

VILNIAUS UNIVERSITETAS

Fizikos fakultetas

Mokomoji atomo ir branduolio fizikos laboratorija

Laboratorinis darbas Nr. 4

**ĮVAIRIŲ MEDŽIAGŲ BŪDINGOSIOS RENTGENO
SPINDULIUOTĖS TYRIMAS**

Eksperimentinė dalis

2026-09-13

Čia yra tik smulkus matavimo tvarkos aprašas. Ruošiantis darbui, reikia naudoti kitą aprašą, kuriame išdėstyta ne tik darbo metodika, bet ir teorija. Eksperimentinės dalies aprašas visą laiką turi būti prie matavimo įrangos; jo negalima išsinešti iš laboratorijos.

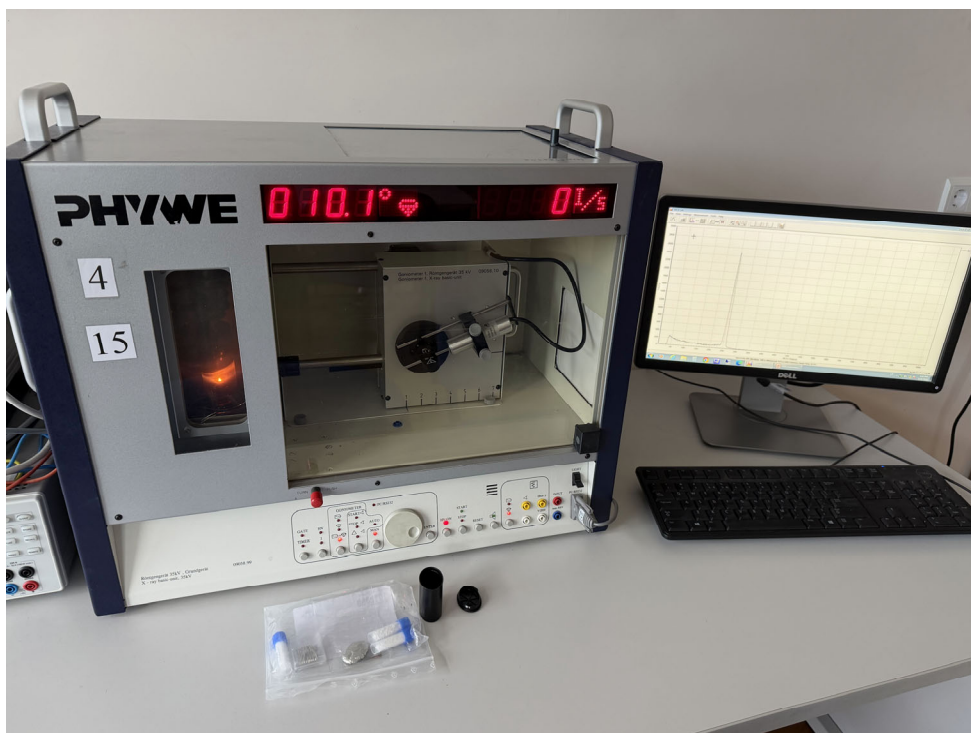
Darbo įranga

Šiam darbui naudojamas Vokietijos bendrovės „Phywe Systeme“ mokomasis rentgeno aparatas. Darbo įrangą sudaro:

- 1) Rentgeno aparatas su molibdeno (Mo, $Z = 42$) rentgeno vamzdžiu (rentgeno vamzdžio anodo įtampos reguliavimo ribos – nuo 0 iki 35 kV, anodo srovės reguliavimo ribos – nuo 0 iki 1 mA),
- 2) goniometras (rentgeno aparato priedas, kuris skirtas rentgeno spinduliuotės spektro ir sklaidos tyrimui),
- 3) kompiuteris su programine įranga „MCA Lab“, kuri skirta spektrų atvaizdavimui ir analizei,
- 4) Si-PIN detektorius su daugiakanaliu analizatoriumi (bendrame korpuse), kuris sujungtas su kompiuteriu USB jungtimi,
- 5) ličio fluorida (LiF) kristalas su laikikliu,
- 6) rentgeno fluorescencijos bandinių rinkinys (įvairių metalų plokštelės ir plastikiniai mėgintuvėliai su įvairių neorganinių junginių milteliais) ir bandinių laikiklis.

1 pav. parodytas bendras matavimo įrangos vaizdas. Rentgeno aparato kairiojoje dalyje yra rentgeno vamzdžio blokas su langeliu. Kai yra įjungtas rentgeno vamzdžio anodo įtampa ir srovė, pro tą langelį matosi įkaitusio katodo sklaidžiama šviesa (žr. 1 pav.). Rentgeno aparato kameroje yra goniometras. Kištukinės jungtys goniometro ašies centre yra skirtos bandinių laikikliui arba kristalui pritvirtinti. Detektorius yra pritvirtintas ant kreipiamųjų strypų, kurie gali sukiotis aplink goniometro ašį.

