

TARTU RIIKLIK ÜLIKOOI

А.Н.ДАН

RÖNTGENIPRAKTIKUMI  
TUHEND

TARTU 1963

TARTU RIIKLIK ÜLIKOOI

EKSPERIMENTAALFÜÜSIKA KATEEDER

А.Н.АДУ

RÖNTGENIPRAKTIKUMI  
TUHEND

TARTU 1963

Тартуский государственный университет  
ЭССР, Тарту, ул. Оликооли, 18

А. Хаав

ПРАКТИКУМ ПО ФИЗИКЕ РЕНТГЕНОВСКИХ ЛУЧЕЙ  
На эстонском языке

Vastutav toimetaja A. Pae

Korrektor E. Vöhandu

-----  
TRÜ rotaprint 1963. Trükipoognaid 4,75.

Arvutuspoognaid 4. Trükiarv. 200.

MB 08771. Tell. nr. 900.

Hind 11 kop.

2

Tartu Riikliku Ülikooli  
Raamatukogu

79157

## E E S S Ö N A.

Käesolev röntgenipraktikumi juhend koosneb kolmest osast. Esimeses osas on praktiliste tööde teostamiseks vajalikke teadmisi röntgenikiirtest, röntgenitehnikast ja kristallograafiast. Teise osa moodustavad nelja praktilise töö juhendid. Kolmandas osas on ära toodud ohutustehnika nõuded töötamisel kõrgepingeseadmetega ja mõned vajalikud tabelid.

Nendele, kes soovivad röntgenistruktuuranalüüsi mitmekesistest probleemidest rohkem teada, kui sisaldavad käesoleva juhendi napid read, olgu soovitatud järgmisi raamatuid. Röntgenikiirte füüsika kohta võib lugeda Blohni raamatut /1/. Ülevaade kodumaistest röntgenitorudest ja röntgeniaparatuuridest leidub Haradža raamatus /2/. Väga mitmesuguse otstarbega röntgenikaamerate detailsed kirjeldused sisalduvad Umanski monograafias /3/. Mida me röntgenikiirte kasutamisel uurimiseks võime saada teada kristallide ehitusest, selgub, kui lugeda Guinier'i raamatut /4/. Praktikas laialt kasutatava pulbrimeetodi kohta on kirjutatud monograafia /5/. Arvukalt tabeleid, graafikuid ja muid struktuuranalüüsis vajalikke andmeid on ära toodud Mirkini teatikus /6/.

Elektronograafia probleemidele on pühendatud monograafiad /7, 8/.

# I. S I S S E J U H A T U S.

## 1. Röntgenikiirguse tekkimine.

Röntgenikiirgus tekib suure kiirusega liikuvate elektronide pörkumisel tahke kehaga. Elektronid võivad omandada suure kiiruse liikudes tugevas elektriväljas vaakuumis. Röntgenikiirguse tekkimiseks vajalikud tingimused on realiseeritud röntgenitorus, mis sisaldab elektronide allikat (katoode) ja anoodi (antikatoode). Struktuuranalüüsiaparatuurides maandatakse anood, kuna katoodile antakse kõrgepinge. Tekitatud elektriväljas kiirendatakse katoodist väljunud elektrone kuni pörkumiseni anoodiga. Elektronide pidurdamisel anoodil (pärssimisel) tekib lühilaineline elektromagnetiline kiirgus - röntgenikiirgus.

Röntgenitoru kasutegur on määratud järgmise empiirilise valemiga:

$$\eta = 1,1 \cdot 10^{-9} ZU,$$

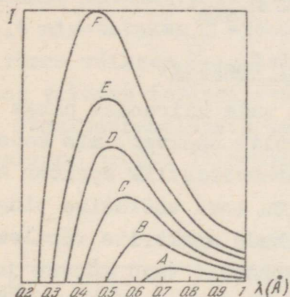
kus  $Z$  - anoodi aine järjekorra number perioodsuse süsteemis ja  $U$  - anoodi ja katoodi vaheline pingeline mõõdetuna voltides.

Toodud valemist järeldub, et kasuteguri suurust silmas pidades on otstarbekam kasutada perioodsuse süsteemi lõpuosas olevaid elemente anoodina. Kui anood valmistada näiteks volframist ( $Z = 74$ ) ja pingeks valida 50 kV, siis  $\eta$  väärtus on 0,4%. Järelikult röntgenikiirguseks muutub vaid väga väikene osa seda tekitavate elektronide energiast. Ülejäänud energia muundub soojuseks ja kui anoodi ei jahutata, siis see sulab ning röntgenitoru muutub tarvitamiskõlbmatuks. Isegi anoodi maksimaalsel jahutamisel on anoodi pinnaühiku kohta tulev elektronkimbu võimsus, mille korral anood veel ei sula, piiratud. Pinnaühiku kohta tulev lubatud võimsus on seda suurem, mida perem on anoodi soojusjuhtivus ja mida kõrgema sulamistemperatuuriga ainest on anood. Eelnevat ar-

vestades on mõistetav, miks anoodidena kasutatakse eranditult metalle (hea soojusjuhtivus). Eriti sobivad anoodideks molübdeen ja volfram kõrge sulamistemperatuuri ning vask hea soojusejuhtivuse tõttu.

## 2. Pidev spekter.

Kasutades W-anoodiga röntgenitoru ja mõõtes erinevate kiirendavate pingete korral röntgenikiirguse intensiivsuse sõltuvalt lainepikkusest, saame tulemused, mis on esitatud graafiliselt joonisel 1.



Joon.1. Röntgenikiirguse intensiivsuse sõltuvus lainepikkusest mitmesuguste pingete korral. W-anood.  
A - 20 kV; B - 25 kV; C - 30 kV;  
D - 35 kV; E - 40 kV; F - 50 kV.

Kõveraist nähtub, et meil on pidev röntgenikiirguse spekter. Lühemalainelises osas on spekter piiritletud teravalt, kusjuures minimaalne lainepikkus on pöördvõrdeline kiirendava pinge suurusega. Spektri lühilainelise piiri olemasolu on kergesti mõistetav. Maksimaalne energia, mille elektron võib röntgenitorus saada, on eU (U - kiirendav pinge, e - elektroni laeng). Juhul, kui sellise elektroni kogu energia muundub põrkel röntgenkvandiks, saamegi maksimaalse sagedusega (minimaalse lainepikkusega) kiirguse. Seega

$$h\nu_{\max} = \frac{hc}{\lambda_{\min}} = eU,$$

millest

$$\lambda_{\min} = \frac{12394}{U},$$

kus  $\lambda_{\min}$  on väljendatud ongströmides ja U mõõdetud volttides.

Võib aga ka nii juhtuda, et elektroni pörkumisel anoodiga osa tema energiast muutub soojuseks, mistõttu röntgenkvandi energia on väiksem maksimaalsest võimalikust (lainepikkus suurem  $\lambda_{\min}$ ). Sõltuvalt pidurdusprotsessi konkreetsetest tingimustest, võib soojuseks muutuv energia hulk olla väga erinev, mille tulemusena saame väga erineva lainepikkusega kiirguse (pidev spekter). Eespool märgitud protsesside keerukuse tõttu ei ole joonisel 1 esitatud kõveraid õnnestunud põhjendada teoreetiliselt.

Pidevas spektris intensiivsuse maksimum on lainepikkuse juures, mis ligikaudu võrdub  $3/2 \lambda_{\min}$ .

### 3. Karakteristlik spekter.

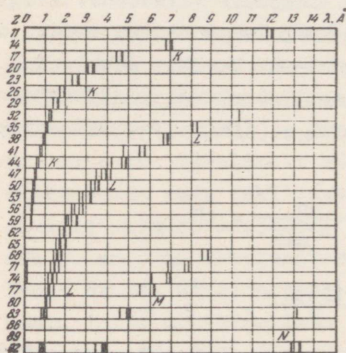
Pideva spektriga kaasneb (kui vaid kiirendav pinge on küllalt suur) alati nn. karakteristlik spekter, mis koosneb kindla lainepikkusega joontest. Karakteristlik spekter sõltub ainult anoodi ainest ja ei sõltu toru töötamise tingimustest. Elementide karakteristlikkude spektrite võrdlemine näitab, et nad on väga lihtsad, koosnedes vaid mõnest joonest ja kõik spektrid on sarnased. Karakteristlikus spektris võime eristada joonte gruppe, mida nimetatakse K, L, M- jne. seeriatega (joon.2). K-seeria intensiivseima joone

(nn.  $\alpha$  -joone) sagedus kõigi elementide jaoks on määratud Moseley seadusega

$$\sqrt{\nu_k} = C (Z - 1),$$

kus C - konstant ja Z - elemendi järjekorra number.

Moseley valemist ja joon.2 nähtub, et Z kasvades K-seeria jooned nihkuvad lühemate lainepikkuste poole.



Joon.2.

Struktuuranalüüsi seis-

Erinevate elementide karakteristlikud spektrid.

kohalt on suurima tähtsusega K-seeria, mis koosneb kolmest intensiivsest joonest. Neist kaks moodustavad dubleti ja tähistatakse  $K_{\alpha 1}$  ning  $K_{\alpha 2}$ .  $K_{\alpha 1}$  intensiivsus on umbes kaks korda suurem  $K_{\alpha 2}$  intensiivsusest, kusjuures  $K_{\alpha 1}$  lainepikkus on väiksem  $K_{\alpha 2}$  lainepikkusest. Paljudel juhtudel dublett ei lahutu kaheks iseseisvaks jooneks ja siis võime rääkida  $K_{\alpha}$ -joonest (või lihtsalt  $\alpha$ -joonest), mille lainepikkus arvutatakse järgmise valemi põhjal

$$\lambda_{K_{\alpha}} = \frac{2\lambda_{K_{\alpha 1}} + \lambda_{K_{\alpha 2}}}{3}$$

Kolmandat intensiivset joont K-seerias tähistatakse  $K_{\beta}$  (lühidalt nimetatakse  $\beta$ -jooneks). Tema lainepikkus on umbes 10% võrra väiksem  $K_{\alpha 1}$  lainepikkusest, kuna intensiivsus moodustab viimase intensiivsusest vaid 1/7.

Struktuuranalüüsis anoodidena kasutatavate elementide K-seeriaste joonte lainepikkused on toodud tabelis 1.

Tabel 1.

Anood		Lainepikkus (Å)				$U_k$ (kV)
Element	Z	$K_{\alpha}$	$K_{\alpha 1}$	$K_{\alpha 2}$	$K_{\beta}$	
Cr	24	2,2909	2,28962	2,29352	2,08479	5,95
Fe	26	1,9373	1,93597	1,93991	1,75654	7,10
Co	27	1,7902	1,78890	1,79279	1,62073	7,70
Ni	28	1,6591	1,65783	1,66168	1,50008	8,30
Cu	29	1,5418	1,54050	1,54434	1,39217	9,00
Mo	42	0,7107	0,70926	0,71354	0,63225	20,00
W <sup>1</sup>	74	0,2106	0,20899	0,21381	0,18436	69,50

<sup>1</sup> Volframi K-seeria joonte väikese lainepikkuse tõttu neid struktuuranalüüsis ei kasutata.

Tabeli 1 viimases veerus on esitatud esimeses veerus olevate elementide karakteristiklike spektrite tekitamiseks vajalikud minimaalsed pinged ( $U_k$ ).

Karakteristliku kiirgusspektri tekkimine on seletatav järgmiselt. Elektronid, mis kuuluvad aatomi koosseisu, ümbritsevad kihtidena tuuma. Tuumale lähimat kihti nimetatakse K-kihiks, järgmist L-kihiks, millele järgneb M-kiht jne.

Elektronide energia sõltub sellest, millises kihis ta asub. Elektroni energia suureneb tema kaugenemisega tuumast, s.t. L-kihis oleva elektroni energia on suurem K-kihis oleva elektroni energiast, M-kihis suurem kui L- ja K-kihis jne.

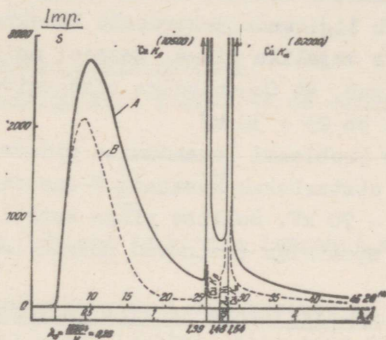
Röntgenitorus lüüakse suure energiaga liikuvate elektronide põrkumisel anoodiga viimasest aatomite K-kihist elektron välja - vastav aatom ioniseeritakse. K-kihis tekkinud vabale kohale läheb mõni teine elektron, näiteks L-kihist. Kuna L-kihis on elektroni energia suurem kui K-kihis, siis kiiratakse üleminekul vabanev energia välja röntgenkvandina. Probleemi täpsem analüüs näitab, et L-kiht koosneb kolmest alakihist, milledes olevate elektronide energiatega erinevus on väikene, järelikult ka elektronide üleminekul nendest alakihidest K-kihti vabanenud röntgenkvandid on peaaegu võrdse energiaga (erinevus lainepikkustes on väikene). Üleminekud K-kihti võivad aga toimuda ainult kahest alakihist ning nende üleminekute tulemusena tekkinud spektrijooned ongi jooned  $K_{\alpha 1}$  ja  $K_{\alpha 2}$ .  $K_{\beta}$ -joon tekib elektroni üleminekul ühest M-kihi alakihist (üldse on neid 5) K-kihti. On võimalikud veel ka teised üleminekud K-kihti, kuid need toimuvad harva (ülemineku tõenäosus on väikene), vastavad jooned on nõrgad ja me ei tarvitse neid struktuuranalüüsi seisukohalt arvestada. L-seeria jooned tekivad elektronide üleminekul järgmistest kihtidest vabale kohale L-kihis. L-seeria jooni struktuuranalüüsis peasegu ei kasutata (erandi moodustab volframi L-seeria).

Eespool kirjeldatud karakteristliku kiirgusspektri tekemehhanismi alusel võime mõista, miks on tarvilik spektri tekitamiseks teatav minimaalne elektronide energia (minimaalne ping). See energia peab olema piisav elektroni eemaldamiseks K-kihist, sest ainult sel juhul luuakse vajalikud

tingimused karakteristliku spektri tekkimiseks.

Igale anoodile, sõltuvalt tema ainest, vastab oma karakteristlik spekter, järelikult karakteristlikku spektrit saame muuta vaid anoodi vahetamisega, mis permanentse vaakuumiga röntgenitorude korral taandub röntgenitorude vahetamisele.

Vaskanoodiga röntgenitoru kiirgusspekter on toodud joonisel 3.



Joon.3.

Cu-anoodiga röntgenitoru kiirgusspekter (A) ja sama spekter pärast Ni-filtri läbimist (B). Intensiivsus on mõõdetud impulsi sekundi kohta.

Joonisest nähtub, et karakteristliku spektri joone intensiivsus, võrrelduna sama laia kui spektrijoongi pideva spektri alaga, on võrratult suurem.

Kui struktuuranalüüsi ülesande lahendamine nõuab karakteristliku kiirguse kasutamist, siis tuleb hoolitseda selle eest, et vastava kiirguse intensiivsus oleks võimalikult suur; sest, mida suurem on kasutatava kiirguse intensiivsus, seda lühem on röntgenogrammi eksponeerimiseks vajalik aeg. Peale karakteristliku kiirguse langeb uuritavale objektile aga ka pideva spektriga kiirgus. Selle kiirguse preparaadilt hajumise tagajärjel suureneb röntgenogrammil foon, mis osutub

segavaks röntgenogrammi dešifreerimisel. Pidevast spektrist võime vabaneda, kui röntgenikiirgus enne preparaadile lange- mist peegeldub sobivalt painutatud kvartsi kristallilt (nn. monokromaatorilt). Monokromaatori puudumisel ei saa me pidevast spektrist täielikult vabaneda. Küll on aga võimalik valida röntgenitoru töötamiseks selline pinge, mille korral karakteristliku ja pideva kiirguse intensiivsuste suhe oleks maksimaalne. Analüüs näitab, et see on nii siis, kui toru tööpinge ületab ligikaudu 3-kordselt karakteristliku kiirgu- se tekitamiseks vajaliku pinge. Eespool mainitud reegli rakendamisel selgub, et Cu-anoodiga röntgenitoru sobivaimaks pingerežiimiks on 25 - 30 kV.

Nõuab aga probleemi lahendamine pideva kiirguse kasuta- mist, siis on otstarbekas kasutada W-anoodiga toru kiirenda- va pingega 60 - 70 kV. Sellise pinge korral on tegu peaaegu ainult pideva spektriga (esinevad nõrgad L-seeria jooned).

#### 4. Röntgenikiirguse ja aine vastastikune toime.

Röntgenikiirte läbiminekul ainest toimuvad mitmesugused protsessid, millede üldiseks tagajärjeks on kiirtekimbu in- tensiivsuse vähenemine. Intensiivsuse vähenemine toimub all- järgnevate protsesside tõttu:

- a) röntgenkvant muudab aines oma liikumise suunda, kuid tema energia seejuures ei muutu (koherentne hajunud kiirgus);
- b) röntgenkvandi energia muutub hajumisel. See nähtus on tuntud Comptoni efekti nime all;
- c) röntgenkvant neelatakse aine aatomi poolt, tekib fotoelektriline efekt, mille tulemuseks on peale vabade elektronide veel ka nn. fluorestsentskiirguse tekkimine. Fluorestsentskiirgus tekib siis, kui neelatava kvandi ener- gia on küllaldane elektroni väljalöömiseks näiteks K-kihist. Vabale kohale läheb elektron L-kihist, kusjuures vabanev energia kiiratakse välja röntgenkvandina. (Protsess on ana- loogiline sellega, mis toimub elektroni pörkumisel aatomiga.) On ilmne, et fluorestsentskiirgust tekitava kvandi energia peab olema suurem fluorestsentskiirguse kvandi energiast.

Järgnevas arutelus käsitleme me ainult summaarset intensiivsuse vähenemist, määritlemata täpsemalt ühe või teise protsessi osa selles. Olgu meil homogeenne, väga õhukene aine kiht, mille  $1 \text{ cm}^2$  kohta tulev mass on  $dm$ . Langegu sellele kihile  $1 \text{ cm}^2$  suuruse ristlõikega röntgenikiirte kimp, kusjuures kihi läbimise tulemusena kimbu intensiivsus vähenegu  $dI$  võrra. Intensiivsuse vähenemine on võrdeline pealangeva kiirguse intensiivsusega  $I$  ja läbitud massiga  $dm$ , seega

$$dI = -\mu I dm,$$

kus  $\mu$  - nn. massabsorptsioonitegur.

Lõpliku paksusega kihi korral saame eelmist seost integreerides

$$\frac{I}{I_0} = e^{-\mu m},$$

kus  $I/I_0$  on kihti läbinud ja kihile langenud kiirguse intensiivsuste suhe.

Absorptsioonikoefitsiendi füüsikaline mõte on järgmine. Kui röntgenikiirte poolt läbitava kihi mass on  $1/\mu$   $1 \text{ cm}^2$  kohta, siis väheneb kimbu intensiivsus  $1/e = 0,35$  korda.

