatým ciferníkem a potvrdíme Enter. Záření zapneme tlačítkem HV ON (a stejným tlačítkem ho i vypneme). Po zapnutí záření se rozzáří žhavená katoda na rentgence – můžeme ji pozorovat za olovnatým sklem.

Maximální napětí na rentgence je 35 kV, maximální proud 1 mA. Po dlouhodobé nečinnosti rentgenky výrobce doporučuje nejdříve pustit rentgenku na 25 kV a 1 mA po dobu 10 minut.

Při *záznamu na film* se nastavuje expoziční doba následujícím postupem: nejprve nastavíme napětí a proud rentgenky, jak je uvedeno výše. Po přepnutí tlačítkem Timer nastavíme expoziční dobu otáčením kulatým ciferníkem a potvrdíme tlačítkem Enter. Zapneme vysoké napětí HV ON a vzápětí zahájíme odečet expoziční doby tlačítkem Start. Rtg záření se automaticky vypne po uplynutí expoziční doby. Expozice lauegramu na polaroidový film obvykle trvá 120 minut.

Detektory

Detektorem záření je samovyčerpající halogenová ionizační trubice (počítá α , β i γ záření). Mrtvá doba detektoru je $\tau = 90 \mu\text{s}$, maximální počet pulsů za sekundu je 8192 (14 bitů). *Nenechávejte detektor v primárním svazku* (tj. přímo naproti výstupu z rentgenky) – *silná intenzita by mohla detektor poškodit!* Poznámka: Při velké intenzitě je třeba použít vzorec pro korekci na mrtvou dobu τ

$$N = \frac{N_0}{1 - \tau N_0},$$

kde N_0 je naměřený počet pulsů.

Rtg fluorescenční spektrum se měří pomocí polovodičové (křemíkové) PIN diody. K difraktometru můžeme připojit detektor Amptek s vlastní elektronikou a ovládacím programem. *Použitý detektor snese pouze malé intenzity rtg záření proto nesmí být v žádném případě měřen přímý svazek z rentgenky!*

Ovládání goniometru

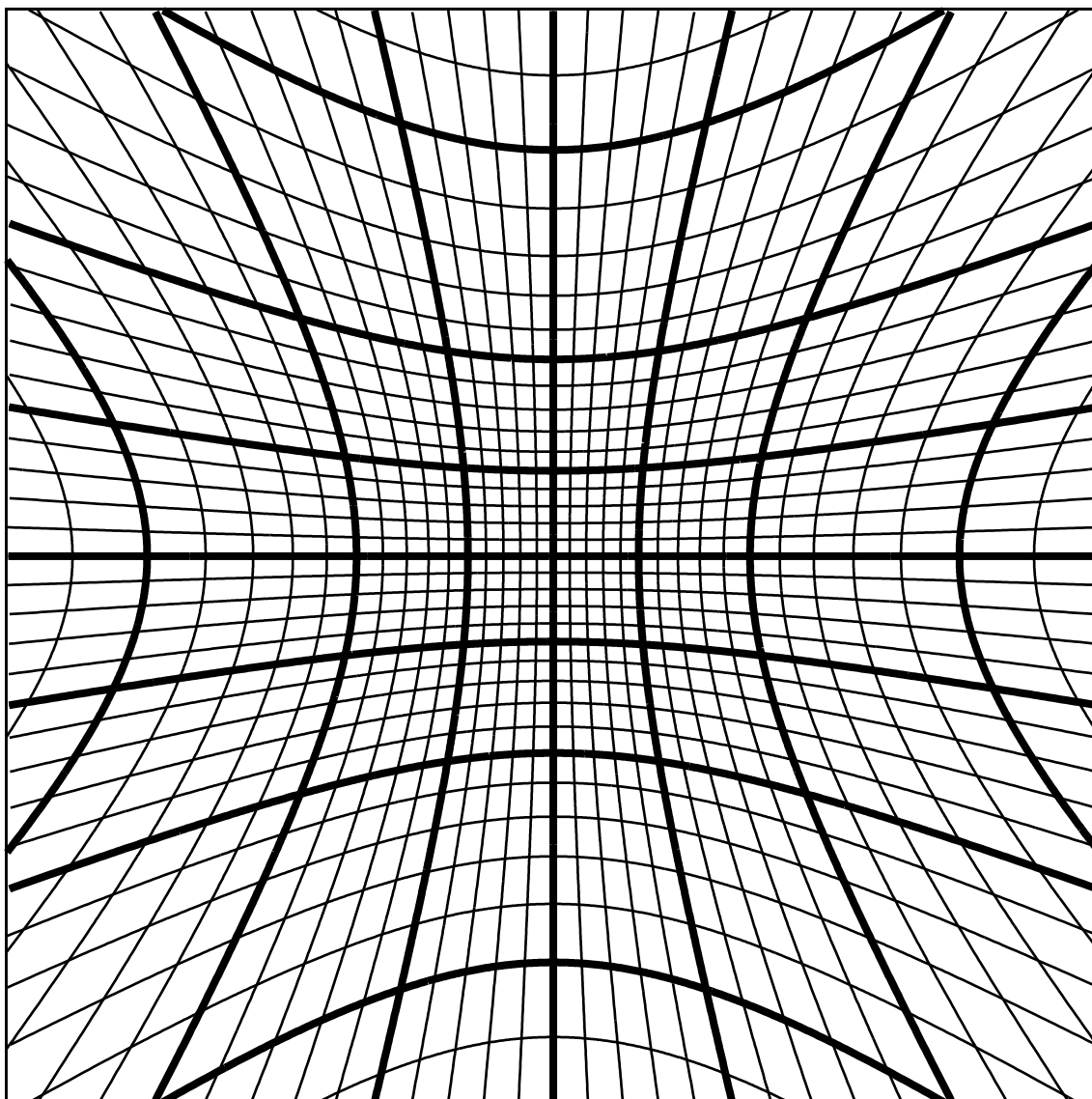
Goniometr umožňuje rotovat vzorkem a s detektorem (obojí s krokem $0,1^\circ$), a to buď nezávisle, nebo současně v poměru rychlostí 2:1 (tzv. zrcadlový neboli spekulární sken). Goniometr můžeme ovládat manuálně, nebo počítačem.

Manuální ovládání je jednoduché: přepneme na pohyb daným motorkem, a kulatým ciferníkem otočíme na hledanou polohu. Sken můžeme nechat provést automaticky: nejdříve pomocí Gate nastavíme dobu měření v jednom kroku, pak nastavíme typ skenu, rozsah a krok, a tlačítkem Start spustíme měření. Měřenou intenzitu odečítáme na displeji.

Ovládání počítačem obsahuje grafické uživatelské prostředí, které nastavuje všechny parametry zařízení (včetně zapnutí a vypnutí rentgenky), a umožňuje provádět skeny motorky, kreslit graf průběhu intenzity a uložit naměřená data do souboru. Během počítačového ovládání je ignorováno manuální ovládání. Naměřená data uložíme do textového souboru z menu Measurement → Export data.

Greningerova sit' pro vzdalenost filmu od vzorku 3cm

rozmer 14cm x 14cm



Wulffova síť a stereografické pravítko pro vzdálenost filmu od vzorku 2cm