Norint atidaryti rentgeno aparato kamerą, reikia pastumti į kairę stumdomąsias dureles, kurios pagamintos iš švinuoto akrilo stiklo. Dureles galima atidaryti tik atfiksavus atitinkamą užraktą. Tam reikia įspausti raudoną fiksavimo rankenėlę iki galo ir ją laikant pasukti ją ketvirtį apsisukimo į dešinę, kad ji užsifikuotų. Rentgeno aparatas veiks tik tada, kai durelės užrakintos. Norint užrakinti dureles, reikia pasukti fiksavimo rankenėlę ketvirtį apsisukimo į kairę.



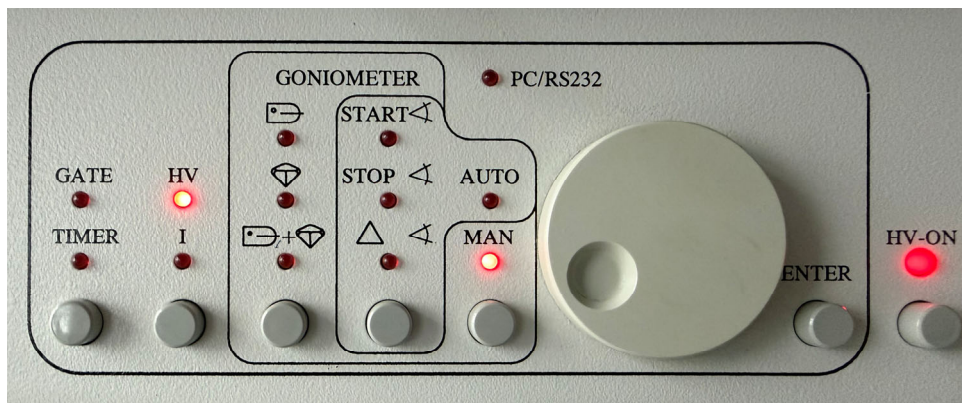
1 pav. Bendras matavimo įrangos vaizdas

Matavimo tvarka

1. Įsitikinama, kad rentgeno aparato kameroje nėra pakylų mėgintuvėliams. Jeigu ji yra, ją reikia išimti iš kameros (kameros atidarymas ir uždarymas paaiškintas pirmajame šios instrukcijos puslapyje). Be to, jeigu į goniometrą yra įstatytas bandinio laikiklis arba LiF kristalas, tada jį irgi reikia išimti.

2. Įjungiami rentgeno aparatas ir kompiuteris (rentgeno aparato maitinimo jungiklis yra ant galinės prietaiso sienelės). Įjungus rentgeno aparatą, goniometras automatiškai pasuka detektorių į pradinę padėtį, atitinkančią nulinių spindesio kampą θ .

3. Naudojant rentgeno aparato valdymo elementus, kurie yra jo priekinės sienelės apačioje (žr. 2 pav.), užduodamos rentgeno vamzdžio anodo įtampa **35 keV** ir anodo srovė **0,1 mA**. Tam reikia naudoti mygtuką „HV-I“ (2 pav. kairėje), reguliavimo ratuką (2 pav. dešinėje) ir skaitmeninį ekraną prietaiso viršuje (žr. 1 pav.). Paspaudus mygtuką „HV-I“, pakaitomis aktyvinamos rentgeno vamzdžio aukštosios įtampos arba anodo srovės nustatymo parinktys. Atitinkamas šviesos diodas (LED) ir skaitmeninis ekranas rodo, kuris iš dviejų darbinių dydžių – „HV“ ar „I“ – yra pasirinktas. Pasirinktojo dydžio vertė yra rodoma ekrano kairėje. Norint ją pakeisti, reikia pasukti reguliavimo ratuką. **Nustačius reikalingą vertę, ją reikia įvesti, paspaudus mygtuką „ENTER“** (2 pav. dešinėje).