Juhul kui röntgenikiirte poolt läbitud kihi paksus on  $x \text{ cm}$  ja tihedus  $\rho$  ( $\text{g/cm}^3$ ), siis  $1 \text{ cm}^2$  kohta tulev mass  $m = x \rho$  ( $\text{g/cm}^2$ ) ja

$$\frac{I}{I_0} = e^{-\mu \rho x} = \frac{I}{I_0} e^{-\alpha x}.$$

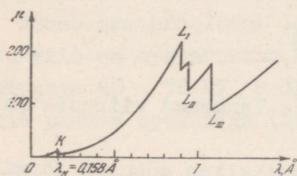
Korrutist  $\mu \rho = \alpha$  nimetatakse lineaarseks absorptsioonikoefitsiendiks ja selle väärtus sõltub ilmselt aine tihedusest. Seevastu massabsorptsioonikoefitsient on antud aine jaoks konstantne ega sõltu isegi aine agregaatolekust.

Keemiliste ühendite korral on massabsorptsioonikoefitsient võrdne kihi koosseisu kuuluvate elementide absorptsioonikoefitsientide summaga. Kui aine koosseis on teada kaalulistest protsentides, kusjuures ta sisaldab näiteks  $x_1\%$  elementi absorptsioonikoefitsiendiga  $\mu_1$ ,  $x_2\%$  elementi absorptsioonikoefitsiendiga  $\mu_2$  jne., siis selle aine massabsorpt-

sioonikoefitsient  $\mu$  on arvutatav järgmise valemi põhjal

$$\mu = \frac{x_1/\mu_1 + x_2/\mu_2 + \dots}{100}.$$

Elemendi massabsorptsioonikoefitsiendi suurus sõltub pealelangeva kiirguse lainepikkusest ja elemendi järjekorranumbrist. Järgnevalt me käsitleme lähemalt ainult esimest sõltuvust. Olgu meil mingi kindel element ja uurime  $\mu$  sõltuvust lainepikkusest. Selle sõltuvuse juures on tüüpiline  $\mu$  hüppeline suurenemine teatavate lainepikkuse väärtuste juures. Joonisel 4 on esitatud  $\mu$  sõltuvus lainepikkusest Pt korral.



Joon. 4.  
Massabsorptsioonikoefitsiendi sõltuvus lainepikkusest Pt korral.

poolt, siis võib tekkida fotoelektriline efekt, s.t. aatom ioniseeritakse. Kuna elektronid asetsevad kihtidena, siis elektroni väljalöömiseks mingist kihist on tarvilik kindla energiaga kvant, kusjuures kvandi energia peab olema vähemalt võrdne elektroni seose energiaga selles kihis. Seega, kui kvandi energia saab võrdseks näiteks L-kihis olevate elektronide seose energiaga, tekib fotoefekt, mille tulemusena kõrvaldatakse elektron L-kihist. Neeldumiskoefitsiendi väärtus suureneb järsult vastava lainepikkuse juures. L-kiht koosneb kolmest alakihist, kus elektronide energiad erinevad üksteisest vähe, järelikult peab ka  $\mu$  käigus esinema kolm hüpet, mida tegelikult ka vaadeldakse. Kiirguse lainepikkuse edasisel vähenemisel (kvandi energia suurenemisel) saabub moment, mil fotoefekt toimub K-kihis olevate elektronide väl-

korral. Absorptsioonikoefitsiendi hüppelised muutused on tähistatud tähtedega K,  $L_I$ ,  $L_{II}$  jne., kusjuures vastavaid lainepikkusi nimetatakse neeldumise lävedeks ja tähistatakse  $\lambda_K, \lambda_L$ , jne.

$\mu$  hüppeline muutumine on tingitud kiirguse neeldumise mehhanismist. Kui röntgenkvant neelatakse aatomi

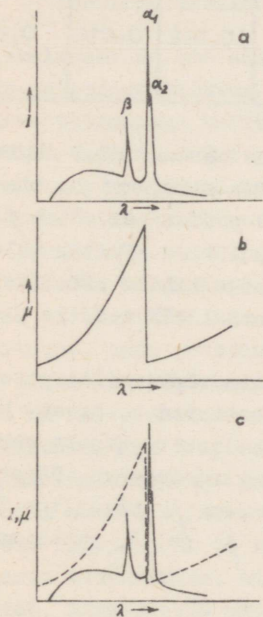
jalöömise tulemusena. Sellele vastab taas  $\mu$  väärtuse hüppeline suurenemine. Kahe hüppe vahelises piirkonnas kahaneb  $\mu$  lainepikkuse vähenedes monotoonselt (võrdeliselt  $\lambda^3$ -ga) ja samuti  $\lambda_K$ -st lühemate lainepikkuste poole.

Neeldumiskoefitsiendi hüppelist muutumist sõltuvalt lainepikkusest kasutatakse kiirgusspektris  $K\beta$  joonest vabanemiseks.  $K\beta$  joone puudumise tõttu preparaadile langevas kiirguses väheneb röntgenogrammil olevate difraktsioonijoonete arv, ühtlasi jääb ära tülikas töö  $\alpha$ - ja  $\beta$ -joonte eristamiseks. Sellise filtri töötamise põhimõtte selgub jooniselt 5. Filtriiks sobib aine, millel  $\mu$  hüppeline muutus toimub

lainepikkuste  $\lambda_{K\beta}$  ja  $\lambda_{K\alpha}$  vahel. Sobivate filtrite loetelu sõltuvalt anoodist on esitatud tabelis 2.

Tabelis 2 märgitud filtrite paksused on valitud selliselt, et  $\beta$ -joonte intensiivsused väheneksid  $\alpha$ -joonte intensiivsustega võrreldes 600 korda. Osaliselt neeldub muidugi ka  $K\alpha$ -kiirgus. See toob kaasa ekspositsiooniaja ebasoovitava suurenemise umbes 2 - 3 kordseks, võrreldes filtrita võtte teostamise ajaga. Sageli on see aeg ise juba väga pikk (näiteks 10 - 15 tundi) ja filtri kasutamisel pikeneks ta veelgi tunduvalt. Järelikult, niisugustel juhtudel ei ole filtri kasutamine otstarbekas.

Filter sobib asetada röntgenikaamera sisenemisava ette, kuna harilikult see ava on



Joon. 5.

Filtri kasutamise põhimõtte selgituseks: a - anoodi kiirgusspekter, b - filtri neeldumisspekter, c - neeldumisläve asetuse kiirgusspektri suhtes.

Anood	Lainepikkus (Å)		$\frac{I_{K\beta}}{I_{K\alpha}} = \frac{1}{600}$	K <sub>α</sub> läbilaskvuskoefitsient				
	K <sub>α1</sub> K <sub>α2</sub>	K <sub>β</sub>				Element λ <sub>K</sub> (Å)	Paksus	
							g/cm <sup>2</sup>	mm
Molübdeen	0,714 0,709	0,632	Tsirkoon 0,688	0,069	0,108	0,31		
Vask	1,544 1,540	1,392	Nikkel 1,487	0,019	0,021	0,40		
Koobalt	1,793 1,789	1,621	Raud 1,743	0,014	0,018	0,44		
Raud	1,940 1,936	1,737	Mangaan 1,895	0,012	0,016	0,46		

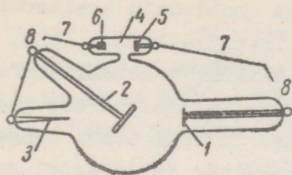
väikene, siis ka filtri vajalik suurus on vaid mõni ruutmilimeeter. Lihtne on filtreid valmistada siis, kui on olemas sobiva paksusega metall-leht. Viimase puudumisel võime filtri valmistada vastava metalli oksüüdpulbrist. Pulber tuleb segada liimiga ja kanda sobiva paksusega kihina paberile. Kihhi paksus peab olema selline, et ta sisaldaks tabelis 2 märgitud hulga metalli pinnaühiku kohta.

Olgu märgitud, et mingile kindlale röntgenikiirguse lainepikkusele vastavad  $\mu$  -väärtused muutuvad teatavate kiirgust neelavate elementide korral hüppeliselt. Hüpete tekkimise mehhanism on analoogiline eespool kirjeldatuga. Hüpete (näiteks K ja L) vahelises piirkonnas on  $\mu$  võrdeline  $Z^3$ -ga. See seadus on siiski vähem range kui  $\mu$  ja  $\lambda$  vaheline seadus (s.t.  $\mu \sim \lambda^3$ ).

### 5. Röntgenitorud.

Röntgenikiirte tekitamiseks vajalike elektronide saamise viisi järgi jagunevad röntgenitorud kahte suurde klassi: ioon- ja elektrontorud.

Ioonitoru. Ioonitorusid kasutatakse praegu peamiselt demonstratsioonivahendina röntgenikiirte saamiseks. Sellise röntgenitoru läbilõige on esitatud joonisel 6. Ta koosneb



Joon.6.  
Ioonitoru läbilõige.

nõgusast aluminiiumkatoodist (1), volframist või platinast kattega antikatoodist (2), mis asetseb  $45^\circ$  nurga all katoodi telje suhtes, anoodist (3) ja regeneraatorist (4). Kõik need toru elemendid paiknevad klaasballoonis, kus rõhk on  $\approx 10^{-3}$  torri.

Balloonis olevaist gaasi molekulidest on osa alati ioniseeritud. Ionisatsiooni põhjuseks on radioaktiivsus ja kosmiline kiirgus. Kõrgepingelise tulemusena tekib antikatoodi ja katoodi vahele elektrivälja. Positiivsed ioonid liiguvad katoodi suunas, kuna elektronid suunduvad antikatoodile. Positiivsed ioonid, põrkudes katoodiga, löövad viimasest välja elektrone. Elektronid lahkuvad katoodi pinnast risti sellega, kuna sel puhul elektronide väljumistöö on minimaalne. Elektronid kiirendatakse elektriväljas ja põrkudes antikatoodiga tekib röntgenikiirgus, nagu punktis 1 oli kirjeldatud. Antikatoodi suunas liikuvad elektronid täidavad veel ühte funktsiooni. Esialgu on nii positiivseid ioone kui ka elektrone vähe, kuid elektronid, mis liiguvad antikatoodile, põrkuvad neutraalsete gaasimolekulidega ja ioniseerivad neid. Seega suureneb katoodi suunas liikuvate positiivsete ionide arv, mille üldiseks tagajärjeks on ka katoodist väljalöödavate elektronide arvu suurenemine, lihtsamalt öeldes - anoodvoolu tugevus kasvab. Samaaegselt eespool kirjeldatud protsessidega toimub ka elektronide, mis põrgete tõttu on oma energia kaotanud, ühinemine (rekombinatsioon) positiivsete ionidega, mille tulemuseks on neutraalsete gaasimolekulide moodustumine.

Anoodvoolu tugevuse piiramiseks on toruga järjestikku lülitatud takistus 20 - 30 k $\Omega$ . Voolutugevuse kasvades anood-

ahelas pingelang sellel takistusel suureneb ning torul vastavalt väheneb. Pinge kahanemisega kaasneb anoodvoolu nõrgenemine ja pingelang takistusel väheneb. Järelikult suureneb nüüd toru pinge ja vool kasvab ning eespool kirjeldatud protsess algab taas otsast peale. Seega anoodvoolu ahelas olev takistus mõjub anoodvoolule stabiliseerivalt.

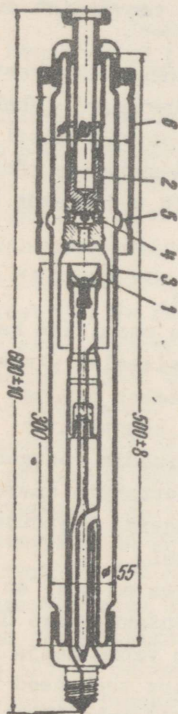
Regeneraatorit kasutatakse gaasirõhu taastamiseks ioontorus. Pikaajalise ioontoru töötamise tulemusena osa gaasimolekule okludeerub ballooni seintes ja rõhk torus langeb, mille tulemusena ei ole võimalik tekitada küllaldaselt arvu positiivseid ioone, seega ka elektrone ja toru lakkab töötamast. Regeneraatoriks võib olla õhukeseseinaline plaatina ja pallaadiumi sulandist (20% Pt ja 80% Pd) valmistatud toruke (pikkus 50 mm ja läbimõõt 1,5 mm). Toru väline ots on suletud, kuna klaasballoonis olev ots on avatud. Regeneraatori töö põhineb pallaadiumi omadusele kuumutatuna punase hõõgumiseni lasta läbi vesiniku. Järelikult, kui torukest kuumutada vesiniku atmosfääris, difundeeruvad vesiniku aatomid läbi regeneraatori seina ja satuvad röntgenitorru, suurendades viimases gaasirõhku vajaliku määraneni.

Lõpuks peatume lühidalt anoodi tähtsusele ioontorus. Nagu jooniselt 6 näha, on anood ja antikatood ühendatud, seega toru töötamisel on nendel ühesugune pinge. Anoodi tähtsus seisneb selles, et ta kergendab gaaslahenduse tekkimist. Kõrgepinge lüülimise hetkel on elektrone vähe. Gaasi molekulide ionisatsiooniks on aga tarvilik, et elektronide vabatee pikkus oleks väiksem elektrodidevahelisest kaugusest. Kuna anoodi ja katoodi vaheline kaugus on suurem kui antikatoodi ja katoodi vaheline kaugus, siis elektronid, mis liiguvad anoodile, ioniseerivad rohkem molekule kui need, mis liiguvad antikatoodile. Nii kergendub lahenduse tekkimine pinge lüülimise alghetkel. Pärast lahenduse tekkimist ta paigutub ümber katoodi ja antikatoodi vahele.

Mõni aeg tagasi kasutati veel ka struktuuranalüüsis lahtivõetavaid ioontorusid, kuid nüüd on nad elektronitorude poolt välja tõrjutud. Ioontorude puuduseks on asjaolu, et ei

saa teineteisest sõltumatult reguleerida anoodvoolu tugevust ja pinget. Pinge suurendamisel suureneb ka anoodvool. Teiseks puuduseks on asjaolu, et töötav toru vajab pidevalt kontrollimist ja reguleerimist, kuna rõhk torus aja jooksul muutub.

Elektronitoru. Struktuuranalüüsis kasutatakse laialdaselt permanentse vaakuumiga 5CB-tüüpi elektronitorusid. Gaasirõhk torus on  $10^{-7}$  -  $10^{-8}$  torri. Ühe sellise toru läbilõige on esitatud joonisel 7. Ta kujutab endast klaasballooni,



Joon.7.

5CB-tüüpi elektronitoru läbilõige.

millesse on vaakuumkindlalt joodetud hõõgkatood (elektronide allikas) (1) ja anood (2). Anoodi ümbritseb metallist silinder (3), mis peab kinni primaarelektronide poolt anoodist väljalöödavad sekundaarsed elektronid ja osaliselt ka kasutamata jääva röntgenikiirguse. Silindris on 4 ava, mis on kaetud berülliumist kettakestega (4) (paksus 0,20 - 0,25 mm). Röntgenikiirgus läbib berülliumist aknaid, kuid katoodi hõõgumisel tekiv valgus neeldub neis ja ei satu seetõttu koos röntgenikiirgusega röntgenikaamerasse, kus ta kutsuks esile filmi tuhmumise, mis ei ole aga soovitatav. Röntgenikiirguse neeldumise vältimiseks klaasballooni seintes on viimasesse joodetud 4 spetsiaalsest klaasist - getaanist - akent (5). Getaan valmistatakse röntgenikiiri väheneelavatest ainetest. (Ta koosneb:  $\text{BeCO}_3$  - 5,3%,  $\text{LiCO}_3$  - 17,3% ja  $\text{B(OH)}_3$  - 77,3%.) Getaan ei ole niiskuskindel ja laguneb õhus seisemisel. Getaani kaitsmiseks niiskuse eest kaetakse aknad õhukese tsapoonlaki (atsetoonis lahustatud tselluloid) kihiga. Akende kait-

sekihti tuleb uuendada üks kord kuus.

Klaasballooni anoodipoolne ots on veel ümbritsetud metallist kaitsesilindriga (6), mille sisemine pind on kaetud 1 mm paksuse seatinast kihiga. Silindris on 4 auku, mis peavad paiknema klaasballoonis olevate getaanist akende vastas. Läbi nende aukude väljub röntgenikiirgus ümbritsevasse ruumi. Kirjeldatud kiirgusekaitse on piisav selleks, et täielikult likvideerida mittekasutatav kiirgus. Röntgeniaparatuurides maandatakse anood koos eespool märgitud kaitsesilindriga ja anoodi jahutamiseks võib kasutada vahetult veevärgist saada vat vett.

Kõik tehasest väljastatavad röntgenitorud on varustatud passiga, milles on märgitud toru eksploateerimisel lubatud võimsus. Illustratsiooniks olgu märgitud, et töötamisel pingega 25 - 30 kV võib anoodvoolu tugevus Cu-anoodiga röntgenitorus olla maksimaalselt 20 mA, normaalselt töötatakse aga vooluga 10 - 15 mA.

## 6. Röntgeniaparatuurid.

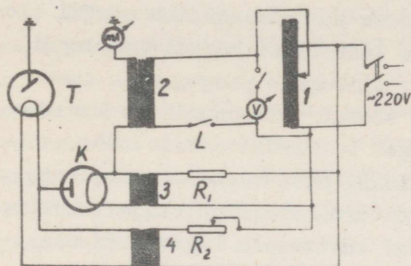
Röntgenstruktuuranalüüsis kasutatakse peamiselt kahte tüüpi aparate: kenotronita (УРС-55), maksimaalse pingega 55 kV ja ühe kenotroniga (УРС-70), maksimaalse pingega 70 kV. Ühe kenotroniga aparaat on eelistatum kui kenotronita. Põhjusks on asjaolu, et ühekenotronilises aparatuuris röntgenitoru ei tööta nii rasketes tingimustes kui kenotronita aparatuuris, kus ta täidab ühtlasi ka kenotroni ülesandeid. Seetõttu on esimesel juhul toru eluiga pikem kui teisel.

Mõlema aparatuuritüübi ühiseks puuduseks on see, et röntgenikiirgus võib torus tekkida vaid kiirendava pingega ühe poolperioodi vältel. Sellest puudusest on vabad nelja kenotroniga aparatuurid, kuid kenotronide suur arv teeb need võrdlemise kohmakaks ja seetõttu kasutatakse neid suhteliselt harva.

Järgnevalt käsitleme lähemalt vaid ühe kenotroniga aparatuuri põhimõttelist elektrilist skeemi. Skeem on toodud joonisel 8. (Joonisel 9 on esitatud 4 kenotroniga aparatuuri põhimõtteline elektriline skeem, mille töötamise selgitamise jä-

tame lugejale.)

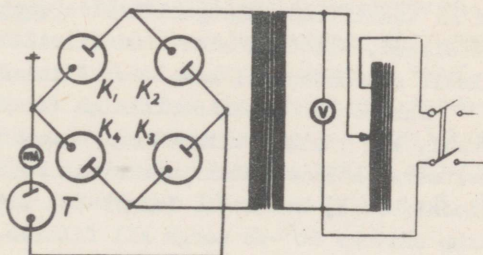
Kõrgepinge transformatori (lühidalt: KPT) (2) primaarmähis saab voolu autotrafost (1), mis võimaldab muuta röntgenitoru (T) pinget. KPT primaarpinget mõõdetakse voltmeetriga (V). Juhul, kui on teada KPT ülekandearv, võime primaarpinge ja ülekandearvu abil hinnata rönt-



Joon. 8.