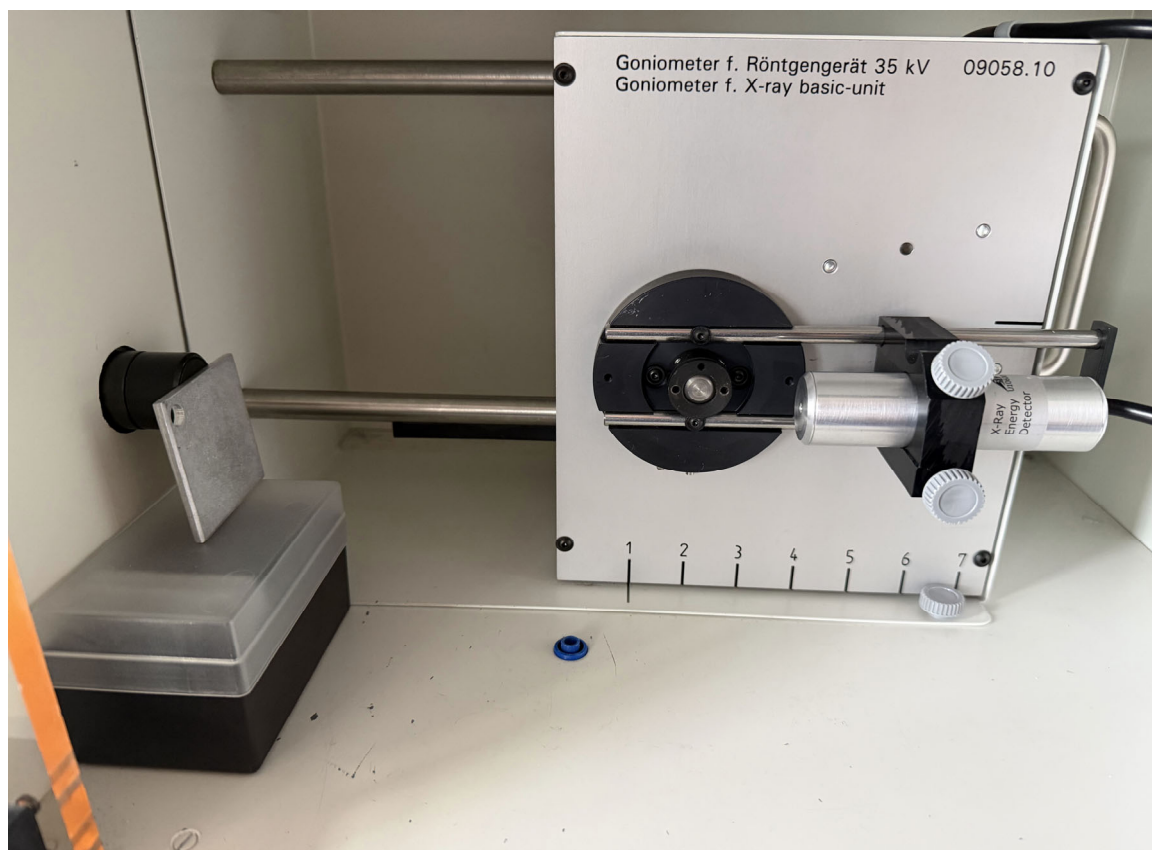


2 pav. Rentgeno aparato valdymo pultas

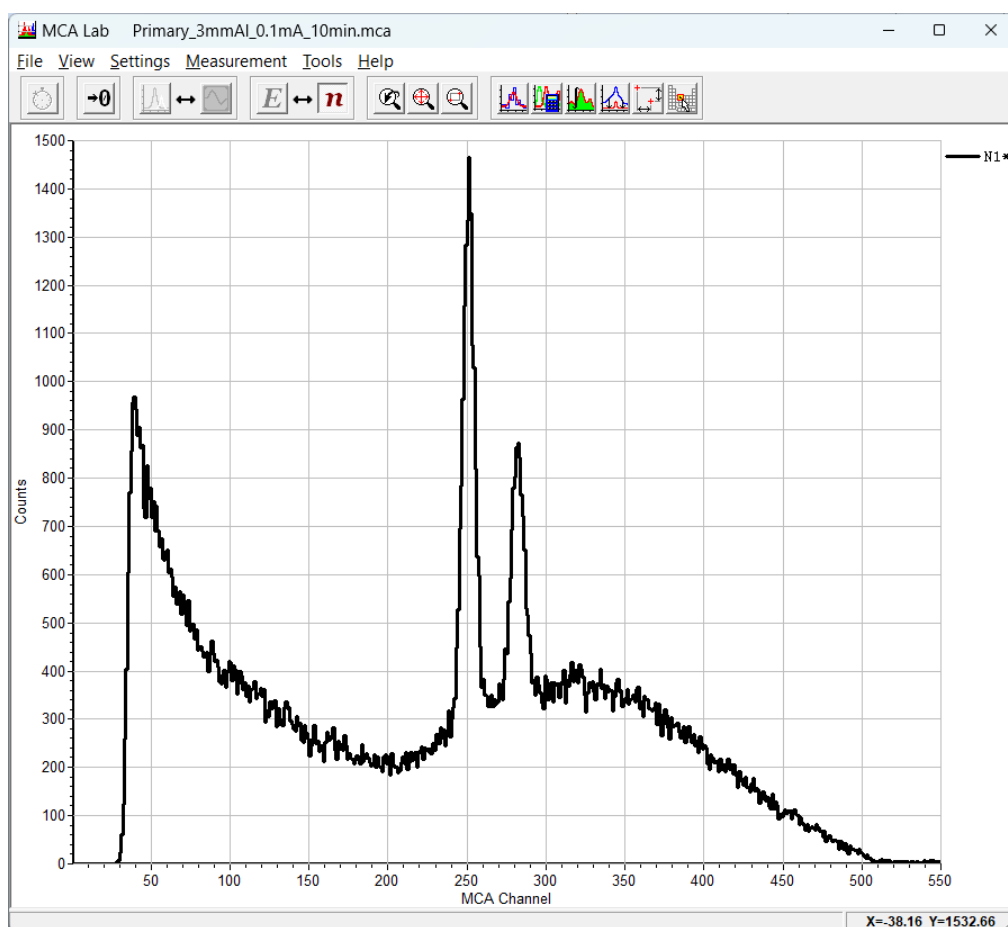
4. Net ir tokia maža anodo srovė yra pernelyg didelė, kad rentgeno spinduliuotės srautą būtų galima tiesiogiai nukreipti į detektorių. Si-PIN detektorius gali be spektro iškraipymų registruoti tik maždaug iki vieno tūkstančio fotonų per sekundę, o pirminės spinduliuotės pluošte į detektoriaus langelį pataikytų keli šimtai tūkstančių fotonų per sekundę. Be to, toks didelis spinduliuotės intensyvumas gali pakenkti detektoriumi. Todėl prieš rentgeno vamzdžio diafragmą pastatoma 3 mm storio aliuminio plokštelė, kuris sumažins spinduliuotės srautą dviem didumo eilėmis. Aliuminio plokštelę reikia pastatyti ant pakylų (plastikinės dėžutės) ir atremti į rentgeno vamzdžio diafragmą (žr. 3 pav.).

5. Startuojama programa „MCA Lab“. Ant X ašies turi būti atidėtas kanalo numeris („MCA Channel“). Jeigu X ašies pavadinimas yra „Energy E , keV“, tada reikia spustelėti įrankių juostos mygtuką **n** (žr. 4 pav.).

6. Įjungiama rentgeno vamzdžio anodo įtampa (35 kV). Jeigu aukštąją įtampą (t. y. anodo įtampą) ketinama įjungti pirmą kartą po aparato įjungimo arba jeigu anksčiau buvo atidarytos ir uždarytos rentgeno aparato durelės, tada fiksavimo rankenėlę prieš įjungiant aukštąją įtampą reikia dar kartą įspausti (nesukant) iki pat galo ir paleisti, kad ji vėl atšoktų (to nepadarius, aukštoji įtampa neįsijungs). Norint įjungti rentgeno vamzdžio greitinimo įtampą, reikia spustelėti mygtuką „HV-ON“ (2 pav. dešinėje). Tada rentgeno vamzdis pradės skleisti rentgeno spinduliuotę, o šviesos diodas, kuris yra virš mygtuko „HV-ON“, pradės raudonai šviesti. **Dėmesio!** Jeigu pirminis rentgeno spinduliuotės pluoštas yra nukreiptas į detektoriaus langelį, tada rentgeno vamzdžio anodo įtampą galima jungti tik kai tarp detektoriaus ir diafragmos yra aliuminio filtras (žr. 4 punktą). Pernelyg didelis krintančios rentgeno spinduliuotės intensyvumas gali pakenkti detektoriumi.



3 pav. Detektoriaus ir aliuminio plokštelės padėtis matuojant perėjusios 3 mm storio aliuminio sluoksni rentgeno vamzdžio su molibdeno anodu spinduliuotės spektrą



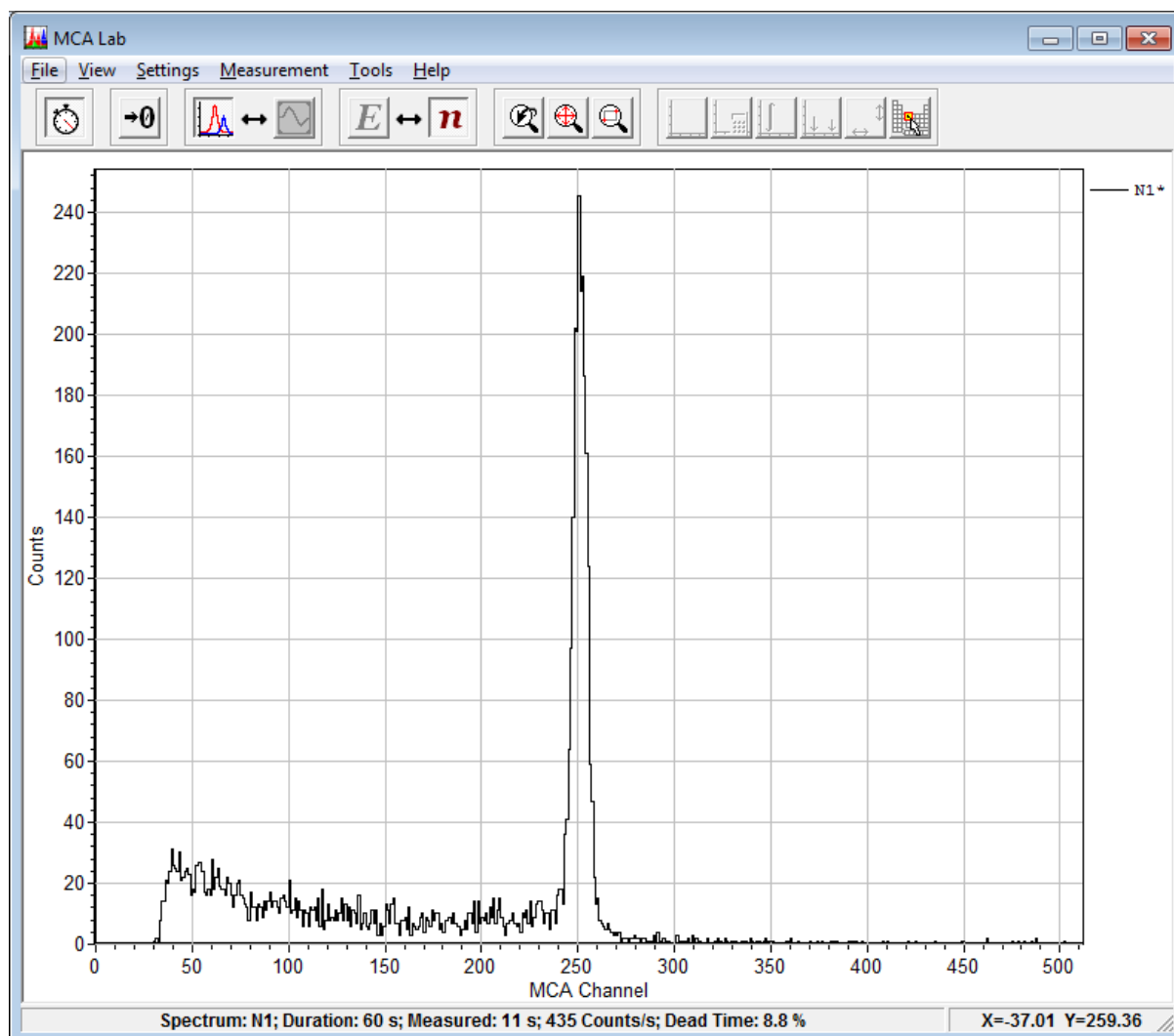
4 pav. Pirminio spektro, kuris išmatuotas naudojant 3 mm storio aliuminio filtrą, pavyzdys (matavimo trukmė 10 min)