Ühe kenotroniga röntgeniaparaaadi elektriline skeem.

genitorule rakendatud kõrgepinge suurus. Kõrgepinge suurus võib mõõta ka spetsiaalsete kõrgepingevoltmeetritega (tüüp C-96, piirkonnad 7,5 - 15 - 30 kV ja C-100 piirkond 100 kV). KPT üks ots on maandatud läbi milliampermeetri (mA), mis mõõdab anoodvoolu tugevust. Teine KPT ots on ühendatud kenotroni (K) katoodiga. Kenotroni katoodi küttevool saadakse trafost (3) ja reguleeritakse sobiva tugevuseni takistuse ( $R_1$ ) abil. Kenotroni anood on ühendatud röntgenitoru (T) katoodiga, kuna toru anood on maandatud. Röntgenitoru küttevoolu tugevust (sellest aga sõltub anoodvoolu tugevus) reguleeritakse trafo (4) primaaris oleva reostaadiga ( $R_2$ ). Kuna kenotron ja röntgenitoru on KPT sekundaarmähisega lülitatud järjestikku, siis mähise otstel olev pinge jaguneb kindlal viisil



Joon. 9.

Nelja kenotroniga röntgeniaparaaadi elektriline skeem.

kenotroni ja röntgenitoru vahel s.t. kenotroni ja röntgenitoru pingelangude summa on võrdne sekundaarmähise otstel oleva pingega. Aparaaadi normaalse töörežiimi korral kenotroni pingelang ei või ületada 1 kV. Niisugune pingajaotus saavutatakse sel teel, et kenotron töötab volt-amprilise karakteristika lineaarses osas - kaugel küllastusvoolust. Röntgenitoru töötab aga küllastusrežiimis, s.t. voolutugevuse kogu vooluringis limiteerib röntgenitoru katoodist väljuv elektronide hulk. Juhul, kui kenotroni küttevoolu tugevus ei ole küllalt suur (normaalselt 7 - 8 A), võib juhtuda, et kenotron hakkab töötama küllastusrežiimis, mille tulemusena pingajaotub ümber, nii et kenotron hakkab töötama röntgenitoruna ja vastupidi. Selle tagajärjel sulab kenotroni anood ja kogu aparaatuur lakkab töötamast.

### 7. Röntgenifilm ja selle töötlemine.

Röntgenikiirtel on samasugune fotokeemiline toime nagu nähtaval valguselgi. Fotofilmi emulsioonikiht on õhukene, röntgenikiirguse neeldumine selles väikene - järelikult need filmid on röntgenikiirguse suhtes vähetundlikud. Röntgenifilmidel on emulsioonikihiga kaetud tselluloidist aluse mõlemad pooled, mistõttu suureneb röntgenikiirte poolt läbitava emulsioonikihi paksus, röntgenikiirguse neeldumine selles ja ka filmi tundlikkus. Röntgenifilmide emulsioonikihid on suureteralised, mistõttu nimetatud filmidele tehtud võtteid oluliselt suurendada ei saa, sest filmi "tera" muutub nähtavaks.

Kahepoolse emulsioonikihiga filmil on ka teatav puudus. Juhul, kui röntgenikiirte kimp langeb risti filmi pinnaga, asetsevad mõlemas emulsioonikihis kujutised (näit. difraktsioonijooned) kohakuti. Langeb aga kitsas röntgenikiirte kimp näiteks  $60^{\circ}$ -se nurga all filmile, mille aluse (s.t. tselluloidikihi) paksus on 0,20 mm, osutub joon lõhenenuks vahekaugusega 0,12 mm. Kui filmile langev röntgenikiirte kimp ei ole nii kitsas, et tekiks joone lõhenemine, siis ta lihtsalt laieneb ja mõõtmisel osutub raskendatuks joone tõelise keskkohta määramine. Märgitud asjaolusid on tarvis silmas pidada

siiski ainult väga täpsete mõõtmiste korral.

Röntgenifilmi väljastatakse tehasest mitmesuguse formaadiga pakendeis, näiteks 13 x 18 cm, 18 x 24 cm ja 30 x 40 cm. Iga pakend sisaldab 40 lehte. Filmi kasutamisel struktuuranalüüsiks peame suureformaadilisest lehest vasta-va šablooniga järgi lõikama sobiva suurusega riba. Filmi lõikamisel, asetamisel kaamerasse jne. peab olema ettevaatlik, et filmile ei jääks näpujälgi ega tekitataks mehhaanilisi vigastusi.

Eksponeeritud filmi töötlemine toimub samade eeskirjade järgi nagu fotofilmilgi, välja arvatud muidugi ilmuti ja kinniti keemilised koostised ning ilmutamise kestus. Ilmuti ja kinniti koostised, ilmutamise kestus ja ilmuti temperatuur on trükitud igale pakendile. Pärast kinnitamist tuleb filmi vähemalt pool tundi lasta seista voolavas vees!

Röntgenifilme võib enamikul juhtudel töödelda tumepunase valguse juures (vastav märge peab olema pakendil!), kuid igasuguste eksituste vältimiseks on soovitatav seda siiski teha pimedas.

Lõpuks olgu juhitud tähelepanu sellele, et röntgenifilm on t u l e o h t l i k!

### 8. Röntgenikiirte intensiivsuse määramisest.

Fotograafiline meetod. Röntgenikiirte intensiivsuse määramiseks fotograafilisel teel on vajalik teada sõltuvust filmile langeva kiirgusenergia hulga ja tuhmumise vahel. Filmile langev energiahulk on võrdne röntgenikiirte intensiivsuse  $I$  ja mõjumisaja  $t$  (ekspositsiooni kestus) korrutisega. Seda korrutist nimetatakse röntgenikiirte mõjuks ja tähistatakse tähega  $H$ . Seega  $H = It$ . Filmi tuhmus  $S$  on antud järgmise avaldisega:

$$S = \log \frac{i_0}{i},$$

kus  $i_0$  - eksponeerimata (tuhmusvaba) filmiosa läbinud valguse intensiivsus ja  $i$  - tuhmunud (eksponeeritud) filmiosa läbinud valguse intensiivsus. Tuhmuse  $S$  ja kiirguse intensiiv-

suse vaheline üldine seos on

$$S = f(It^p),$$

kus  $t$  - säritusaeg,  $p$  - konstant (röntgenikiirte korral  $\approx 1$ ).

Uurimused on näidanud, et tuhmuste piirkonnas  $0,6 \leq S \leq 1,3$  võime võrrandis toodud funktsiooni lähendada logaritmiga. Seega nimetatud piirkonnas

$$S = c \log(It),$$

kus  $c$  on võrdetegur.

Piirkonnas  $0 < S < 0,6$  on  $S$  ja  $H$  teineteisega võrdelised. Kõigi ühel ja samal röntgenogrammil olevate difraktsiooni-joonte säritusaeg on sama, järelikult võime kirjutada

$$S = \beta I, \quad (1)$$

kus  $\beta$  - võrdetegur, mis sisaldab ka aega.

Belnevat seost kasutades on lihtne määrata röntgenogrammil olevate joonte suhtelist intensiivsust. Tõepoolest, olgu meil näiteks tarvis määrata kahe joone intensiivsuste suhe. Mõõdame mikrofotomeetriga nendele joontele vastavad tuhmene-mised  $S_1$  ja  $S_2$ . Tingimuse (1) kehtivuse korral

$$\frac{I_1}{I_2} = \frac{S_1}{S_2} \quad \text{ehk} \quad I_1 = I_2 \frac{S_1}{S_2}.$$

Seega oleme me teada saanud mitu korda ühe kiirtekimbu intensiivsus on teisest suurem või väiksem. Paljude probleemide lahendamiseks piisab suhtelise intensiivsuse teadmisest.

Ionisatsioonikamber. Gaasi läbivad röntgenikiired ioniseerivad aatomeid, mille tagajärjel tekivad vabad elektronid ja positiivsed ioonid. Aatomist röntgenkvandi toimel välja löödud elektroni kineetiline energia on väga suur ja põrkamisel aatomitega tekitab ta veel teatava hulga ioone. Aatom, millest elektron röntgenkvandi poolt välja löödi, läheb mõne teise elektroni haaramise järel normaalsesse seisundisse, kusjuures tekib fluorestsentskiirgus, mis omakorda võib põhjustada ionisatsiooni. Seega rõhuv osa röntgenikiirte kimbu

energiast kulutatakse gaasi aatomite ioniseerimiseks. Arvutused näitavad, et üks Cu-K $\alpha$  kiirguskvant tekitab ionisatsioonikambri mõnisada paari ioone (positiivsed ioonid ja elektronid).

Röntgenikiirte ioniseerivat toimet saab kasutada kiirguse intensiivsuse määramiseks. Vastavat seadeldist nimetatakse ionisatsioonikambriks. Ionisatsioonikambriks on gaasiga täidetud suletud karp. Karbis on kaks elektroodi, mis on ühendatud alalispingeallikaga. Üheks elektroodiks on kambri teljel asuv peenike varras, teiseks võivad olla kaamera seinad. Röntgenikiirte kimp siseneb kambri läbi alumiiniumfoolioga kaetud ava. Röntgenikiirte toimel tekivad positiivsed ioonid ja elektronid, mis liiguvad elektroodidevahelises väljas vastavate elektroodide suunas. Kui elektrivälja tugevus on küllalt suur, siis ioonid jõuavad elektroodideni enne, kui toimub nende rekombinatsioon. Järelikult kambrit läbib küllastusvool, mille tugevus on võrdeline ühes sekundis gaasis neeldunud röntgenikiirte energiaga, s.t. röntgenikiirte kimbu intensiivsus korrutatud kambri ava pindalaga.

Ionisatsioonikambri tundlikkus on seda suurem, mida suurem on neeldunud kiirgusenergia osa. Seega kambri täiteks sobib kiirgust hästi neelav gaas (näit. argoon, krüptoon). Nii näiteks ionisatsioonikamber, mille pikkus on 20 cm ja mis on täidetud argooniga rõhuni 1 At, neelab peaaegu täielikult Cu-K $\alpha$  kiirguse.

Difraktsioonikatsete korral ionisatsioonikambri mõõdetavad voolutugevused on  $10^{-10}$  -  $10^{-14}$  A.

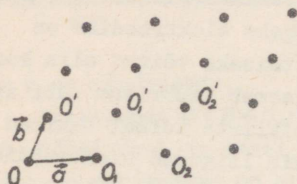
Peale kirjeldatud kahe meetodi võib röntgenikiirguse registreerimiseks kasutada veel loendajaid, fototakisteid ja stsintillatsioonloendajaid. Nende meetodite kasutamise juures me lähemalt aga ei peatu.

## 9. Kristallvõre.

Juba ammu pandi tähele, et kristallidel on sageli korrapärane geomeetiline kuju. Sellise kuju põhjuseks peeti

(mis ka nii on, nagu näitavad röntgenograafilised uurimused) kristalle moodustavate osakeste (aatomid, ioonid, molekulid) korrapärasest ruumilisest asetusest.

Niisuguse perioodsuse kahemõõteliseks näiteks on joonisel 10 toodud punktide asetusest. Geomeetria seisukohalt lähtudes võime joonisel 10 esitatud motiivi saada järgmiselt.

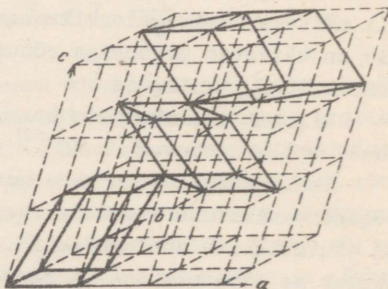


Joon.10.  
Tasapinnaline motiiv.

Nihutame korduvalt punkti O vektori  $\vec{a}$  suunas tema pikkuse võrra. Nii saame punktid  $O_1, O_2$  jne. Kui kõiki saadud punkte samaaegselt korduvalt nihutada vektori  $\vec{b}$  suunas tema pikkuse võrra, saame punktid  $O', O_1', O_2'$  jne. Nii saadud punktide kogu moodustabki esitatud motiivi.

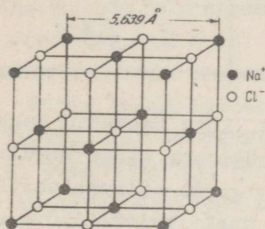
Kui eelmisele kahele vektorile lisada veel kolmas vektor ( $\vec{c}$ ), mis ei asetse vektoritega  $\vec{a}$  ja  $\vec{b}$  ühes tasapinnas ja nihutada kõiki ühel tasapinnal olevaid punkte (O,  $O', O_1, O_1'$  jne.) samaaegselt vektori  $\vec{c}$  suunas tema pikkuse võrra, saame ruumilise kujundi (joonis 11). Saadud kujundit, kui ta täidab kogu ruumi, nimetatakse kristallvõreks ehk ruumvõreks. Kristallvõre punkte O,  $O_1, O_1'$  jne. nimetatakse kristallvõre sõlmedeks. Vektoreid  $\vec{a}, \vec{b}$  ja  $\vec{c}$  nimetatakse nihkevektoriteks.

On ilmne, et erinevaid kristallvõresid võime saada lõpmatu hulga. Juhul kui kristallvõre sõlmed on samastatavad mõne reaalse kristalli aatomitega, siis nii saadud materiaalset keha nimetatakse kristallstruktuuriks. Vektorid  $\vec{a}, \vec{b}$  ja  $\vec{c}$  määravad kald-



Joon.11.  
Kristallvõre. Rasvaselt on välja joonestatud erinevad ühikrakud.

tahuka, mida nimetatakse ühikrakuks või elementaarrakuks. Ühikraku sümmeetria ei tarvitse alati olla nii kõrge, kui on kristallstruktuuri sümmeetria. Sellistel juhtudel valitakse struktuuri kirjeldamiseks uus, mugavam kaldtahukas, milles võib olla mitu ühikrakku. Kõik ühikrakud on omavahel identsed. Teades aatomite paigutust ü h e ühikraku piirides, võime endale kergesti ette kujutada, kuidas paiknevad aatomid kristallis kui tervikus. Joonisel 12 on esitatud NaCl ühikrakk. Kõik kolm vektorit  $\vec{a}$ ,  $\vec{b}$  ja  $\vec{c}$  on võrdsed (pikkus  $5,639 \text{ \AA}$ ). Esitatud ühikrakk sisaldab, nagu näitab lihtne loendus, 4  $\text{Cl}^-$  ja 4  $\text{Na}^+$  iooni. Ühikraku valik ei ole ühene. Joon.11 on rasvaste joontega välja joonistatud kolm erinevat ühikrakku. Harilikult valitakse kõikidest võimalikkudest ühikrakkudest lihtsaim. Kui võimalik, siis valitakse ühikrakuks risttahukas, sest see on tunduvalt lihtsam kui kaldtahukas. (Nurgad vektorite  $\vec{a}$ ,  $\vec{b}$  ja  $\vec{c}$  vahel on täisnurgad.) Kristallide kirjeldamisel võime vektoritega  $\vec{a}$ ,  $\vec{b}$  ja  $\vec{c}$  määratud suunad valida koordinaattelgede suundadeks. Koordinaattelgedevahelised nurgad tähistame järgmiselt:



Joon.12.  
NaCl-kristalli ühikrakk.

lihtsam kui kaldtahukas. (Nurgad vektorite  $\vec{a}$ ,  $\vec{b}$  ja  $\vec{c}$  vahel on täisnurgad.) Kristallide kirjeldamisel võime vektoritega  $\vec{a}$ ,  $\vec{b}$  ja  $\vec{c}$  määratud suunad valida koordinaattelgede suundadeks. Koordinaattelgedevahelised nurgad tähistame järgmiselt:

$$\angle(\vec{a}, \vec{b}) = \gamma, \quad \angle(\vec{a}, \vec{c}) = \beta, \quad (\vec{b}, \vec{c}) = \alpha.$$

Üldiselt ükski neist nurkadest ei tarvitse olla täisnurk.

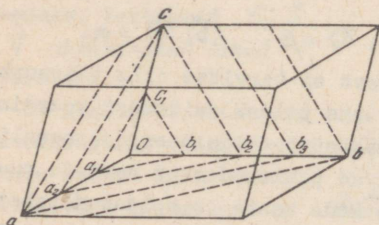
Kristallide kirjeldamiseks piisab seitsmest koordinaatsüsteemist. Nendele koordinaatsüsteemidele on iseloomulikud vektorite  $\vec{a}$ ,  $\vec{b}$  ja  $\vec{c}$  erinevad pikkused ning nurkade suurused. Andmed koordinaatsüsteemide kohta on esitatud tabelis 3.

Läbi mis tahes kolme mitte ühel sirgel asetseva kristallvõre sõlme võime panna tasandi, mis on vaadeldav kahe-mõõtelise võrena. Kord valitud tasandile saame leida lõpmata palju temaga paralleelseid ja võrdsel kaugusel asuvaid tasan-

Süsteem	a, b ja c vahekord	$\alpha$ , $\beta$ ja $\gamma$ vahekord
1. Kuubiline	$a = b = c$	$\alpha = \beta = \gamma = \frac{\pi}{2}$
2. Rombiline	$a \neq b \neq c$	$\alpha = \beta = \gamma = \frac{\pi}{2}$
3. Heksagooniline	$a = b \neq c$	$\alpha = \beta = \frac{\pi}{2}, \gamma = 120^\circ$
4. Tetragooniline	$a = b \neq c$	$\alpha = \beta = \gamma = \frac{\pi}{2}$
5. Romboedriline	$a = b = c$	$\alpha = \beta = \gamma \neq \frac{\pi}{2}$
6. Monokliinne	$a \neq b \neq c$	$\alpha = \gamma = \frac{\pi}{2} \neq \beta$
7. Trikliinne	$a \neq b \neq c$	$\alpha \neq \beta \neq \gamma$

deid, millel samuti paiknevad sõlmed. Kõik tasandid kokku moodustavad kristallvõre tasandite süsteemi mingi kindla tasanditevahelise kaugusega. Kuna esialgsete sõlmede valik on meelevaldne, siis me võime saada ka ühele kristallvõrele vastavaks lõpmatu palju tasandite süsteeme. Juhul kui võre igale sõlmele vastab aatom, räägitakse aatomtasandist ja vastavalt aatomtasandite kaugusest.

Vaatleme ühikrakku, mille servad olgu valitud ühtlasi ka koordinaattelgedeks (joon.13). Ühikrakku lõigaku mingi tasandite süsteem. Üks tasandeist läbigu koordinaatide alguspunkti O, teine vektori  $\vec{a}$  lõpp-punkti. Nende kahe tasandi



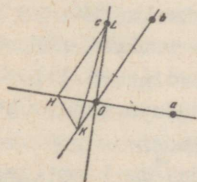
Joon. 13.  
Ühikraku lõikamine aatom-  
tasanditega.

vahela mahub veel teatav arv aatomtasandeid, mis kõik asetsevad üksteisest võrdsel kaugusel. Need tasandid, lõikudes vektoriga  $\vec{a}$ , jaotavad ta reaks võrdse pikkusega lõikudeks. Iga lõigu pikkus on  $\frac{a}{h}$ , kus h on vektori  $\vec{a}$  lõikavate tasandite arv. Analoogi-

liselt leiame, et kahe ülejäänud vektoriga ( $\vec{b}$  ja  $\vec{c}$ ) lõikunud kahe naabertasandi vaheline kaugus on vastavalt  $\frac{b}{k}$  ja  $\frac{c}{l}$ . Seega  $h$ ,  $k$  ja  $l$  on täisarvud. Neid nimetatakse pinnaindeksiks. Selleks et leida tasandi ( $h k l$ ) asukoht, kui on teada indeksid, tuleb koordinaattelgedele kanda, alguspunktist lähtudes, lõigud pikkustega  $\frac{a}{h}$ ,  $\frac{b}{k}$ ,  $\frac{c}{l}$  ja läbi nii saadud punktide panna tasand. See tasand ongi koordinaatide alguspunktile lähimaks tasandiks tasandite süsteemis, mille ühiseks indeksiks on ( $h k l$ ). Tasanditevahelise kauguse määramiseks võtame koordinaatide alguspunktist normaali tasandite süsteemile ( $h k l$ ). Koordinaatide alguspunkti ja esimese tasandi vaheline kaugus ongi otsitav.