7. Programoje „MCA Lab“ užduodama spektro matavimo trukmė (**3 min**). Tam reikia pasirinkti meniu komandą „Measurement > Parameter“, paskui atsidariusio dialogo lango „Settings“ teksto lauke „Standard duration of measurement, s“ įvesti sekundžių skaičių (**180**) ir spustelėti mygtuką „Close“.

8. Nuspaudžiamas pirmasis įrankių juostos mygtukas „“. Tada programa „MCA Lab“ pradeda registruoti detektoriaus impulsų amplitudžių spektrą ir realiu laiku jį atvaizduoja grafike. Matavimo metu reikia laukti, kol programa baigs matavimą. Einamoji matavimo trukmė yra rodoma būsenos juostoje (programos lango apačioje), po žodžių „Measured:“ (pvz. žr. 5 pav.). **Pastaba:** Matuojant spektrą programa neatnaušina grafiko ašių ribų automatiškai. X arba Y ašies ribas galima pakeisti spustelėjus dešinįjį pelės mygtuką ant X arba Y ašies. Tada atsidaro dialogo langas, kurio laukuose „Minimum“ ir „Maximum“ reikia surinkti reikalingas ribų vertes ir paskui spustelėti mygtuką „Close“. Norint nustatyti „optimalias“ ribas, t.y. Y ašies ribas, kurios atitinka didžiausią dalelių skaičių kanaluose, reikia pasirinkti meniu komandą „View > Zoom All“ arba spustelėti įrankių juostos mygtuką  arba naudoti klavišų kombinaciją „Alt“ + „A“.

9. Baigus matavimą, rentgeno vamzdžio greitinimo įtampą reikia išjungti. Tam reikia spustelėti rentgeno aparato mygtuką „HV-ON“, kad užgestų virš jo esantis LED.

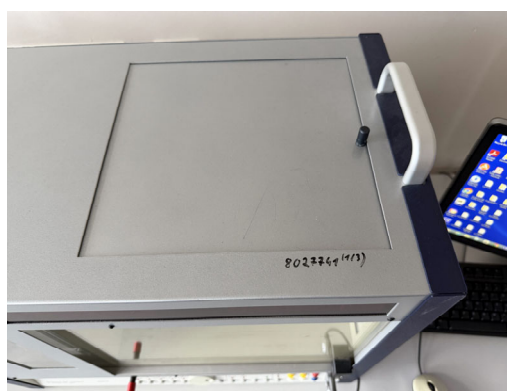
10. Naudojant programos „MCA Lab“ meniu komandą „File > Save As...“, spektro duomenys įrašomi į failą, kurio vardo plėtinys yra „.mca“ (tą failą paskui bus galima atidaryti su „MCA Lab“). **Pastaba:** *.mca failų ir aplankų, kuriuose jie yra, varduose negalima vartoti lietuviškų rašmenų (kitu atveju programa „MCA Lab“ negalėtų jų atidaryti).



5 pav. Atsispindėjusios nuo LiF kristalo rentgeno vamzdžio su Mo anodu spinduliuotės spektro matavimo pavyzdys

11. Aliuminio filtras pašalinamas. Įjungiamo rankinė goniometro kampo reguliavimo veika. Tam reikia įsitikinti, kad virš valdymo pulto penktojo mygtuko („AUTO-MAN“) šviečia šviesos diodas „MAN“ (jeigu šviečia „AUTO“, tada reikia spustelėti tą mygtuką), o paskui reikia spustelėti trečiąjį valdymo pulto mygtuką (žr. 2 pav.). Virš to mygtuko yra trys šviesos diodai (LED), kurių kiekvienas žymi vieną iš trijų goniometro kampo rankinio reguliavimo variantų: (a) sukamas tik detektorius (simbolis „“), (b) sukamas tik kristalas (simbolis „“), (c) detektorius ir kristalas sukami vienu metu taip, kad detektoriaus posūkio kampas būtų dvigubai didesnis už kristalo posūkio kampą (simbolis „“). Šiame laboratoriniame darbe yra reikalinga tik pastaroji veika. Jeigu atitinkamas LED nešviečia, o šviečia kitas iš minėtų trijų LED, tada reikia dar kartą spustelėti tą patį (trečiąjį) mygtuką.