Suure hulga erinevate tasandite hulgast leiame me ka selliseid, mis on paralleelsed ühe või teise koordinaatteljega. Seda tõsiasi võime väljendada öeldes, et tasand lõikub koordinaatteljega lõpmatutes. Vastavat indeksit tähistatakse nulliga. Näiteks tasand indeksitega (100) on paralleelne nii  $b$ - kui ka  $c$ -teljega.

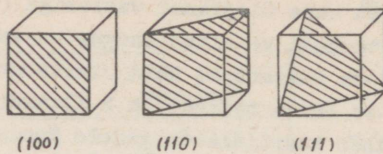
Tasand võib lõigata telgi ka nende negatiivsete väärtuste juures. Vastav indeks loetakse siis negatiivseks ja tähistatakse sümboliga  $\bar{h}$ . Joonisel 14 on näidatud tasandi ( $\bar{2} \bar{3} 1$ ) ehitamine. Võre sõlmede (kristalli korral aatomite)



Joon. 14.  
Tasandi ( $\bar{2} \bar{3} 1$ ) ehitamine.

arv mingis lõplikus ruumalas on piiratud. Järelikult, mida suurem on tasanditevaheline kaugus, seda tihedamini peavad seal paiknema sõlmed (aatomid). Suurele tasanditevahelisele kaugusele aga vastavad väikesed indeksid. Seega väikeste indeksitega pinnad on tihedamalt "asustatud" kui suurte indeksitega pinnad. Kristallograafias on suurima tähtsusega just väikeste indeksitega pinnad, kuna kristallide välised tahud on alati nendega paralleelsed.

Joonisel 15 on esitatud viirutatuna kuubilise võre mõned tasandid.

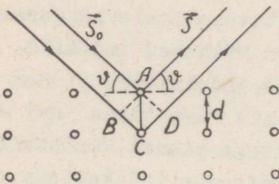


Joon.15.  
Tasandid (100), (110) ja (111)  
kuubilises kristallis.

### 10. Röntgenikiirte difraktsioon.

Selleks et mõista, mis toimub kristallis, kui talle langeb röntgenikiirgus, vaatleme enne lihtsamat probleemi: röntgenikiirgus langeb üksikule aatomile. Kuna röntgenikiirgus on elektromagnetiline lainetus, siis muutuva tugevusega elektrivälja toimel hakkavad elektronid aatomis võnkuma. Elektronide võnkumise sagedus on võrdne pealelangeva kiirguse elektrivекtori võnkesagedusega. Võnkuv laetud osake kiirgab ise sama sagedusega elektromagnetilisi laineid, millega ta võngubki. Järelikult, elektronid aatomis neelavad ja kiirgavad taas röntgenikiirgust, mistõttu räägitakse, et aatomid hajutavad röntgenikiirgust (koherentne hajunud kiirgus). Hajunud kiirguse laineamplituud (ka intensiivsus) on väga väikene võrrelduna primaarkimbu amplituudiga.

Olgu meil kristall, mis koosneb ainult ühte sorti aatomeist. Võtame vaatluse alla ühe aatomitasandite süsteemi (h k l). Tasanditevaheline kaugus olgu  $d$  (joon.16). Langegu



Joon.16.  
Vulfi-Braggi valemi tule-  
tamise juurde.

sellele tasapindade süsteemile paralleelne monokromaatne röntgenikiirte kimp (laine pikkus  $\lambda$ ), mis on määratud vektoriga  $\vec{S}_0$ . Nurk langevate kiirte ja aatomitasandi vahel olgu  $\varphi$ .

Kristalli koosseisu kuuluvad igat aatomit võime vaadelda kui koherentse röntgeni-

kiirguse allikat. Hajunud kiirgus võib interfereeruda. Geomeetriline analüüs näitab, et sõltumatult aatomite asetusest tasandil hajunud kiirgus on faasis siis, kui interfereerunud kiirte ( $\vec{S}$ ) korral on täidetud peegeldumiseseadus, s.t. nurk vektori  $\vec{S}$  ja aatomtasandi vahel peab olema  $\psi$ . Seega võime kogu vaadeldud protsessi formaalselt käsitleda kui röntgenikiirte peegeldumist aatomtasandilt. Kristallis on aga olemas rohkem kui üks selline tasand. Paljude tasandite olemasolu korral peame arvestama, et suunas  $\vec{S}$  võib levida kiirgus ainult sel juhul, kui kõigilt tasandelt suunas  $\vec{S}$  hajunud kiirgus on samas faasis. Jooniselt 16 nähtub, et siis peab olema täidetud järgmine tingimus:

$$2d \sin \psi = n \lambda,$$

kus  $n$  on täisarv. Saadud seos kannab Vulfi-Braggi valemi nime. (Õigem oleks nimetada seda valemit Vulfi-Braggide valemiks, kuna ta tuletati üksteisest sõltumatult vene füüsiku Vulfi ja inglaste - isa ning poeg Braggide poolt, kuid me kasutame siiski tekstis toodud nimetust kui lühemat.)

Eelnevat arvestades võime väita, et kristall "peegeldab" röntgenikiiri, kuid "peegeldus" toimub ainult langemisnurga (või  $\psi$ ) kindlate väärtuste korral.<sup>1</sup>

Suunas  $\vec{S}$  levivat kiirt nimetatakse difrageerunud kiireks, kuna kogu eespool kirjeldatud protsessi võime vaadelda ka difraktsioonina.

Vulfi-Braggi valem on röntgenstruktuuranalüüsi põhivalemiks. Sellest valemist võime teha mõningaid järeldusi.

1. Olgu meil tegu esimest järku peegeldusega ( $n = 1$ ). Maksimaalne  $\sin \psi$  väärtus on üks, järelikult nende tingimuste korral

$$2 d_{\min} = \lambda \quad \text{ehk} \quad d_{\min} = \frac{\lambda}{2},$$

<sup>1</sup> Täpsemalt öeldes: peegeldus võib toimuda, kui  $\psi$  väärtused on vahemikus  $\psi - \Delta\psi$  kuni  $\psi + \Delta\psi$ . Ent  $\Delta\psi$  on väikene - mõnikümmend minutit.

kus  $d_{\min}$  tähendab minimaalset aatomtasanditevahelist kaugust, mille korral veel on võimalik peegelduse tekkimine lainepikkuse  $\lambda$  korral. Kui suhe  $\frac{\lambda}{2d}$  on väga väikene, siis ka vastavad  $\nu$  väärtused on väikesed ning niisuguste peegelduste registreerimine tekitab tõsiseid, sageli ületamatuid raskusi. Kasutades kiirgust lainepikkusega  $\lambda$ , võime registreerida vaid lõpliku arvu peegeldusi aatomtasandeid.

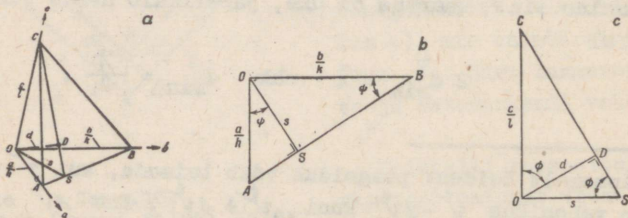
2. Ühelt ja samalt aatomtasandite süsteemilt (h.k.l) võime saada mitu peegeldust ( $n = 1, 2, 3, \dots$ ). Sageli on aga otstarbekas n-dat järku peegeldust käsitleda kui esimest järku peegeldust tasandeid, mis on paralleelsed tasandiga (h.k.l), kuid n korda väiksema kaugusega tasandite vahel. Sellise tasandite süsteemi indeksid on siis (nh, nk, nl), s.t. neis on ühine tegur. Nii näiteks võime teist järku peegeldust tasandeid (100) vaadelda kui esimest järku peegeldust tasandeid (200). Uute tasandite vaheline kaugus on eelmisest poole väiksem, s.o.  $\frac{d}{2}$ . On ilmne, et uutel tasanditel tegelikult aatomeid ei asu, neid võib leida vaid igal n-dal tasandil. Niisuguse võtte tulemusena lihtsustub niigi lihtne Vulfi-Braggi valem veelgi ja omandab järgmise kuju

$$\lambda = 2 d' \sin \nu,$$

kus  $d' = \frac{d}{n}$ .

3. Leiame seose aatomtasanditevahelise kauguse d ja ühikraku parameetrite vahel.

Olgu meil ortogonaalne ühikrakk (s.o.  $\alpha = \beta = \gamma = \frac{\pi}{2}$ , kuna  $a \neq b \neq c$ ). Joonisel 17 a on näidatud tasandite süsteemi



Joon. 17

Valemi (2) tuletamise juurde.

(h k l) esimese tasandi (ABC) lõikumine ühikraku telgedega. Võtame tasandi, mis läbib c-telge ja on risti tasanditega (h k l). See tasand lõikab tasandit (ABC) piki joont CS ning tasandit ABO piki joont OS. Tasand ABO on eraldi näidatud joonisel 17 b. Lõik OS on risti AB-ga ja kolmnurgad AOB ning ASO on sarnased. Järelikult

$$\frac{OA}{OS} = \frac{AB}{OB}.$$

Asendades nende lõikude pikkused joonisel märgitud suurus-  
tega, saame

$$\frac{\frac{a}{h}}{s} = \frac{\sqrt{\frac{b^2}{k^2} + \frac{a^2}{h^2}}}{\frac{b}{k}}.$$

Pärast lihtsustamist

$$\frac{1}{s} = \sqrt{\frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2}}.$$

Joonisel 17 c on esitatud tasapind COS. Lõik OD on risti SC ja kolmnurgad SOC ja SDO sarnased. Järelikult

$$\frac{OS}{OD} = \frac{SC}{OC}.$$

Asendades nende lõikude pikkused joonisel märgitud suurus-  
tega, saame:

$$\frac{s}{d} = \frac{\sqrt{\frac{c^2}{l^2} + s^2}}{\frac{c}{l}}.$$

Pärast lihtsustamist

$$\frac{1}{d} = \sqrt{\frac{1}{s^2} + \frac{l^2}{c^2}}.$$

Asendame  $\frac{1}{s^2}$  väärtuse ja me saame lõplikult

$$\frac{1}{d} = \sqrt{\frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2}}.$$

Kui meil on tegu kuubilise kristalliga, siis  $a = b = c$   
ja

$$\frac{1}{d^2} = \frac{1}{a^2} (h^2 + k^2 + l^2).$$

Teostades  $\frac{1}{d}$  asenduse Vulfi-Braggi valemis leitud suurusega, saame

$$a = \frac{\lambda}{2} \frac{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}{\sin \nu}. \quad (2)$$

Valem (2) võimaldab arvutada  $a$  - võrekonstandi, kui eksperimendist määrata  $\nu$ . Valemis (2) toodud  $h$ ,  $k$  ja  $l$  võivad sisaldada ühist kordajat.

Lisaks seosele kuubilise ühikraku parameetrite ja  $d$  vahel olgu näitena toodud veel vastavad seosed tetragoonilise ja rombiline ühikraku korral. Esimesel juhul on seos järgmine:

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2}$$

ning teisel juhul

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2}.$$

4. Eespool toodust järeldub, et  $d$  väärtused sõltuvad ühikraku parameetrist, ei sõltu aga aatomite paiknemisest selles. Teiselt poolt  $d$  suurus määrab  $\nu$  suuruse, s.t. refleksi (difraktsioonijoone) asukohta. (Kuidas eksperimentaalselt  $\nu$ -dat määrata, kirjeldame edaspidi) Niisiis difraktsioonijoone asukoht röntgenogrammil sõltub ainult võre geometrilistest omadustest. Seetõttu erinevad kristallid, millel on ühte tüüpi ja ühesuguse suurusega ühikrakud, annavad ühesuguse joonte asendiga röntgenogrammid, näit.  $\text{SnJ}_4$  ja  $\text{RbAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ . Esimene neist on suhteliselt lihtsa keemilise koostisega, teine aga üsna keeruline. Mõlemal juhul on ühikrakk kuubiline - serva pikkus 12,2 Å.

Joonte (peegelduste) suhteline intensiivsus aga sõltub

ainult sellest, millisel viisil paiknevad aatomid ühikrakus. Kristalli kui terviku struktuur on määratud ühikraku ehitusega, s.t. tema mõõdetega ja aatomite paigutusega seal. Järelikult, difraktsioonijoonte (reflekside) asukohad ( $\lambda$ -väärtused) ja nende suhteline intensiivsus iseloomustavad kristalli struktuuri. Sõltumatult sellest, kas me saame täpselt määritleda tundmatu kristalse aine struktuuri või ei, võime me ta siiski alati ära tunda teiste ainete seast kord võetud röntgenogrammi järgi.

#### 11. Röntgenikiirte lainepikkuse määramisest.

Vulfi-Braggi valem võimaldab mõõdetud  $\lambda$  väärtuste põhjal arvutada kahe lainepikkuse suhte, kui röntgenogrammid saadakse ühest ja samast ainest või sama lainepikkuse ja aine korral saame arvutada erinevate aatomtasandite vaheliste kauguste suhted. Lainepikkuse või aatomtasandite vahelise kauguse absoluutseks mõõtmiseks on tarvilik ühte nendest suurustest täpselt teada.

Ajalooliselt kujunes olukord järgmiseks. Laue katse tulemusena selgus, et röntgenikiiri on võimalik kasutada difraktsioonipildi saamiseks kristallist. Isa ja poeg Braggid püüdsid pärast Laue katset määrata NaCl-kristalli struktuuri, kuid neil puudusid andmed nii kasutatava kiirguse lainepikkuse (Rh-anood) kui ka NaCl struktuuri kohta. Sellest raskusest ülesaamiseks kasutati järgmist mõttekäiku. Keemikud olid kindlaks teinud, et NaCl koosneb  $\text{Na}^+$  ja  $\text{Cl}^-$  ioonidest. Loogiline on oletada, et kristallis need ioonid asetsevad vaheldumisi, sest ainult sel juhul puuduvad lähimate naabrite vahel elektrostaatilised tõuketungid. Teiselt poolt oli teada, et makroskoopilised NaCl-kristallid on kuubilised. Nende andmete põhjal võib väita, et NaCl-kristalli ühikrakk on selline nagu joonisel 12 esitatud. Nagu me juba varem (vt. p.9) märkisime, sisaldab see ühikrakk 4  $\text{Cl}^-$  ja 4  $\text{Na}^+$  iooni. Ühikraku serva pikkus on  $a$ , järelikult tema ruumala  $a^3$ . Ühikraku kohta tulev mass avaldub järgmiselt:

$$\frac{4 (M_{\text{Na}} + M_{\text{Cl}})}{N},$$

kus  $N$  - Avogadro arv,

$M_{\text{Na}}$  ja  $M_{\text{Cl}}$  - naatriumi ja kloori aatomkaalud.

$\rho$  on järgmine:

$$\rho = \frac{4(M_{\text{Cl}} + M_{\text{Na}})}{N \cdot a^3}.$$

Jooniselt 12 on näha, et kuubi tahkudega paralleelsete aatomtasandite vaheline kaugus  $d = \frac{1}{2} a$ . Seega

$$d = \frac{1}{2} \sqrt[3]{\frac{4(M_{\text{Cl}} + M_{\text{Na}})}{\rho N}}. \quad (3)$$

Arvestades, et makroskoopilised tiheduse mõõtmised andsid:

$\rho_{18^\circ\text{C}} = 2,1632 \text{ g/cm}^3$  ja et  $N = 6,064 \cdot 10^{23}$ , leiti

$$d = 2,814 \text{ \AA}.$$

Niiviisi määratud  $d$  väärtuse põhjal oli võimalik Vulfi-Braggi valemist arvutada kasutatava kiirguse lainepikkus. Valemis (3) esinevad eksperimentaalselt mõõdetavad suurused  $N$  ja  $\rho$ . Nende mõõtmise täpsus on aga väiksem suhteliste lainepikkuste määramise täpsusest. Seetõttu otsustati lugeda  $d = 2,81400 \text{ \AA}$ . Kõik enne 1946.a. teostatud nii kristallograafilised kui ka spektrograafilised mõõtmised on tehtud NaCl kui etaloni suhtes.

Tänapäeval määratakse röntgenikiirguse lainepikkused peegeldifraktsioonvõrede abil, seega sõltumatult kristalli tihedusest ja Avogadro arvust. Uute lainepikkuste põhjal määrati uuesti NaCl aatomtasandite vaheline kaugus, mis osutus võrdseks  $2,8195 \text{ \AA}$ . Järelikult, kasutades nüüd valemit (3), võime, teades tihedust, arvutada Avogadro arvu. Viimase väärtuseks saadi  $N = 6,0235 \cdot 10^{23}$ , mida loetakse üheks täpsemaks selle konstandi väärtuseks. Vanade ja uute lainepikkuste põh-

jal arvutatud kristallograafiliste suuruste (näiteks võre-  
konstantide) eristamiseks võeti alates 1946.a. kasutusele  
erinevad ühikud. Vanaks lainepikkuse ühikuks on kX (kiloiks),  
uueks - ongström ( $1 \text{ \AA} = 10^{-8} \text{ cm}$ ). Varasemate tulemuste, mis  
on mõõdetud kX-des, ümberarvutamiseks ongströmideks tuleb  
neid korrutada koefitsiendiga 1,00202, s.t.  $1 \text{ kX} = 1,00202 \text{ \AA}$ .

## II. PRAKTILISED TÖÖD.

### 1. RÖNTGENOGRAMMI SAAMINE PULBRIMEETODIL JA SELLE INDITSEERIMINE.

#### Tööülesanne.

Tutvumine röntgenstruktuuranalüüsi põhialustega, röntgenogrammide saamiseks kasutatava meetodikaga ja aparatuuri-ga.

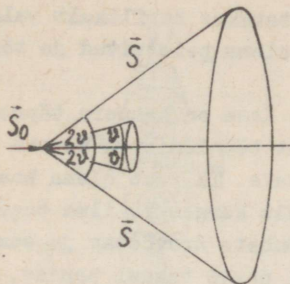
Kuubilisse süngooniasse kuuluvast ainest röntgenogrammi saamine ja selle inditseerimine.

#### 1.1. Pulbrimeetod.

Lihtsaimaks ja üheks efektiivsemaks kristallide röntgenograafilise uurimise meetodiks on pulbrimeetod.