12. Į goniometrą įstatomas LiF kristalas. Kristalas laikomas juodoje plastikinėje dėžutėje, kuri kartu su kitais smulkiais priedais yra saugoma priedų skyriuje, esančiame rentgeno aparato viršuje (žr. 6a–d pav.). Įstačius kristalą į goniometrą, reikia sukti reguliavimo ratuką, kol kristalas ir detektorius atsidurs padėtyje, kuri atitinka spindesio kampą $\theta = 9.5^\circ$. Kampas rodomas skaitmeninio ekrano viršuje (žr. 1 pav.). Kristalas turi būti įstatytas į goniometrą taip, kaip parodyta 7 pav.



(a)



(b)

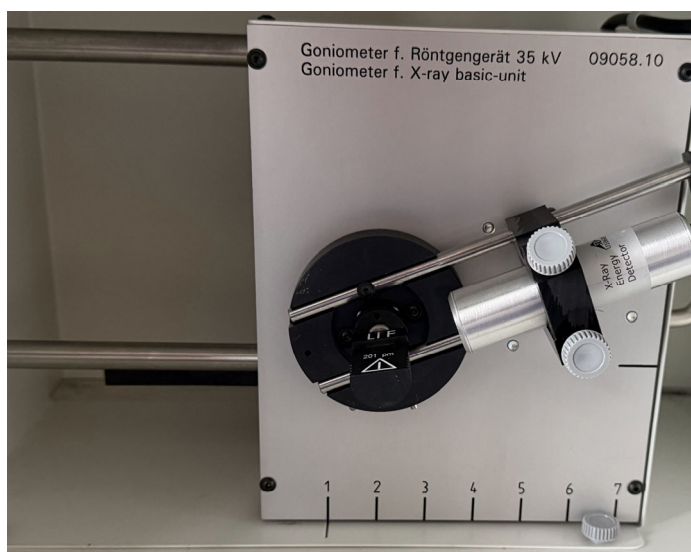


(c)



(d)

6 pav. Priedų skyrius ir ličio fluoro kristalas: (a) priedų skyriaus dangtis, (b) LiF kristalo ir bandinių laikiklio vieta priedų skyriuje, (c) atidengta LiF kristalo dėžutė su kristalu viduje, (d) LiF kristalas.