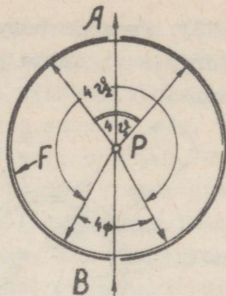
Selle meetodi korral kasutatakse uuritava objektina polükristalset preparaati, mis koosneb suurest hulgast väga väikestest, kaootiliselt orienteeritud kristallidest. Kuna kõik kristallikeste orientatsioonid on võrdtõenäolised, siis osal kristallidest asetseb mõni aatomtasandite süsteem indeksitega (h k l) langeva kiire  $\vec{S}_0$  suhtes nii, et see peegeldub sellelt tasandite süsteemilt. Kõigi selliste kristallide peegeldavad pinnad (h k l) on puutetasandeiks koonusele, mille tippnurk on  $2\sqrt{h^2+k^2+l^2}$  ja mille telg ühtib kiire  $\vec{S}_0$  sihiga. Peegeldunud kiirte geomeetriliseks kohaks on eelmise koonusega koaksiaalne koonus avanurgaga  $4\sqrt{h^2+k^2+l^2}$  (joon.18). Iga le tasandite süsteemile indeksitega (h k l) vastab oma koonus. Selliste koonuste kogu moodustabki pulbrimeetodil saadava difraktsioonipildi.

Difraktsioonipildi fikseerimiseks kasutatakse silindri-



Joon.18.

Difraktsioonipildi tekki-  
mine pulbrilise preparaadi  
korral.



Joon.19.

Filmi paigutus kaameras.

lisi röntgenkaameraid. (Lähemalt vt. punktis "Kaamera".)  
Film paigutatakse tihedalt vastu kaamera siseseina, kuna pre-  
paraat (P) paikneb säritusajal silindri teljel (joon.19).  
Enamikel juhtudel paigutatakse film (F) kaamerasse asümmeetrilisel-  
telisel, s.t. sellisel, et filmil oleks märgitud röntgeni-  
kiirte kaamerasse sisenemise koht - nn. sisenemisava (B) ja  
väljumise koht - nn. väljumisava (A). Praktiliselt tähendab  
see seda, et filmiriba otsad peavad ühtima umbes kaamera kül-  
je keskkohal. Joonisel on näidatud kahe difraktsiooninurga  
 $\nu_1$  ja  $\nu_2$  ning selle täiendusnurga  $\nu$  asendid. Eksperi-  
mentaalsed andmed lubavad arvutada  $\nu$ , mille teadmine kuu-  
biliste kristallide korral võimaldab lihtsal viisil arvutada  
aine võrekonstandi.

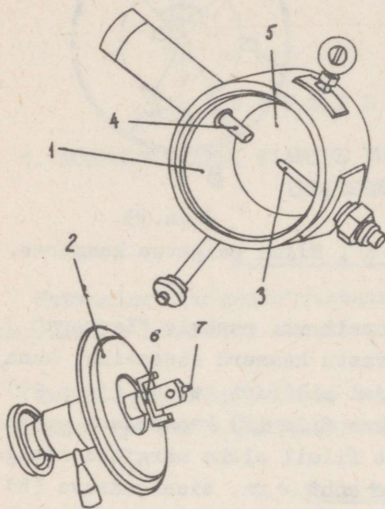
Järgnevate ridade eesmärgiks ongi  $\nu$  ja  $a$  määrami-  
seks mõningate praktiliste näpunäidete andmine.

## 1.2. Röntgenogrammi saamine ja arvutamine.

### Kaamera.

Röntgenogrammide saamiseks pulbrimeetodil kasutatakse  
tavaliselt silindrilist kaamerat. Taoline kaamera avatuna on  
toodud joonisel 20. Kaamera põhiosadeks on: silindriline kor-  
pus (1), kaas - (2), sisenemisdiafragma - (3), väljumisdia-  
fragma - (4), põhi- (5) ja tsentreerimispea (6), preparaadi-

hoidja - (7). Kaamera korpus valmistatakse harilikult valgevasest. Korpuse sisemine pind peab olema poleeritud ja täiesti silindriline.



Joon.20.

Röntgenikaamera avatuna.

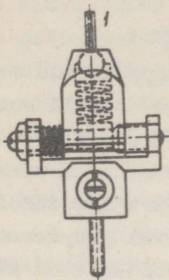
kaane keskel. Keskpunktist kõrvalekaldumine ei tohi olla suurem kui 0,01 mm.

On oluline, et tsentreerimispea telg sobiks täpselt kaanes olevasse laagrisse. Laagri ja telje pinnad peavad olema hoolikalt poleeritud. Kui poleerimine ei ole küllaldane või esineb muid (näiteks määrimiseks kasutatud õlikihi ebaühtlane jaotus) ebatasasusi, siis ei ole preparaati võimalik täielikult tsentreerida. Preparaadi pööramisel ilmneb teatav periood, mille järel esineb suurem kõrvalekaldumine keskmisest seisust.

Tsentreerimispea ehitus on toodud joonisel 21. Preparaat kinnitatakse pitseihiniga preparaadihoidja (1) kuulliigese külge. Justeerimine, s.o. preparaadi seadmine kaamera teljega paralleelseks, toimub kuulliigese asendi muutmisega.

Kaas on kaamera täpsemat töötlemist nõudvaks osaks. Ta peab olema kaameralt kergesti, ilma tugeva tõmbeta äravõetav ja samuti peale tagasi pandav, sest vastasel korral võib kord tsentreeritud preparaat kaane pealepanekul või äravõtmisel kohalt nihkuda. Teiselt poolt ei tohi kaas vähimalgi määral loksuda risti kaamera teljega, sest ainult nii on kindel, et preparaat asub alati samas kohas - kaamera teljel.

Kaane keskele kinnitatakse tsentreerimispea telg. Telg peab asetsema täpselt



Joon.21.

Tsentreerimispea  
läbilõige.

Tsentreerimispea võimaldab li-  
saks eelmisele veel läbi viia pre-  
paraadi nihutamist kahes risti  
asetsevas suunas, s.o. tsentreeri-  
mist. Tsentreerimise kvaliteedi  
kontrollimiseks kasutatakse mik-  
roskoopi. Preparaat loetakse tsent-  
reerituks, kui tsentreerimispea  
pööramisel preparaadihoidjale kin-  
nitatud preparaati jääb "paigale",  
s.o. kui ta pöördub ainult piki-  
telje ümber.

Meil olemasolevate kaameratega  
on seda raske saavutada, seepärast loeme tsentreerimise pii-  
savaks, kui preparaadi nihkumine keskasendi suhtes on umbes  
 $\frac{1}{2}$  preparaadi raadiusest.

Särituse ajaks pannakse tsentreerimispea koos temale  
kinnitatud preparaadiga elektrimootori abil aeglaselt pöörle-  
ma.

Sisenemisdiafragma tsentris on 5 - 6 cm pikkune ja 1 mm  
läbimõõduga ava. Difraktsioonijoonte saamiseks võimalikult  
suurte  $\lambda$  väärtuste jaoks on diafragma preparaadipoolne ots  
tehtud kooniliseks, nii et see ei varja sisenemisava lähedus-  
se sattuvat difrageerunud kiirgust. Diafragma on küllalt pikk  
selleks, et seda läbinud kiirte kimp oleks paralleelne.

Väljumisdiafragma ülesandeks on primaarkimbu kinnipüü-  
mine ja selle vältimine, et filmile ei satuks fluorestsents-  
kiirgus, mis suurendaks fooni sisenemisava läheduses. Fluo-  
restsentskiirgus tekib ekraani selles kohas, kuhu langeb pri-  
maarkimp. Väga suur osa sellest fluorestsentskiirgusest neel-  
dub väljumisdiafragma seintes.

Põhja ülesandeks on kaamera valguskindluse tagamine ja  
ühtlasi kasutatakse teda kaamera kinnitamiseks kaamerahoidja  
külge.

## Preparaatide valmistamine.

Polükristalsete ainete korral on preparaatide valmistamiseks mitu moodust. Järgnevalt käsitleme neid lähemalt.

Olgu meil tegemist pulbriga. Võtame kvartsist või klaasist peene (diameeter 0,03 - 0,08 mm) umbes 1 cm pikkuse nõelakese. Nõelakese kinnitame pitseiniiga preparaadihoidja külge. Selleks pannakse väike tükike pitseini preparaadihoidjale ja sulatatakse gaasipõleti leegis soojendatud klaaspulgaga. Nõelake vajutatakse sulasse pitseini. Seejuures tuleb jälgida, et nõelake oleks preparaadihoidja keskel ja viimasega võimalikult paralleelne. Pitseini tahkudes on nõelake kinnitunud preparaadihoidja külge. Pärast nõelakese kinnitamist peame ta justeerima. Justeerimiseks tuleb preparaadihoidjat pöörata kuulliigesest.

Preparaadi justeerituse tunnuseks on see, et tsentreerimispea pööramisel kirjeldab preparaati silindri, mille telg on paralleelne kaamera teljega. Kui preparaati ei ole justeeritud nii nagu vaja, siis tsentreerimispea pööramisel liigub preparaati mööda koonuse pinda.

Justeeritud nõelake tuleb katta liimikihiga, mis hoiaks kinni uuritavat pulbrit. Selleks võtame tiku otsa tükikese rõõvikuliimi (võib kasutada liimi BФ-2, atsetoonliimi jne.) ja laseme selle süüdatud gaasipõleti kohal soojas õhuvoolus täiesti sulaks.

Nõelakesega tõmbame paar korda läbi sula liimi, mis kaatab ta ühtlase õhukese kihiga. Seejärel võtame riba õhukest paberit (soovitav maisipaber), mille üks ots vajutatakse kraavikujuliselt lohku. Kraavikesse paigutame hästi peenedatud pulbrit. Kui nüüd liimiga kaetud nõelakest pöörata pulbris, kattub see ühtlase pulbrikihiga. Kihi ühtlust kontrollime mikroskoobi all, kus ühtlasi teostame preparaadi lõpliku tsentreerimise.

Preparaadi tsentreerimiseks kinnitame kaamera kaane mikroskoobihoidjas olevasse pessa. Hoidja küljel oleva kruviga nihutame preparaadi keskkoha mikroskoobi vaatevälja. Hoidja

küljes oleva teise kruviga nihutame preparaati selliselt, et hälbed preparaadi pööramisel oleksid võrdsed mõlemale poole okulaarmikromeetri horisontaaljoont. Saavutanud sellise olukorra, nihutame tsentreerimispea küljes olevate kruvidega preparaati kahes risti asetsevas suunas ühtimiseni mikromeetri horisontaaljoonega. Kui preparaadi pööramisel preparaat ikkagi kirjeldab silindri, tuleb kirjeldatud operatsiooni korrata, s.t. preparaati tuleb nihutada nii, et hälbed mõlemale poole mikromeetri horisontaaljoont oleksid võrdsed ja seejärel tuleb taas preparaati nihutada tsentreerimispea küljes olevate kruvidega.

Tsentreerimine on lõppenud, kui preparaat jääb pööramisel "paigale". (Vt. märkus p. 4.)

Tselluloidist on võimalik valmistada õhukeseseinalisi väikese läbimõõduga (diameeter 0,3 - 0,5 mm) torukesi. Nii-sugused torukesed on eriti sobivad hügrokoopsetest ainetest preparaatide valmistamiseks, kuna kaitsevad neid õhuniiskuse eest. Võtame umbes 1 cm pikkuse torukese, mille ühe otsa suleme atsetoonliimiga. Pärast toru täitmist pulbriga suleme ka teise otsa. Täidetud torukese kinnitame preparaadihoidja külge plastiliiniga või vahaga. Justeerimine ja tsentreerimine toimub nii nagu juba kirjeldatud.

Sobivaid preparaate on kõige lihtsam saada peenest (diameeter 0,1 - 0,3 mm) metalltraadist. Traat koosneb väga suurest hulgast väikestest kristallikestest, mis on üksteise suhtes paigutatud kas korrapäratult või teatava kindla eelitatud orientatsiooniga (piki traati). Preparaadi saamiseks tuleb umbes 1 cm pikkune jupp sirget traati kinnitada preparaadihoidja külge, justeerida ja tsentreerida.

#### Kaamera võtteks valmisseadmine.

Me kasutame kahte erineva diameetriga (64 mm ja 57,3 mm) kaamerat. Šablooni järgi lõikame välja sobivad filmiribad, mis paigutame kaamerasse asümmeetriliselt.

Kui preparaat helendub röntgenikiirte toimel, peame filmi enne kaamerasse panemist katma kas musta paberiga või alumiiniumfoolioga.

Film kinnitatakse kaamerasse kahe ümmarguse vedruga, mis suruvad filmi tihedalt vastu kaamera seina.

Sisenemis- ja väljumisdiafragmade kohaleasetamiseks peame filmi vastavate puuridega puurima sobivad augud. Selleks et film puurimisel vedrude alt välja ei libiseks, tuleb seda puurimiskohtades toetada (näiteks surudes näpuga filmile).

Ettevaatust! Väga tugevasti puurile surudes võib see läbida filmi ja lõikuda näppu!

Pärast aukude puurimist asetame kaamera kaane kohale ja kinnitame ta kruvidega. Kaane kohale asetamisel tuleb olla tähelepanelik, et juhuslikult ei purustataks preparaati vastu kaamera serva.

Järgnevalt seame kohale sisenemis- ja väljumisdiafragmad koos fluorestseeriva ekraaniga. Sisenemisdiafragmat ei ole soovitatav maksimaalsele sügavusele sisse lükata, sest see tõttu võivad mõned viimastest difraktsioonijoontest "kaotsi" minna, s.t. difrageerunud kiirgus langeb sisenemisdiafragmale ja neeldub, pääsemata filmi.

Pärast nende operatsioonide teostamist on kaamera röntgenogrammi võtmiseks valmis.

Laetud kaamera paigutame röntgenitoru akna ette vastava kaamerahoidjaga.

Kaamera viimine asendisse, kus kiired teda läbiksid (seega ka langeksid preparaadile), võib toimuda ainult röntgeni-aparaadi töötades. Kaamera seadmisel tuleb olla tähelepanelik, et röntgenikiirgus ei satuks töötajale. Justeerimiseks on vajalik kaamerat koos hoidjaga või ainult esimest nihutada seni, kuni väljumisdiafragma taga asetseval fluorestseerival ekraanil saadav helenduv täpp saavutab maksimaalse intensiivsuse. Saavutanud sellise asendi, fikseerime kaamera asukoha.

Kiirituse ajaks paneme preparaadi elektrimootori abil pöörlema kiirusega 1 - 3 pööret minutis.

Eksponeeritud film töödeldakse nii nagu märgitud punktis 7, lk. 20.

## Röntgenogrammi<sup>1</sup> mõõtmine.

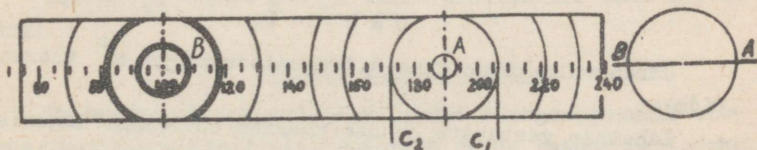
Võtte teostamise peab selle teostaja kandma kiirituste raamatusse, märkides seal ära kõik nõutavad andmed.

Kuivanud röntgenogrammile tuleb kirjutada võtte järjekorra number kiirituste raamatust. Filmid säilitada paberkottides, millele on samuti märgitud filmide numbrid.

Enne filmi mõõtmist numereerime filmil olevad difraktsioonijooned alates väljumisavast sisenemisava suunas. Numereerimise teostame selliselt, et igale joonele sisenemis- ja väljumisava vahel vastaks oma number.

Mõõtmiseks kasutame klaasjoonlauda, mille skaala väikseim jaotis on 0,5 mm. Selline skaala võimaldab silma järgi määrata terava difraktsioonijoone keskpunkti asukoha 0,1 - 0,2 mm täpsusega. Niisugusest mõõtmise täpsusest piisab, et võrekonstanti arvutada 0,001 Å täpsusega, mis on paljudeks praktilisteks ülesanneteks täiesti piisav.

Mõõdetava filmi asetame alt valgustatavale klaasist alusele. Filmil peale paneme joonlauda ja kinnitame ta sinna vedrudega (joon.22). Joonte keskpunktide määramine peab toimuma mööda filmi ekvaatorit. Tuleb mõõta kõigi filmil asuvate joonte keskpunktid.



Joon. 22.

Joonlauda asend röntgenogrammi mõõtmisel.

Soovitav on filmi mõõtmist alustada väljumisava ümbruses olevatest joontest, sest jõudes mõõtmistega sisenemisava ümber asuvate joonteni, on silm mõõtmisprotsessiga kohanenud.

<sup>1</sup> Ekvivalentsses mõistes kasutame ka sõna "film" kui lühemat.

Nende nn. "viimaste joonte" mõõtmise peab aga toimuma maksimaalse täpsusega, kuna nad on võrekonstandi määramise aluseks. Mõõtmiste usaldatavuse suurendamiseks tuleb viimaseid jooni (2 - 4) mõõta vähemalt 3 korda. Arvutusteks kasutada kolme mõõtmistulemuse keskmist.

Esmaseks ülesandeks on filmisilindri läbimõõdu täpne määramine. (Vähemtäpsete mõõtmiste korral võime filmisilindri läbimõõdu lugeda võrdseks kasutatud kaamera läbimõõduga. Üldiselt see aga nii ei ole, sest filmi töötlemisel tema mõõted muutuvad.) Jooniselt 22 näeme, et kui teine teisel pool väljumisava (A) olevale kahele joonele (ühele joontepaarile) vastavad näiteks lugemid  $C_1$  ja  $C_2$ , siis pool nende summast ( $C = \frac{C_1 + C_2}{2}$ ) määrab ära väljumisava keskpunkti asukoha. Kuna joonte paare väljumisava ümber on mitu, siis saame ka C-le mitu üksteisest veidi erinevat väärtust  $C'$ ,  $C''$ ,  $C'''$  jne. Toimides analoogiliselt sisenemisava (B) ümber asuvate joontega saame sisenemisava keskpunkti asukoha jaoks väärtused  $D'$ ,  $D''$ ,  $D'''$ , jne. Arvutame C-de ja D-de aritmeetilised keskmised, mida tähistame vastavalt  $\bar{C}$  ja  $\bar{D}$ -ga. Moodustame vahe  $\bar{C} - \bar{D}$ , mis pole aga midagi muud kui pool filmisilindri ümbermõõdust. Seega

$$\pi R = \bar{C} - \bar{D}.$$

Järgnevalt kirjeldame difraktsiooninurga  $\varphi$  väärtuste leidmist.

Lahutame vastavate joonte paaride suuremast lugemist väiksema (näit.  $C_1 - C_2 = L$ ). Saadud joontevahelisele kaugusele vastab nurk  $4\varphi^2$ .  $\varphi$  väärtus kraadides avaldub järgmiselt:

$$\varphi = \frac{180 \cdot L}{4\pi R} = \frac{45 L}{\pi R}.$$

Nii saame leida kõigile esimestele joontele (s.t. kui  $\varphi$  suurus ei ületa  $45^\circ$ ) vastavad  $\varphi$  väärtused. Sisenemisava ümber olevate joonte jaoks saadud valemi rakendamine annab mitte  $\varphi$  väärtused, vaid tema täiendusnurga  $\varphi$  väärtused. Kuna  $\varphi = \frac{\pi}{2} - \varphi$ , siis on ikkagi ka  $\varphi$ -d määratud.

Kõik mõõtmis- ja arvutustulemused tabuleerime.

Järgmiseks ülesandeks on  $\alpha$  - ja  $\beta$  -joonte eraldamine (juhul, kui ei ole kasutatud filtrit). Röntgenogrammilt valime välja intensiivsuste ja vastastikuse asendi põhjal tõenäolised  $\alpha$  - ja  $\beta$  -joonte paarid. Nimelt peavad  $\alpha$  - ja  $\beta$  -jooned esinema paarikaupa, sest nad on tingitud veidi erineva lainepikkusega kiirguse hajumisest ühelt ja samalt kristallograafiliselt tasandite süsteemilt. Et lainepikkuste erinevus on väikene, siis igatahes joonte korral, millele vastavad  $\nu$ -de väärtused on väikesed, peavad ühelt ja samalt tasandite süsteemilt (h k l) pärinevad  $\alpha$  - ja  $\beta$  -jooned olema kõrvuti. Suurte  $\nu$  väärtuste korral see enam nii ei ole. Arvestame, et  $\beta$  -joone intensiivsus on  $\approx 7$  korda  $\alpha$  -joone intensiivsusest väiksem, mis võimaldab meil suure kindlusega otsustada, kumb joontest on  $\beta$  -joon. Lõplikuks tõestuseks, et mingi joontepaar on  $\alpha$  - ja  $\beta$  -joon, arvutame suhte  $\sin \nu_{\alpha} / \sin \nu_{\beta}$ . Kui see suhe on 1,11, on tõepoolest tegu  $\alpha$  - ja  $\beta$  -joonega, millede indeksid on (h k l).

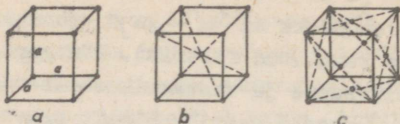
Kuna  $\beta$  -joone intensiivsus on  $\alpha$  -joone intensiivsusest tunduvalt väiksem, siis paljudel juhtudel viimaste joonte hulgas  $\beta$  -jooned puuduvad, kuid alati ei tarvitse see nii olla.

Leitud  $\beta$  -joone kohale tuleb protokollis teha vastav märg.

#### Joonte inditseerimine.

Pulbrilisest preparaadist saadud röntgenogrammil olevate joonte inditseerimine tähendab nende tasandite indeksite määramist, millelt need refleksid pärinevad. Tasandite indeksid kirjutatakse vastavate joonte juurde ja nimetatakse joonte indeksiteks. Inditseerimine võib toimuda nii graafiliselt kui ka analüütiliselt. Käesoleva töö raamides piirdume ainult viimase meetodi kirjeldamisega ja rakendamisega kuubiliste kristallide korral.

Kuubiliste kristallide ehitusest sõltuvalt võime ühikraku valida kolmel erineval viisil. Need ühikrakud on toodud



Joon.23.

Kuubilise kristalli ühikrakud: a - lihtkuubiline, b - ruumkesendatud, c - tahkkesendatud.

joonisel 23. Esimest neist nimetatakse lihtkuubiliseks, teist ruumkesendatud ja kolmandat tahkkesendatud ühikrakuks. Nime-tused on tingitud ühikraku ehitusest. Lihtkuubilisel ühik-rakul on aatomid vaid kuubi tippudes, ruumkesendatud ühik-rakul on lisaks üks aatom kuubi ruumiliste diagonaalide lõi-kepunktis ja tahkkesendatud ühikrakul on täiendavalt aatomid kõigi tahkude keskpunktides. Aatomite arvud ühikrakkudes on vastavalt üks, kaks ja neli. Sõltuvalt ühikraku ehitusest räägitakse ka vastavatest võretüüpidest: lihtkuubilisest, ruumkesendatud ja tahkkesendatud võrest.

Kuubilisest kristallist saadud röntgenogrammil olevate joonte inditseerimine põhineb  $\sin^2 \nu$  suuruste rea võrdelisu-sel täisarvude rea vastavate liikmetega. (Selline võrdelisus kehtib vaid kuubiliste kristallide jaoks.)

Valemist (2) (p.10) järgneb pärast võrduse mõlemate poolte ruutu võtmist

$$a^2 = \frac{\lambda^2}{4} \frac{h^2 + k^2 + l^2}{\sin^2 \nu} \quad (4)$$

Primitiivse kuubilise võre korral (h k l) võivad omada mis tahes täisarvulisi väärtusi, mis ei ületa antud katsetingi-mustega määratud piiri. Kui (h k l) saavad küllalt suureks, võib juhtuda, et  $\sin^2 \nu$  väärtus saab ühest suuremaks. Kuna  $\sin \nu > 1$  ei ole võimalik, siis niisugustele (h k l) väärtustele vastavaid jooni ei leidu röntgenogrammil.

Kuid alati ei tarvitse filmil leiduda kõiki võimalikke jooni, sest teatavalt tasandite süsteemilt hajunud lained interfereerumisel kustutavad üksteist. Ruumkesendatud võre

korral kustuvad kõik jooned, mille indeksite summa on paari-  
tu. Tahkkesendatud võre korral röntgenogrammil puuduvad need  
jooned, millele vastavates indeksite kolmikutes on osa indek-  
seid paaris, osa paaritud (näit. 210).

Põhjustel, miks need jooned puuduvad, me ei peatu.

Kui välja kirjutada kõik mõeldavad täisarvude kombinat-  
sioonid (h k l) jaoks, saame nende ruutude summale järgmised  
väärtused ( $Q = h^2 + k^2 + l^2$ ): 1, 2, 3, 4, 5, 6, 8, 9 ... .  
Arve 7, 15, 23 jne. ei saa esitada kolme täisarvu ruudu sum-  
mana ja seetõttu Q reas need arvud puuduvad.

Primitiivse võre korral igauks nendest arvudest korru-  
tatuna avaldisega  $\frac{\lambda^2}{4 \sin^2 \theta}$  peab andma konstantse suuruse,  
mis on võrdne võrekonstandi ruuduga.

Tähistame primitiivse võre korral kahele esimesele  
 $\alpha$ -joonele vastavad difraktsiooninurga väärtused  $\theta_1$  ja  $\theta_2$ .  
Arvestades valemit (4), saame siinusruutude suhte väärtuseks:

$$\frac{\sin^2 \theta_1}{\sin^2 \theta_2} = \frac{1}{2}.$$

Vastupidi, kui niisugune siinusruutude suhe esineb, või-  
me väita, et esimese joone indeksite ruutude summa on 1 ja  
teise joone indeksite ruutude summa 2. Joonte indeksid aga  
vastavalt (100) ja (110).

Järgnevate joonte indeksid võime arvutada seosest (4)  
saadavast võrdusest

$$h_x^2 + k_x^2 + l_x^2 = \frac{\sin^2 \theta_x}{\sin^2 \theta_1} (h_1^2 + k_1^2 + l_1^2),$$

kus  $\theta_1$  on näiteks esimese joone difraktsiooninurk ja  
( $h_1 k_1 l_1$ ) indeksid; kuna  $\theta_x$  on inditseeritava joone dif-  
raktsiooninurk ja ( $h_x k_x l_x$ ) otsitavad indeksid.

Arvestades eespool märgitud kustumise seadusi, saame  
ruum- ja tahkkesendatud võre jaoks järgmised Q väärtuste  
read: 2, 4, 6, 8, 10 ... ja 3, 4, 8, 11, 12, ... .

Moodustades ruumkesendatud võre kahe esimese  $\alpha$ -joone  
siinusruutude suhte, näeme, et see on samasugune kui primi-

tiivsegi võre korral. Seega me ei saa esialgu eristada primitiivsest võrest ruumkesendatud võret. Võrreldes mõlema võre Q-ridu, näeme, et primitiivse võre korral peab 7. joon filmil puuduma, kuna ruumkesendatud võre korral on ta olemas, sest indeksite ruutude summa 14 on lubatud!

Seda asjaolu võib kasutada primitiivse ja ruumkesendatud võre eristamiseks.

Kui kahe esimese  $\alpha$ -joone siinusruutude summa suhe on  $3/4$ , peab olema tegu tahkkesendatud võrega, kusjuures esimese joone indeksid on (111) ja teise joone indeksid (200). Teiste indeksite määramine toimub nii, nagu primitiivse võre korral kirjeldatud.

Olles lõpetanud joonte inditseerimise, arvutame lükatiiga kõigi joonte alusel valemit (4) kasutades võrekonstandi väärtused.

Lõpliku võrekonstandi väärtuse arvutame 2 - 3 viimase joone alusel kolmekohalise täpsusega peale koma. Selle arvutuse läbiviimiseks on soovitatav kasutada neljakohalisi logaritme.

Viimaste joonte kasutamine võrekonstandi määramiseks suurendab oluliselt tulemuse täpsust. Tõepoolest, seosest (4) saame, et

$$a = \frac{\lambda}{2} \frac{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}{\sin \vartheta}.$$

Diferentseerides seda avaldist  $\vartheta$  järgi, saame, et

$$da = \frac{\lambda \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}{2} \cdot \frac{(-\cos \vartheta)}{\sin^2 \vartheta} d\vartheta \quad \text{ehk}$$

$$|da| = a \cot \vartheta d\vartheta.$$

Järelikult

$$|da| \sim \cot \vartheta d\vartheta.$$

Nagu näeme, on  $da$  võrdeline  $\cot \vartheta$ . Kui  $\vartheta \rightarrow \frac{\pi}{2}$  (nii nagu see toimubki viimaste joonte korral), peab  $da$  lähene-ma nullile.

Nii on võrekonstandi määramisel viimaste joonte põhjal saadavad tulemused kõige täpsemad.

Kõik mõõtmis- ja arvutustulemused kanname tabelisse, mille koostame järgmiselt.

Joone nr.	Intensiivsus $I$	$C_1$	$C_2$	$C_1+C_2$	$L$	$\nu^e$	$\sin \nu^e$	$\alpha$ või $\beta$	$\sin^2 \nu^e$	hkl	$a(\text{Å})$

Võrekonstant  $a = \dots \text{Å} .$

<sup>1</sup> Joonte intensiivsused hindame visuaalselt 5-pallises süsteemis: väga tugev (5), tugev (4), keskmine (3), nõrk (2) ja väga nõrk (1).

## 2. RÖNTGENIKIIRGUSE EFEKTIIVSE LAINEPIKKUSE MÄÄRAMINE.

### T ö ö ü l e s a n n e.

Määrata röntgenikiirguse efektiivne lainepikkus mass-absorptsiooniteguri määramise teel.

### Absorptsiooniteguri määramisest.

Massabsorptsiooniteguri määramiseks mõõdame röntgenikiirte intensiivsused, kui kiired on läbinud kihte paksusega  $d_1$ ,  $d_2$ ,  $d_3$ . Kihte läbinud kiirguse intensiivsus avaldub järgmiselt (lähemalt vt. ptk. 4, lk. 11):

$$\begin{aligned} I_1 &= I_0 e^{-\alpha d_1}, \\ I_2 &= I_0 e^{-\alpha d_2}, \\ I_3 &= I_0 e^{-\alpha d_3}. \end{aligned} \tag{5}$$

Jagame esimese võrrandi teisega ja teise kolmandaga.

$$\begin{aligned} \frac{I_1}{I_2} &= e^{-\alpha(d_1-d_2)}, \\ \frac{I_2}{I_3} &= e^{-\alpha(d_2-d_3)}. \end{aligned} \tag{5a}$$

Neis võrrandis on ainukeseks tundmatuks  $\alpha$ . Logaritmine ja lahendame võrrandid (5) ja (5a)  $\alpha$  suhtes. Esimesest võrrandist saame

$$\alpha = \frac{\log \frac{I_0}{I_1}}{0,4343 d_1} \tag{6}$$

ja veel 4 analoogilist seost. (Viimases võrrandis on asendatud  $\log e = 0,4343$ .)

### Fotomeeter.

Intensiivsuste suhte määramine kahel viisil: filmi kasutamisel tuhmenemiste kaudu ja röntgenomeetri abil. Esimest võimalust käsitlesime lähemalt punktis 8, teist käsitleme töös 3. Tuhmenemise määramiseks kasutatakse fotomeetreid. Elektrilise fotomeetri põhimõtte seisab selles, et konstantse intensiivsusega valgusvoog lastakse läbi filmi mõõdetava koha, kust ta langeb fotoelemendile. Tekkiva fotovoolu tugevus mõõdetakse galvanomeetriga. Voolutugevus on võrdeline fotoelemendile langeva valguse intensiivsusega, teiselt poolt on galvanomeetri hälve ( $\gamma$ ) omakorda võrdeline voolutugevusega. Järelikult on ka plaati läbinud valguse intensiivsus võrdeline galvanomeetri hälbega, mille tulemusena

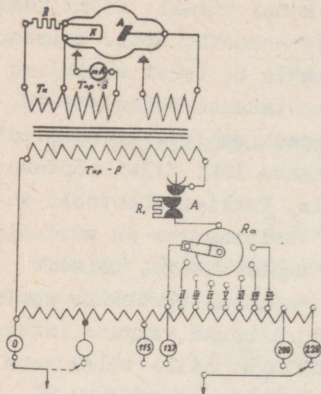
$$\frac{i_0}{I} = \frac{\gamma_0}{\gamma} . \quad (7)$$

Käesolevas töös kasutame tuhmenemiste määramiseks mikrofotoomeetrit M $\phi$  -2. Fotomeetri täpse kirjelduse ja tööjuhendi saab juhendavalt õppejõult.

### Röntgeniaparaat.

Röntgenikiirte saamiseks kasutame aparati YPHH -70-1. Nimetatud aparadi printsiipaalne elektriline skeem on toodud joonisel 24. Sellel joonisel A on röntgenitoru anood, K - katood, R - katoodi eeltakistus, mis võimaldab torude vahetamisel uue toru kütterežiimi selliselt valida, et anoodvool oleks teatavates kindlates piirides,  $T_k$  - katoodi kütetrafo,  $T_{kp}$ -S - kõrgepingetrafo sekundaarmähis maandatud keskpunktiga, mA - milliampermeeter anoodvoolu mõõtmiseks,  $T_{kp}$ -P - kõrgepingetrafo primaar, A - ajarelee,  $R_a$  - samm-lülüja anoodvoolu reguleerimiseks.

Skeemilt näeme, et kasutatavas aparaadis röntgenitoru on ühtlasi kenotroniks. Järelikult röntgenikiired saavad tekkida vaid pinge ühe poolperioodi vältel. Teiseks, puudub



Joon.24.  
Röntgeniaparadi YPH-70-1  
elektriline skeem.

Reguleerida anoodvoolu tugevust ja toru pinget, kuna toru küttetrafo mähis on mähi- tud osale kõrgepingetrafo- st. Röntgenitoru küte ja kõrge- pinge lülitakse samaaegselt ja pinge suurendamisel suure- neb ka anoodvool. Anoodvoolu tugevust saame 2 - 3 mA ast- mete kaupa reguleerida. Regu- leerimine toimub kõrgepinge- trafo primaarpinge astmelise muutmise teel sammlülija  $R_a$  abil.

Transformaatori plokk koos- neb kõrgepingetrafo- st ja rönt- genitorust 25 DM-75, mis on asetatud ühisesse trafoõliga täi- detud metallpaaki. Õli on isoleerivaks ja soojust juhtivaks keskkonnaks. Trafo maksimaalne pinge on  $\approx 85$  kV.

Juhtpuldi moodustavad reguleeritav autotrafo, sammlüli- ja, milliampermeeter ja ühendusjuhtmed. Osa detailidest aset- seb metallkarbis, mille kaanel on milliampermeeter, samm- lülija käepide, ajarelee kontaktid ja kontaktid võrguvoolu jaoks.

Ajarelee võimaldab saada säritusaegu kestusega 0,5 - 10 sekundini, täpsusega  $\pm 0,5$  s. Soovitava säritusaja valimiseks tuleb ajarelee ketast pöörata vastu kellaosuti liikumise suunda, kuni sobiv skaalajaotis ühtib relee statsionaarsel osal oleva noolekesega.

Relee käivitamiseks peame vajutama lülitile. Lülitile vajutamisel lülitub kõrgepingetrafo primaari täiendav takis- tus (vt. skeemil  $R_1$ ), mis vähendab lülimishetkel ülekoormuse tekkimise ohtu. Lülitati täielikul sulgemisel lühistatakse tak- istus. Takistuse läbipõlemise vältimiseks tuleb relee lüli- tile vajutada tugevasti selle täieliku sulgumiseni. Säritus-

aja möödumisel katkestatakse vool automaatselt.

Kui säritusaeg valiti ekslikult liiga suur, võime seda vähendada, vajutades relee karbi küljel olevale lülitile. Nüüd relee kontaktid ei sulgu ja röntgenikiirgust ei teki. Kui on tarvis saada 10-st sekundist kestvamaid säritusaegu, peame relee ketast pöörama, kuni märk "II" satub kohakuti noolekesega. Lüliti sulgemisel ei käivitu relee mehhanism ja voolu katkestamiseks peame lüliti vabastama. Säritusaega mõõdame sekundomeetriga.

Kestval säritusel ei tohi aparaadi tööaeg ületada 2,5 minutit ja anoodvool 5 mA.

Kahe järjestikuse lülimise vaheaeg peab olema 10 min.

Kasutades säritusaegasid kuni 10 sekundini, peab kahe järjestikuse lülimise vaheaeg olema 2,5 min.

### Töö käik.

Võtame tüki röntgenifilmi, mille mähime musta paberisse ja asetame röntgeniaparaadi alusele. Filmile paigutame alumiiniumplaatide komplekti. Komplekti ühe otsa varjame osaliselt seatina sisaldava kummiribaga.

Säritamiseks sobiv anoodvoolutugevus on 2 - 3 mA ja säritusaeg 3 - 5 sekundit. Nõutava voolutugevuse määrame juba eelnevalt, reguleerides seda sammlülilija abil.

Sammlülilija ümberlülimisel ei tohi aparaat töötada!

Pärast filmi ilmutamist, kinnitamist, pesemist ja kuivatamist määrame tuhmenemise mikroftomeetriga.

Iga tuhmenemise astme kohalt teeme 3 mõõtmist. Arvutustes kasutame nende mõõtmiste tulemuste keskmist.

Olgu filmi säritamata osa (kaetud seatina sisaldava kummiga) läbinud valguse intensiivsusele vastav galvanomeetri hälve  $\gamma_0$ . Järgnevalt määrame galvanomeetri hälbe  $\gamma_3$ , mis vastab plaadi paksusele  $d_3$  jne. Alumiiniumplaatide poolt varjamata kohale vastaku galvanomeetri hälve  $\gamma$ . Eespool toodud võrrandite alusel saame:

$$S_0 = \log \frac{I_0}{I_0'} = \log \frac{\gamma_0}{\gamma_0'} = \beta I_0,$$

$$S_1 = \log \frac{\gamma_0}{\gamma_1} = \beta I_1.$$

.....

Jagades võrrandite vastavad pooled üksteisega, saame:

$$\frac{I_0}{I_1} = \frac{S_0}{S_1},$$

$$\frac{I_0}{I_2} = \frac{S_0}{S_2}.$$

.....