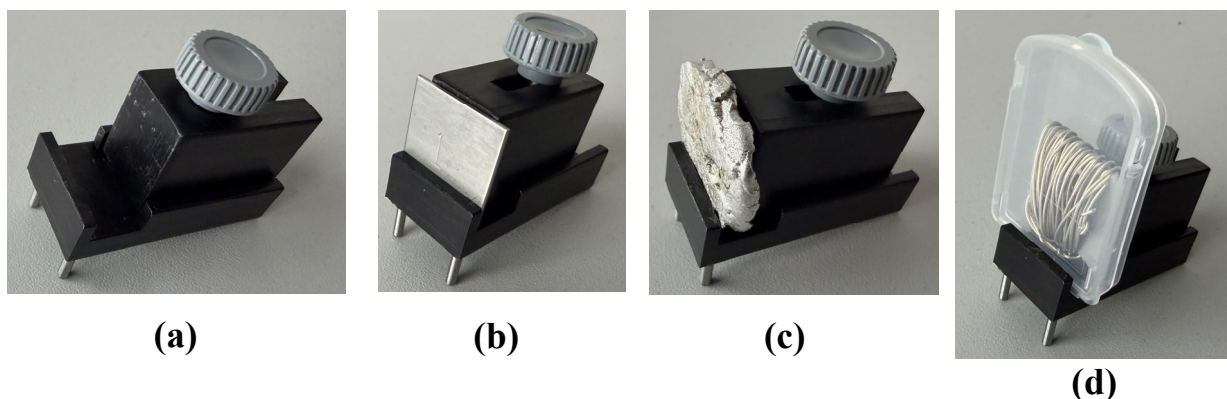


7 pav. LiF kristalo ir detektoriaus darbinė padėtis

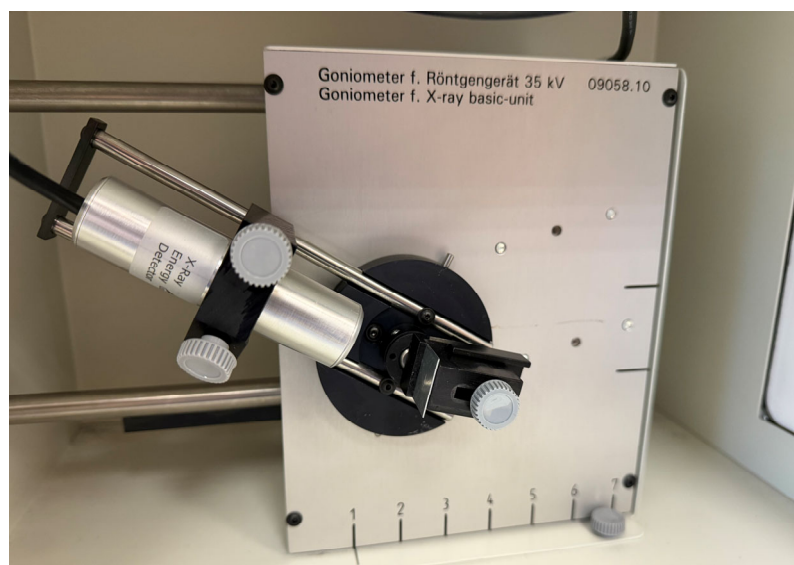
13. Įjungiamo rentgeno vamzdžio anodo įtampa. Programoje „MCA Lab“ įjungiamas impulsų skaičiavimas. Spindesio kampas θ didinamas nuo $9,5^\circ$ iki $10,5^\circ$ kas $0,1^\circ$ ir surandama θ reikšmė, atitinkanti didžiausią skaičiavimo spartą. Einamoji skaičiavimo sparta yra rodoma programos „MCA Lab“ lange po grafiku, prieš žodžius „Counts/s“ (pvz. žr. 5 pav.). Minėtoji θ reikšmė užsirašoma, kristalas ir detektorius grąžinami į tą padėtį, esamas spektras ištrinamas (menu komanda „File > New“, atsisakant išsaugoti esamą spektrą) ir atliekamas vienas **3 min** trukmės spektro matavimas. Kadangi nuo kristalo atspindi tik vieno bangos ilgio spinduliuotė (Brego sąlyga), tai spektre turi matytis viena aukšta smailė, atitinkanti Mo K_α linijos pirmosios eilės atspindį nuo LiF kristalo (pvz. žr. 5 pav.). Baigus matavimą, anodo įtampa išjungiamo. Spektro duomenys įrašomi į *.mca failą (žr. 10 punktą).

14. LiF kristalas ištraukiamas iš goniometro. Kristalą reikia įdėti atgal į dėžutę kaip parodyta 6c pav., paskui tą dėžutę reikia uždengti ir padėti atgal į rentgeno aparato priedų skyrių (žr. 6b pav.). Vietoj kristalo į goniometrą įstatomas rentgeno fluorescencijos („RF“) bandinių laikiklis. Bandinių laikiklis yra saugomas priedų skyriuje (žr. 6b pav.). Laikiklis yra pavaizduotas 8a pav. Bandiniai prispaudžiami slankiąja (viršutine) laikiklio dalimi, kurią paskui reikia užfiksuoti varžtu (žr. 8b–d pav.). Sidabro ir alavo bandiniai nėra pritaikyti šiam laikikliui, todėl jų įdėjimas reikalauja didesnio kruopštumo. Svarbiausia – prispausti bandinius pakankamai stipriai, kad jie neišslystų iš laikiklio matuojant spektrus.

15. Bandinių laikiklis ir detektorius pasukami taip, kad spindesio kampas θ būtų lygus 75° (žr. 9 pav.). Šioje padėtyje kampas tarp pirminės spinduliuotės pluošto ir registruojamos spinduliuotės krypties lygus $2\theta = 150^\circ$.



8 pav. Rentgeno fluorescencijos bandinių laikiklis ir įvairių bandinių įdėjimo į jį pavyzdžiai: **(a)** laikiklis be bandinio, **(b)** laikiklis su įdėta nerūdijančio plieno plokšte, **(c)** laikiklis su alavo lydmetalio bandiniu, **(d)** laikiklis su sidabro vielos bandiniu (vielos ritinys yra plokščioje skaidraus plastiko dėžutėje).

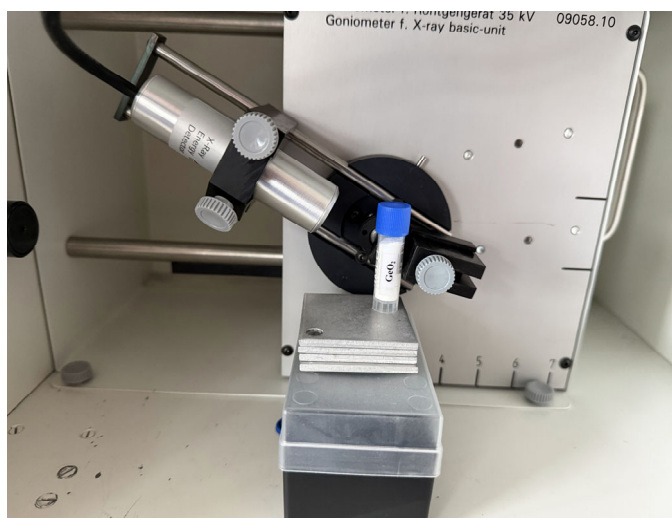


9 pav. Detektoriaus ir bandinio darbinė padėtis matuojant rentgeno fluorescencijos spektrą, kai bandinys yra suspaustas RF bandinių laikiklyje (šiam pavyzdyje bandinys yra cinko plokštelė).