Asetades need väärtused võrrandisse (6), saame rea võrrandeid  $\alpha$  jaoks.

Näit.

$$\alpha_1 = \frac{\log \frac{S_0}{S_1}}{0,4343 d_1},$$

$$\alpha_2 = \frac{\log \frac{S_0}{S_2}}{0,4343 d_2}.$$

.....

Al-kihtide paksused mõõdame mikromeetriga, tehes iga paksuse määramiseks 3 mõõtmist.

Jagades leitud absorptsioonitegurite väärtused alumiiniumi tihedusega ( $\rho = 2,7 \text{ g/cm}^3$ ), saamegi massabsorptsioonitegurid, mis üksteisest veidi erinevad. Erinevuse põhjuseks on asjaolu, et paksemate kihtide korral pikemalaineline kiirgus neeldub ülemistes kihtides, seega efektiivne lainepikkus väheneb.

Alumiiniumplaatel läbinud röntgenkiirte intensiivsuse võime määrata ka röntgenomeetri abil. Mõõdetavad plaadid paigutame ionisatsioonikambri sisenemisava ette. Kui alumiiniumikiht puudub, olgu röntgenomeetrilt saadud lugem  $a_0$  ja kui kiirte teel on kiht paksusega  $d_1$ , olgu lugem  $a_1$ . Kuna

röntgenomeetriga mõõdetud pinge on võrdeline ionisatsioonivoolu tugevusega, see aga omakorda röntgenikiirte intensiivsusega, siis

$$a_0 = \alpha I_0,$$

$$a_1 = \alpha I_1,$$

kus  $\alpha$  on võrdetegur. Ilmselt

$$\frac{I_0}{I_1} = \frac{a_0}{a_1}.$$

Saadud suhted võime asetada valemisse (6) ja sealt arvutada  $\alpha$  -d.

Mõõtmistel tuleb erilist tähelepanu pöörata sellele, et kõigi mõõtmiste ajal anoodvool püsiks konstantsena.

Kõik mõõtmisandmed ja arvutuste tulemused esitada tabuleeritult.

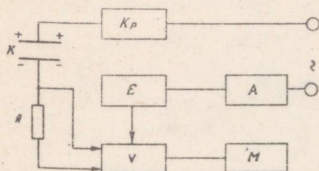
### 3. RÖNTGENIKIIRGUSE DOOSI VÕIMSUSE MÄÄRAMINE RÖNTGENOMEETRIGA.

#### Töö ülesanne.

Määrata röntgenomeetriga röntgenikiirguse doosi võimsus.

#### Töö käik.

Röntgenomeetrit kasutatakse röntgenikiirguse intensiivsuse määramiseks. Röntgenomeetri plokkskeem on toodud joonisel 25.



Sellel joonisel ( $K_p$ ) tähendab kõrgepinge alaldajat, (K) - kondensaatorit, (R) - suureoomilist takistust, (E) - elektronstabilisaatorit, (A) - alaldajat, (V) - balanceeritud voluvõimendajat, (M) - mõõteriista.

Joon.25.

Riista töötamise põhimõte

Röntgenomeetri plokkskeem. on järgmine. Röntgenikiired läbivad kondensaatori (K) plaatide vahelist ruumi ja ioniseerivad seal õhku. Kondensaatori plaatide vahel oleva elektrivälja mõjul tekib ionisatsioonivool, mille suurus on võrdeline kondensaatorit läbiva röntgenikiirguse intensiivsusega. Ionisatsioonivool läbib suureoomilist takistust (R), millel tekkivat pingelangu võimendatakse võimendaja (V) abil ja seejärel mõõdetakse mõõteriistaga (M).

Kõrgepingealaldajalt ( $K_p$ ) saame kondensaatori elektrivälja tekitamiseks vajaliku pinget.

Alaldaja (A) ja elektronstabilisaatori (E) ülesandeks on võimendajale stabiilse toite tagamine.

Aparatuur koosneb kolmest osast: registreerimisseadmest, elektromeetrilisest lambist koos kõrgeoomiliste takistustega ja ionisatsioonikambrist.

Röntgenomeetri mõõtmisteks kasutamisel tuleb silmas pidada alljärgnevat.

1. Enne aparadi võrku lüümist kontrollida, kas kõiki-de kaablite ühendused on korras. Diapasoonide lülitit asetada asendisse IV.

2. Pärast aparadi ühendamist võrguga lülida tumbler asendisse "ВКЛ.", mille järel peab süttima signaallamp.

3. Aparatuuri stabiliseerimine vältab 10 - 15 min.

4. Pärast tumbleri "Контроль-Прибор" lüümist seisu "Прибор", tuleb mõõteriista osuti viia nulli regulaatori "Установка нуля" abil.

5. Pärast mõõteriista osuti reguleerimist nulli lülime tumbleri "Контроль-Прибор" seisu "Контроль". Mõõteriist peab näitama seejuures 80 ( $\pm 10\%$ ) jaotist.

6. Kui kontroll näitab riista korrasolekut, lülime tumbleri taas seisu "Прибор" ja valides sobiva diapasooni, teostame mõõtmise.

Mõõteriista tundlikkus on  $3 \cdot 10^{-3}$  V/jaot. Doosi võimsuse määramiseks peame teadma 1 sekundis  $1 \text{ cm}^3$ -s tekkinud laengu suurust<sup>1</sup>: seda on võimalik arvutada, kui meil on teada ionisatsioonivoolu tugevus ja kambri tööruumala (s.o. ruumala, kus toimub õhu ioniseerimine röntgenikiirte poolt). Ionisatsioonivoolu tugevuse leidmiseks tuleb mõõdetud pingelangu suurus jagada vastava takistusega.

I	diapasooni	vastav	takistus	on	$10^{10} \Omega$ ,
II	"	"	"	"	$10^9 \Omega$ ,
III	"	"	"	"	$10^8 \Omega$ ,
IV	"	"	"	"	$10^7 \Omega$ .

<sup>1</sup> Röntgenikiirte doosi ühikuks on "röntgen". See on kiirte hulk, mis 1,293 mg õhus normaaltingimustel tekitab ühe laenguühiku (lú) ühenimelisi ioone.

Kambri tööruumala on  $30 \text{ cm}^3$  või  $3 \text{ cm}^3$ , sõltuvalt kambri esiseinas oleva ava suurusest, mille kaudu röntgenikiired sisenevad kambrisse.<sup>1</sup>

Arvutades  $1 \text{ cm}^3$ -s ühes sekundis tekitatud laengu suuruse laenguühikutes, saamegi doosi suuruse röntgenites sekundi kohta.

Mõõtmised teostame kolme erineva anoodvoolu tugevuse (näit. 3, 6 ja 8 mA) juures, korrates igat mõõtmist 3 korda.

Mõõtmis- ja arvutustulemused esitame tabuleeritult.

---

<sup>1</sup> Tööruumala täpsemaks määramiseks tuleb arvestada kiirtekimbu koonilisust.

#### 4. ELEKTRONOGRAAF.

##### T ö ö ü l e s a n n e .

Töö eesmärgiks on elektronograafiga tutvumine, preparaate valmistamine, elektronogrammide saamine ja elektronide lainepikkuse määramine.

Antud elektronogrammi järgi tuleb teostada preparaadi aine faasianalüüs.

##### 4.1. Sissejuhatus.

Iga osakesega, mille mass on  $m$  ja liikumise kiirus  $v$ , kaasneb de Broglie' teooria järgi laine. Lainepikkus  $\lambda$  on määratud de Broglie' valemiga

$$\lambda = \frac{h}{mv},$$

kus  $h$  on Plancki konstant. Elektronide difraktsiooni nähtus kinnitab täielikult seda de Broglie' kontseptsiooni. Elektronide liikumise kiirus  $v$  sõltub kiirendava pingest  $U$  suuruselt järgmiselt:

$$v = \sqrt{\frac{2eU}{m}},$$

kus  $e$  on elektroni laeng.

Asetades selle kiiruse avaldise de Broglie' valemisse ning arvestades konstantide väärtusi saame elektronide lainepikkuse ja kiirendava pingest vahelise seose.

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2emU}} = \frac{12,225}{\sqrt{U}} \text{ (Å)}, \quad (8)$$

kusjuures pinged  $U$  on mõõdetud voltides.

Elektronidele, mille kiirendamiseks kasutatakse pinget 100 - 150 V, vastab lainepikkus  $\approx 1$  Å. See on sama suurus-

järku kui karakteristikliku röntgenikiirguse lainepikkuski. Pinge 30 - 40 kV kiirendatud elektronide lainepikkus on umbes 0,06 Å.

Kristallis võib toimuda nii aeglaste (kiirendava pinge suurus mõnikümmend kuni mõnisada volti) kui ka kiirete (pinge (20 - 400 kV) elektronide difraktsioon.

Aeglaste elektronide kasutamisel difraktsioonipildi saamiseks peab uuritava kristalli pind olema täiesti puhas adsorbeerunud gaasi molekulidest, sest aeglased elektronid ei sisene kristalli, vaid peegelduvad vahetult selle pinnalt. Puhast pinda on võimalik saada ainult kõrgvaakuumis (rõhk  $10^{-9}$  -  $10^{-10}$  torri). Nii hea vaakuumi tekitamine on aga seotud tõsiste eksperimentaalsete raskustega.

Kiired elektronid võivad läbida märgatava paksusega ainekihte (kuni 500 Å) ja pinna puhtuse nõuded ei ole enam nii ranged kui aeglaste elektronide kasutamise korral.

Edaspidi käsitleme ainult kiirete elektronide difraktsiooniprobleeme.

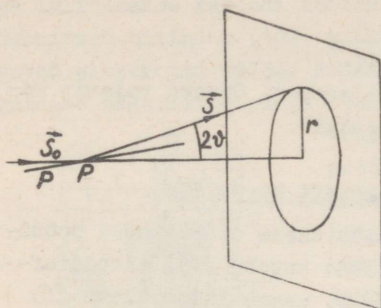
Polükristalsetest kiledest (kilet moodustavatel kristallikestel puudub eelistatud orientatsioon) saadud elektronogrammidel on difraktsioonimaksimumid erineva intensiivsusega kontsentriliste ringidena. See on tingitud sellest, et kristallikesed on juhuslikult orienteeritud ja elektronide hajumine toimub kõikides suundades ühesuguse tõenäosusega. See-ga igale difraktsioonirõngale vastab teatav aatomtasandite süsteem indeksitega (h k l). Jooniselt 26 näeme, et kui difraktsioonirõnga raadius on r, siis

$$\operatorname{tg} 2\varphi = \frac{r}{L},$$

kus L on preparaadi (PP) ja fotoplaadi vaheline kaugus,  $\varphi$  - difraktsiooninurk,  $\vec{S}_0$  ja  $\vec{S}$  on vastavalt langeva ja hajunud elektronilaine lainvektorid.

Kuna  $\varphi$  on väikene ( $5 - 6^\circ$ ), siis

$$\operatorname{tg} 2\varphi \approx \sin 2\varphi \approx 2 \sin \varphi \approx 2\varphi.$$



Joon.26.  
Elektronide difraktsiooni  
tekkimine.

kauguse ja peegelduse järgu  $n$  suhe.

Saadud valem võimaldab  $d$  arvutamist 0,2 - 0,3% täpsusega.

Aatomtasanditevahelise kauguse arvutamiseks peame peale difraktsioonirõnga raadiuse veel teadma suurusi  $L$  ja  $\lambda$ .  $\lambda$  täpne määramine ei ole kerge, sest see nõuab, nagu näha valemist (8) kiirendava kõrgepinge suuruse täpset määramist. Samuti on raskusi fotoplaadi ja preparaadi vahelise kauguse ( $L$ ) täpse mõõtmisega. Seetõttu loobutakse sageli nende suuruste määramisest eraldi ja määratakse nad koos elektronograafi konstandina. Selleks võetakse mõnest tuntud aatomtasanditevaheliste kaugustega ainek (sobib näit. TlCl) elektronogramm, mõõdetakse difraktsioonirõngaste diameetrid ja arvutatakse suurus  $2L\lambda$ :

$$2L\lambda = (2r) \cdot d'.$$

Fotografeerides uuritava aine difraktsioonipildi vahetult pärast standardainet, võime lugeda elektronograafi konstandi  $2L\lambda$  tuntuks, kuna vähegi stabiliseeritud kõrgepingeallika korral ei ole oodata märgatavaid pinge (ka  $\lambda$ ) muutusi.

Tähistame tundmatu aine aatomtasanditevahelise kauguse  $d_1$ , siis

Seega

$$2 \sin \nu = \frac{r}{L}.$$

Asendame Vulfi-Braggi valemisse ( $n\lambda = 2d \sin \nu$ )  $2 \sin \nu$  asemele  $\frac{r}{L}$ , siis

$$n\lambda = \frac{rd}{L}$$

ja

$$d' = \frac{d}{n} = \frac{L\lambda}{r},$$

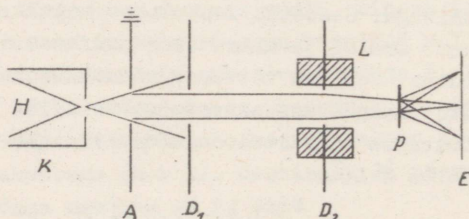
kus  $d$  all mõistame tõelist aatomtasanditevahelist kaugust, kuna  $d'$  on selle

$$d_1 = \frac{2L\lambda}{(2r_1)},$$

kus  $2r_1$  on difraktsioonirõnga diameeter. Saadud valemit kasutamegi tundmatu aine faasianalüüsil.

#### 4.2. Elektronograafi kirjeldus.

Elektronograafi põhimõtteline skeem on esitatud joonisel 27. Tema põhiosad on järgmised: katood (K), anooddiafragma (A), diafragmad ( $D_1$ ) ja ( $D_2$ ), magnetiline lääts (L) ja fluorestseeriv ekraan või teda asendav fotoplaat (E). Katoodi ülesandeks on elektronkimbu formeerimine. Elektronide allikaks on V-kujuline 0,1 - 0,2 mm läbimõõduga volframtraat (H). Saadud elektronid fokuseeritakse kas elektrostaatiliselt (nagu joonisel näidatud) või magnetläätsel abil. Seejärel läbivad elektronid maandatud anooddiafragma. Diafragmad ( $D_1$ ) ja ( $D_2$ ) muudavad hajuva elektronide kimbu paralleelseks. Fokuseerimine ekraanile (E) toimub magnetläätsel (L) abil. Fokuseeritud kimbu teele paigutatakse uuritav preparaas (P), mille läbimisel tekibki difraktsioonipilt.

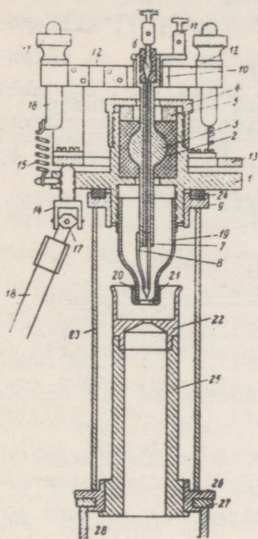


Joon.27.

Elektronograafi põhimõtteline skeem.

Käesolevas töös me kasutame Rumši konstrueeritud elektronograafi. Elektronograafi vastutusrikkamaks osaks on kahtlemata katood. Katoodi ehitus on läbilõikes esitatud joonisel 28. Katoodi põhiliseks osaks on korpus (1), millesse on kummiga (2) tihendatult pressitud V-kujulise hõõgniidi jaoks elektroodid-hoidjad - (3) ja (7). Klemmide (6) ja (11) kül-

ge lülitatakse katodi kütteks kasutatav patarei. Hõõgniiti ümbritseb silinder (19), mille otsas olevast avast (21) pääsevad elektronid välja. Andes silindrile niidi suhtes mõnevoldise negatiivse pinge, tekib ava lähedal hõõgniidi otsa



Joon. 28.  
Elektronograafi katodi  
läbilõige.

elektronograafi korral toimub fotografeerimine plaadile, mille suurus on 6 x 9 cm. Kassett mahutab 6 plaati, mida võib üksteise järel kasutada fotografeerimiseks, ilma et süsteemi hermeetilisust rikutaks.

vähendatud kujutis. See kujutis projekteeritakse magnetlätsega ekraanile. Hõõgniidi tipu justeerimine ava kohta toimub lülitatud kõrgepinge korral eboniidist juhtvarbadega (18). Katood on anoodiafragmaga ühendatud kummitihendiga (24). Katood, mis asetseb töötamisel kõrgepinge all, on maandatud anoodiafragmast (22) isoleeritud klaasist isolaatoriga (23). Anood on diafragmadega ühendatud jälle kummitihendi (27) kaudu. Diafragmasid läbinud paralleelse elektronkimbu diameeter on 1 mm.

Nii nagu üldise skeemi korral oli märgitud, võib difraktsioonipilti vaadelda fluorestseerival ekraanil või soovi korral jäädvustada fotoplaadile. Kirjeldatava

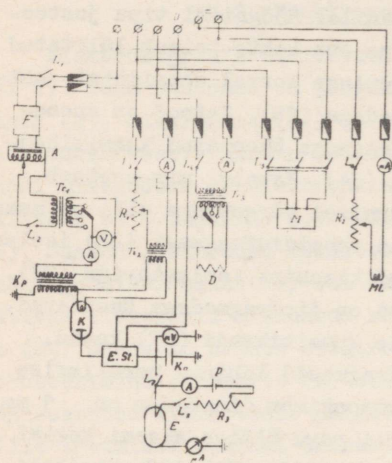
#### 4.3. Elektriline skeem.

Kõrgepinge. Elektronograafi ja tema juurde kuuluvate seadmete elektriline skeem on toodud joonisel 29. Olulisim on sellel skeemil kõrgepinge osa. Kõrgepinge trafo (K) primaari toiteks kasutatav pinge stabiliseeritakse ferroresonantsstabilisaatoriga (F). Primaarpinge reguleerimiseks kasutatakse autotrafot (A) ja trafot ( $Tr_1$ ). Kõrgepingetrafo

sekundaarmähise üks ots on maandatud. Alaldajana kasutatakse kenotroni (K). Alaldatud pinge stabiliseeritakse elektronstabilisaatori ( $E_{st}$ ) vahendusel. Elektronstabilisaatorist saadava vooluga laetakse suure mahtuvusega kõrgpingekondensaatorit ( $K_n$ ), millega

paralleelselt on võimalik õhklüliti ( $L_7$ ) abil lülida ka elektronograaf (E). Elektronograafi korpus on maandatud.

Katoodi kuumutamine toimub akust (P) saadava vooluga, kusjuures voolutugevuse mõõtmiseks kasutatakse ampermeetrit (A) ja reguleerimiseks reostaati ( $R_3$ ). Kui lüliti ( $L_7$ ) on suletud, asub katoodi toitesüsteem kõrgpinge all ja tema puudutamine töötamise ajal on elukardetav. Katoodi küttevoolu reguleerimine võib toimuda lülitite



Joon.29.

Elektronograafi ja tema juurde kuuluvate seadmete elektriline skeem.

( $L_7$ ) ja ( $L_2$ ) avatud olles! Elektronograafi normaalne tööpinge on 35 - 40 kV. Stabiilsus vähemalt 0,1%.

Elektrilise skeemi muud osad. Trafo ( $Tr_2$ ) koos reostaadiga ( $R_1$ ), lülitiga ( $L_3$ ) ja ampermeetriga (A) võimaldab reguleerida kenotroni (K) kütterežiimi. Samaaegselt kenotroni kütte lülimisega toimub ka elektronstabilisaatori toite lülimine.

Trafo ( $Tr_3$ ) koos lülitiga ( $L_4$ ) ja ampermeetriga teenindab difusioonpumba (D) kütet. Difusioonpumba normaalseks tööks vajalik voolutugevus on 3,5 - 4,0 A. Kolmfaaslülitit ( $L_5$ ) lülimisel käivitub eelvaakuumpumba mootor (M).

Lüliti ( $L_6$ ) abil toimub fokuseeriva magnetlätse (ML)

vooluringi sulgemine. Reostaadga ( $R_2$ ) reguleerime voolutugevust, mis omakorda muudab magnetvälja tugevust ja kokkuvõttes fokuseerimise kvaliteeti. Voolutugevust mõõdetakse milliampermeetriga (mA). Magnetlätse toiteks kasutatakse suure mahtuvusega akupatareist saadavat voolu.

#### 4.4. Vaakuumsüsteem.

Vaakuumsüsteem koosneb eelvaakuumpumbast BH-461, õli-difusioonpumbast MA-40, vajalikust hulgast vaakuumkraanidest ja ühendustorustikust. See süsteem tagab elektronograafi tööks vajaliku "pimeda vaakuumi" ( $\approx 10^{-4}$  torri).

#### 4.5. Preparaatide valmistamine.

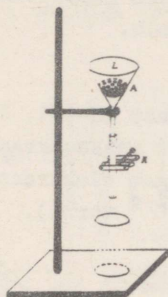
Eespool me märkisime, et kiirete elektronide kasutamisel difraktsioonipildi saamiseks on sobivaks preparaadi paksuseks 200 - 500 Å. Paksemate preparaatide korral on mittekoherentselt hajutatud elektronidest tingitud fooni intensiivsus niivõrd suur, et difraktsioonijoonte eraldamine foonist muutub võimatuks. Ainult mõned üksikud ained (näiteks Au jt.) võimaldavad valmistada nõutava paksusega iseseisvaid kihte. Enamikul juhtudel kantakse ühel või teisel sobival viisil uuritav ainekiht õhukesele aluskilele. Ainekihi võib aluskilele kanda: aurustamisega vaakuumis, sadestamisega nõrgast vesilahusest või sadestamisega suspensioonist.

Aluskile paksus ei tohi ületada 100 Å, et ei tekiks segavat fooni, mis vähendab difraktsioonirõngaste teravust. Aluskile peab olema amorfne, et ei tekiks segavaid difraktsioonirõngaid. (Erandjuhtudel on aga koguni soovitav, et kile oleks kristalliline, kuna aluskilest saadavaid difraktsioonirõngaid võib elektronogrammi inditseerimisel kasutada elektronograafi konstandi määramiseks.) Peale selle peab kile olema kergesti valmistatav. Neid nõudeid rahuldavad väga hästi kolloodiumist valmistatud kiled.

Aluskilede valmistamine. Aluskilede kandjaiks on  $\approx 8$  mm diameetriga ümmargused vaskvõrgu tükid. Võrgu silmad on ruudukujulised, serva pikkusega  $\approx 0,5$  mm. Enne kile pealekandmist tuleb võrkusid pesta destilleeritud veega, loputada at-

setoonis ja piirituses ning kuivatada.

Kilede valmistamiseks kasutame järgmist seadeldist (joon.30). Lehtrisse (L) on asetatud alus (A), milles on

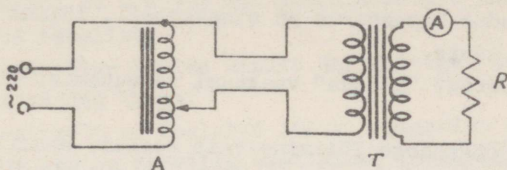


Joon.30.  
Aluskilede valmistamise  
seade.

väikesed avad. Alusele paigutame kilega kaetavad võrgud ja täidame lehtri destilleeritud veega. Kasutame puust või metallist teraviku kolloodiumilahusesse (nitrotselluloosi 0,5% lahus amüülatsetaadis) ning puudutame seejärel teraviku otsaga veepinda. Teraviku küljes olnud kolloodiumitilgakene voolab vee pindpinevustungide toimele laiali ja katab veepinna ühtlase õhukese kolloodiumikihi-ga. Kihi paksus sõltub suure vaba pinna korral kolloodiumitilgakese suurusest. Valides sobiva suurusega tilgakese, saame kergesti kilesid paksusega umbes 100 Å. Pärast mõneminutilist seismist, mille vältel amüülatsetaat aurub, lastakse vesi klambri (K) avamisega lehtrist välja voolata ja kile katab võrgud. Nõela otsaga purustatakse rõngaid ümbritsev kile ja preparaadi alused pannakse filterpaberile kuivama. Pärast kuivamist on aluskiled kasutamiseks valmis.

#### Uuritava aine kandmine kilele. Vaakuumaaurustamine.

Uuritava aine aurustame kilele vahetult elektronograafis. Selleks paigutame ühele tiigleist veidi aurustatavat ainet. Eelmises punktis kirjeldatud meetodil valmistatud aluskiledest paigutame 8 tükki preparaadihoidja vastavatesse pesadesse. Tiiglite hoidja ja preparaate hoidja paigutame elektronograafi vastavatesse avadesse. Eelvaakuum- ja difusioonpumbaga pumbatakse kuni saabub "pime vaakuum" (s.t. Tesla sädemikuga proovides ei ole klaastorus märgata helendust). Aurustamiseks koostame järgmise elektrilise skeemi (joon.31).



Joon.31.  
Elektriline skeem pulbri aurustamiseks.

Sellel skeemil (A) tähendab autotrafot, (T) - suure voolu trafot, (A) - ampermeetrit ja (R) - tiiglit.

Pärast nõutava vaakuumi saavutamist suurendame autotrafot reguleerides tiiglit läbiva voolutugevuse selliseks, et tiigel hakkaks nõrgalt hõõguma. Ampermeetrit määratakse vastav voolutugevus. Pärast paarisekundilist aurustamist lülitame voolu välja ja kontrollime saadud kihi kvaliteeti elektronkimbu abil. Kui difraktsioonirõngad puuduvad või on väga nõrgad, tuleb aurustamise protseduuri korrata, suurendades aurustumise aega. Seejärel kontrollime uuesti pildi kvaliteeti. See protseduur vältab seni, kuni oleme saavutanud kvaliteetse difraktsioonipildi, s.t. minimaalsel foonil maksimaalse tugevusega difraktsioonirõngad.

Lahusest sadestamise teel. Valmistame 1%-lise NaCl- või glükoosilahuse. Pipetiga paneme ühe tilga lahust kilele. Pärast vee aurustumist on preparaat valmis elektronograafi paigutamiseks.

#### 4.6. Töö käik.

1. Valmistame eelkirjeldatud meetodil aluskiled ja paigutame nad preparaadihoidjale.
2. Aurustamiseks paneme ühte tiiglistesse uuritavat ainet. Arvutada sobiva paksusega kihi saamiseks ligikaudne tarvitatav ainehulk eeldusel, et aurustumine toimub punktikujulisest allikast!
3. Pärast preparaadihoidja ja tiiglihoidja asetamist elektronograafi ning vaakuumkraanide seisu kontrollimist käivitame eelvaakuumpumba.

4. Vaakuumi kontrollimiseks kasutame Tesla sädemikku. Kui helendus klaastorus on sinakashall, lülime sisse difusioonpumba kütte.

5. Pärast "pimedat" vaakuumi saavutamist lülime kenotroni kütte.

6. Kõrgepinge lülitamine võib toimuda ainult siis, kui operaator istub. Enne pinget lülitamist tuleb hoiatada kaastöötajaid, öeldes valju häälega "kõrgepinge!"

7. Lülitamisi teostada esialgu madalamatel pingetel ja ilma anoodvooluta. Pinget suurendame autotrafoga kuni 100 - 120 V primaaris.

8. Kui hõõgniidi teravik on täpselt katoodi ava vastas, peame ekraanil saama ümmarguse, umbes 3 - 4 mm läbimõõduga helenduva ketta. Vajaduse korral reguleerime hõõgniidi asukohta eboniidist juhtvarbadega.

9. Lülime magnetläätsed ja reguleerime reostaadiga  $R_2$  voolutugevuse selliseks, et ekraanil saadav täpp oleks minimaalsete mõõdetega.

10. Pöörame elektronkimbu teele ühe aluskiledest ja kontrollime selle kvaliteeti (kas foon ei ole väga tugev, s.o. kile liiga paks, kas ei esine juhuslikult segavaid difraktsioonirõngaid jne.).

11. Pärast katoodi kütte väljalülitamist valmistame preparaadi aurustamise teel nii, nagu on kirjeldatud vastavas punktis.

12. Õnnestunult valmistatud preparaadist saadava difraktsioonipildi jäädvustame fotoplaadile. Säritusaeg mõni sekund. Fotografeerimisel tuleb ekraani eest ärapööramiseks vältida fotoplaadi kaasapöördumist ja et ruumist valgus ei pääseks akende kaudu elektronograafi.

13. Pärast fotografeerimist pöörata ekraan endisesse asendisse.

14. Sulgeda kõrgvaakuumkraan ja kraan eelvaakuumpumba ning difusioonipumba vahel. Lasta elektronograafi õhk.

Ilmutada eksponeeritud plaadid.

15. Mõõtemikroskoobil Mup-12 mõõdame difraktsioonirõngas-

te diameetrid ja arvutame ligikaudselt kiirendava pinge väärtuse, arvestades, et  $L = 395$  mm. Aatomtasandite vahelised kaugused võtta tabelist.

NB! Kõrgepinge võime lülida ainult õhklülitiga. Lülida istudes ja vasaku käega.

Kategooriliselt on keelatud lüliti sulgemine pikemaks ajaks kui see on tarvilik vaatluste, fotografeerimiste jne. läbiviimiseks.

### III. L I S A.

#### 1. OHUTUSTEHNIKA NÕUDED TÖÖTAMISEL RÖNTGENISEADMETEGA JA ELEKTRONOGRAAFIGA.

Röntgeniseadmed ja elektronograaf kuuluvad kõrgepingeliste seadmete hulka ja nende kohta kehtivad kõik kõrgepingeliste seadmete eksploatatsiooni kohta käivad ohutustehnika eeskirjad.

Oma skeemilt ja konstruktsioonilt on röntgeniseadmetel ja elektronograafil aparaat, mis asub 25 - 100 kV kõrgepinge all. Aparatuur asub töötaja vahetus läheduses.

Röntgeniseadmetega ja elektronograafiga on lubatud iseisvalt töötada kateedri personalil ja üliõpilastel, kes on sooritanud ohutustehnika eksami vastava komisjoni ees (kvalifikatsioonikomisjoni moodustab kateedri juhataja). Teadmiste kontrolli korratakse regulaarselt üks kord aastas ja samuti ohutustehnika eeskirjade rikkumiste korral.

Üliõpilasi, kellel ei ole õigust iseseisvaks tööks, lubatakse röntgeniruumi (elektronograafiruumi) siseneda ainult koos õppejõuga mitte üle 3 - 4 üliõpilase ühe õppejõu kohta.

Röntgeniseadmega (elektronograafiga) töötada on lubatud vähemalt kahel inimesel; nendest ühel peab olema komisjoni poolt omistatud tunnistus röntgeniseadmel (elektronograafil) töötamiseks. Viimane vastutab ühtlasi ohutustehnika eeskirjade täpse täitmise eest.

Röntgeniseadmega (elektronograafiga) on ühel inimesel keelatud töötada.

✖

Röntgeniseadmete töötamise ajal on elukardetav puutuda: röntgenitoru ülemist klaasist osa, röntgenitoru soklit, soklit ühendavat juhet, kõiki kogumislätte ja kõrgepingesead-

meid, mis asuvad kaitse taga.

Enne röntgeniseadme töösse lülitamist on tarvilik:

1) veenduda, et ruumis, kus asetsevad kõrgepingetransformaatorid ja -alaldajad, poleks kedagi laboratooriumi töötajatest;

2) kontrollida jahutussüsteemi korrasolekut; soovitav on jahutussüsteem vastavalt blokeerida, et jahutusveevoogu juhuslikul katkemisel oleks tagatud röntgeniseadme automaatne väljalülitamine;

3) kontrollida, kas juhtimispuuldil kommutaatori ja küttereostaadi käepidemed on algasendis.

Tööde teostamisel, mis on seotud struktuuranalüüsiga, tuleb meeles pidada, et röntgenikiired mõjuvad inimese organismile kahjustavalt. Sellepärast kõigi ettevalmistavate tööde ajal peab röntgeniseade olema välja lülitatud.

Röntgenikaamera asetamisel röntgenitoru akna ette asub töötaja röntgenikiirte tegevusraadiuses, mistõttu ta peab tegutsema nii, et ühelegi tema keha osale ei langeks otsene kiirgus.

Kasutage spetsiaalset kaitseriietust: seatinakindaid ja seatinaklaasidega prille!

Keelatakse üheaegne mitme kaamera etteseadmine töötavale torule. Mittetöötavad toruaknad isoleeritakse seatinast klappidega.

Laboratooriumi töötajatel ja üliõpilastel on sisselülitatud röntgenitorudega ruumis viibimine keelatud.

\*

Elektronograafiga töötamisel on elukardetav puutuda: katoodi kõiki osi, mis asuvad ülalpool isolaatorit või isoleeritud alusel ja kõiki lae all asuvaid kõrgepingeseadmeid.

Elektronograafiga töötamisel on tarvilik:

1) katoodi justeerimist, samuti katoodi küttevoolu lülitamist teostada ainult vastavate isoleervarvade abil;

2) kõrgepinge lülitamisel peab töötaja istuma;

3) kõrgepinge lülida ainult vaatluse (ekspositsiooni) ajaks;

4) rangelt on keelatud pingestatud elektronograafi valveta jätmine.

2. MASSABSORPTSIOONIKOEFIITSIENTIDE TABEL.

Lainepikkus Å	$\mu$	Lainepikkus Å	$\mu$
0,130	0,186	0,380	0,950
0,146	0,195	0,417	1,170
0,158	0,208	0,424	1,23
0,175	0,228	0,476	1,74
0,184	0,246	0,485	1,77
0,200	0,270	0,497	1,90
0,220	0,300	0,560	2,60
0,260	0,402	0,631	3,73

3. TABEL h k l ja  $h^2+k^2+l^2$  JAOKS.

$h^2+k^2+l^2$	h k l		
	Primitiivne võre P	Ruumkesendatud võre I	Tahkesendatud võre F
1	100		
2	110	110	
3	111		111
4	200	200	200
5	210		
6	211	211	
8	220	220	220
9	300, 221		
10	310	310	
11	311		311
12	222	222	222
13	320		
14	321	321	
16	400	400	400
17	410, 322		
18	411, 330	411, 330	
19	331		331
20	420	420	420
21	421		
22	332	332	

$h^2+k^2+l^2$	h k l		
	Primitiivne võre P	Ruumkesendatud võre I	Tahkesendatud võre F
24	422	422	422
25	500, 430		
26	510, 431	510, 431	
27	511, 333		511, 333
29	520, 432		
30	521	521	
32	440	440	440
33	522, 441		
34	530, 433	530, 433	
35	531		531
36	600, 442	600, 442	600, 442
37	610		
38	611, 532	611, 532	
40	620	620	620
41	621, 540, 443		
42	541	541	
43	533		533
44	622	622	622
45	630, 542		
46	631	631	
48	444	444	444
49	700, 632		
50	710, 550, 543	710, 550, 543	
51	711, 551		711, 551
52	640	640	640
53	720, 641		
54	721, 633, 552	721, 633, 552	
56	642	642	642
57	722, 544		
58	730	730	
59	731, 553		731, 553
61	650, 643		
62	732, 651	732, 651	
64	800	800	800
65	810, 740, 562		
66	811, 741, 554	811, 741, 554	
67	733		
68	820, 644	820, 644	820, 644
69	821, 742		
70	653	653	
72	822, 660	822, 660	822, 660
73	830, 661		
74	831, 750, 743	831, 750, 743	

$h^2 + k^2 + l^2$	h k l		
	Primitiivne võre P	Ruumkesendatud võre I	Tahkesendatud võre F
75	751, 555		751, 555
76	662	662	662
77	832, 654		
78	752	752	
80	840	840	840
81	900, 841, 744, 663		
82	910, 833	910, 833	
83	911, 753		911, 753
84	842	842	842
85	920, 760		
86	921, 761, 655	921, 761, 655	
88	664	664	664
89	922, 850, 843, 762		
90	930, 851, 754	930, 851, 754	
91	931		931
93	852		
94	932, 763	932, 763	
96	844	844	844
97	940, 665		
98	941, 853, 770	941, 853, 770	
99	933, 771, 755		933, 771, 755
100	1000, 860	1000, 860	1000, 860

K I R J A N D U S .

1. Блохин, М.А., Физика рентгеновских лучей, ИТТЛ, Москва 1953 .
2. Хараджа, Ф.Н., Общий курс рентгенотехники, Энергетич. изд., Москва - Ленинград 1956 .
3. Уманский, М.М., Аппаратура рентгеноструктурных исследований, Изд. физико-матем. лит., Москва 1960 .
4. Гинье, А., Рентгенография кристаллов, Изд. физико-матем. лит., Москва 1960 .
5. Лазаров, Л. и Бургер, М., Метод порошка в рентгенографии, ИЛ, Москва 1961 .
6. Миркин, Л.И., Справочник по рентгеноструктурному анализу поликристаллов, Изд. физико-матем. лит., Москва 1961 .
7. Пинскер, Э.Г., Дифракция электронов, Изд. АН СССР, Москва - Ленинград 1949 .
8. Вайнштейн, Б.К., Структурная электронография, Изд. АН СССР, Москва 1956 .

## Sisukord.

	Lk.
Eessõna.....	3
I. SISSEJUHATUS .....	4
1. Röntgenikiirguse tekkimine .....	4
2. Pidev spekter .....	5
3. Karakteristlik spekter .....	6
4. Röntgenikiirguse ja aine vastastikune toime .....	10
5. Röntgenitorud .....	14
6. Röntgeniaparaadid .....	18
7. Röntgenifilm ja selle töötlemine .....	20
8. Röntgenikiirte intensiivsuse määramisest	21
9. Kristallvõre.....	23
10. Röntgenikiirte difraktsioon .....	28
11. Röntgenikiirte lainepikkuse määramisest..	33
II. PRAKTILISED TÖÖD.	
1. Röntgenogrammi saamine pulbrimeetodil ja selle inditseerimine .....	36
2. Röntgenikiirguse efektiivse lainepikkuse määramine .....	50
3. Röntgenikiirguse doosi võimsuse määramine röntgenomeetriga .....	56
4. Elektronograaf .....	59
III. LISA.	
1. Ohutustehnika nõuded töötamisel röntgeni- seadmetega ja elektronograafiga .....	70
2. Massabsorptsioonikoefitsientide tabel ...	72
3. Tabel $h$ $k$ $l$ ja $h^2+k^2+l^2$ jaoks .....	72
Kirjandus .....	75

Hind 11 kop.

A 25090

9157

TÜ RAAMATUKOGU



1 0300 00309383 0