16. Į laikiklį vienas po kito įdedami RF bandiniai ir su kiekvienu iš jų atliekamas vienas 3 min arba 10 min trukmės RF spektro matavimas. Jeigu bandinys yra miltelių pavidalo, tada ties bandinių laikikliu ant pakylės reikia pastatyti plastikinį mėgintuvėlį su milteliais taip, kaip parodyta 10 pav. (pakylės vaidmenį atlieka plastikinė dėžutė, ant kurios uždėtos keturios 3 mm storio aliuminio plokštelės). Naudojant programos „MCA Lab“ meniu komandą „File > Save As...“, kiekvieno spektro duomenys įrašomi į atskirą *.mca failą (žr. 10 punktą). Skirtingus bandinius atitinkančios anodo srovės ir matavimo trukmės yra surašytos 1 lentelėje (pakeitus anodo srovę reguliavimo ratuku, visada reikia spustelėti rentgeno aparato mygtuką „ENTER“, kaip paaiškinta 3 punkte, nes kitaip naujoji vertė nenusistatys). Visi bandiniai yra matomi 11 pav. Toje nuotraukoje bandiniai yra sudėti ta pačia tvarka kaip 1 lentelėje. Ant nerūdijančio plieno, vario ir cinko plokštelių yra numeriai: atitinkamai „1“, „2“ ir „7“.

1 lentelė. RF bandiniai ir spektrų matavimo sąlygos

Nr.	Bandinys	Anodo srovė (mA)	Matavimo trukmė (min)
1	Nerūdijančio plieno plokštelė ($\approx 70\% \text{ Fe} + \text{Cr}$)	0,75	3
2	Vario (Cu) plokštelė	0,5	3
3	Cinko (Zn) plokštelė	0,5	3
4	Germanio dioksido (GeO_2) milteliai	0,75	3
5	Kalio bromido (KBr) milteliai	1	3
6	Stroncio sulfato (SrSO_4) milteliai	1	3
7	Sidabro viela ($92,5\% \text{ Ag} + 7,5\% \text{ Cu}$)	1	10
8	Alavo lydmetalis ($> 97\% \text{ Sn} + \text{Cu}$)	1	10

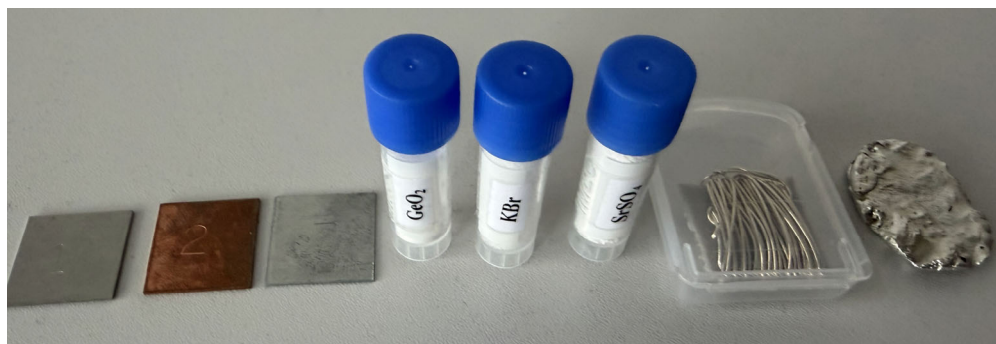


(a)



(b)

10 pav. Plastikinio mėgintuvėlio su milteliais ir bandinių laikiklio padėtis, kai RF bandinys yra miltelių pavidalo: (a) vaizdas iš priekio, (b) vaizdas iš viršaus.



11 pav. Rentgeno fluorescencijos tyrimo bandiniai

17. Rentgeno aparatas išjungiamas. Bandinių laikiklis įdedamas į savo vietą rentgeno aparato priedų skyriuje (žr. 6b pav.). Keturios aliuminio plokštelės sudedamos į dėžutę (ją reikia palikti ant stalo šalia rentgeno aparato). Visi dešimt *.mca failų, kurie buvo sukurti atliekant 10, 13 ir 16 punktus, įrašomi į USB laikmeną arba išsaugomi internetinėje talpykloje (el. pašte ir pan.) vėlesnei analizei. Be to, kiekvienas iš tų failų atidaromas su programa „MCA Lab“, optimizuojamos ašių ribos (didžiausias kanalo numeris turėtų būti maždaug 500 arba mažesnis) ir, naudojant programos „MCA Lab“ meniu komandą „File > Export Graph > Save as type“, kiekvienas grafikas įrašomas į „Windows Metafile“ formato failą (*.wmf). Pastarieji failai įkeliami į vieną Microsoft Word failą (mažiausiai po du grafikus viename puslapyje), naudojant Word meniu komandą „Insert > Picture > From File...“. Įterpiamos trumpos grafikų antraštės, kad būtų aišku, kas pavaizduota kiekviename iš dešimties grafikų. Word failas atspausdinamas. **Pastaba:** Spausdintuvas, kuris šiuo metu naudojamas laboratorijoje, nėra tinklo spausdintuvas. T. y. jis prijungtas ne tiesiogiai prie kompiuterinio tinklo, o prie kompiuterio, kuris prijungtas prie kompiuterinio tinklo. Prieš spausdinant reikia įsitikinti, kad tas kompiuteris yra įjungtas.

18. RF bandiniai sudedami į pirminę pakuotę ir grąžinami darbo vadovui arba laborantui.

19. Ant lapų su atspausdintais grafikais pasirašo darbo vadovas arba laborantas.