

Metody badań geologicznych

pracownia dyfraktometrii rentgenowskiej

scenariusz cz. 3



Fundusze Europejskie
Wiedza Edukacja Rozwój



**Rzeczpospolita
Polska**



**UNIwersytet JAGIELLOŃSKI
W KRAKOWIE**

Unia Europejska
Europejski Fundusz Społeczny





Projekt „PING Program Implementacji Nauk Geologicznych w Szkołach Podstawowych”
jest współfinansowany w ramach Unii Europejskiej z Europejskiego Funduszu Społecznego
POWR.03.01.00-00-T015/18



Fundusze Europejskie

Wiedza Edukacja Rozwój



Rzeczpospolita Polska



UNIwersytet JAGIELLOŃSKI
W KRAKOWIE



Unia Europejska

Europejski Fundusz Społeczny

Celem projektu jest nabycie i podniesienie kompetencji w zakresie aktywności zawodowej oraz poszerzenie wiedzy ogólnej z zakresu nauk geologicznych przez uczniów i uczennice podkrakowskich Szkół Podstawowych poprzez uczestnictwo w cyklu interaktywnych warsztatów.

Dofinansowanie projektu z UE: 890 496,70 zł.

Metody badań geologicznych ***pracownia dyfraktometrii rentgenowskiej*** scenariusz cz. 3

Dorota Salata, Klaudiusz Salamon

**Uniwersytet Jagielloński,
Wydział Geografii i Geologii, Instytut Nauk Geologicznych,
Kraków, ul. Gronostajowa 3a**

**Redakcja: Mariusz Kędzierski
Oprawa graficzna: Adam Wierzbicki**



Projekt „PING Program Implementacji Nauk Geologicznych w Szkołach Podstawowych” jest współfinansowany w ramach Unii Europejskiej z Europejskiego Funduszu Społecznego. POWR.03.01.00-00-T015/18

Imię i nazwisko osoby uczestniczącej w warsztatach:

.....





Wejście do pracowni
XRD.

Pracownia dyfraktometrii rentgenowskiej

Badania geologiczne skał często wymagają dokładnego rozpoznania minerałów je tworzących. Niestety nie zawsze jest to możliwe gołym okiem czy nawet przy użyciu mikroskopu. Naukowcy używają w tym celu wielu różnych technik i urządzeń. Jedną z nich jest dyfraktometria rentgenowska znana powszechnie jako XRD (skrót angielskiej nazwy *X-ray diffraction*). Przy pomocy dyfrakcji rentgenowskiej możemy badać wyłącznie kryształy (inaczej substancje krystaliczne), czyli ciała stałe mające uporządkowaną, regularną strukturę wewnętrzną. Substancje takie można sobie wyobrazić jako budowle poskładane z jednakowych, równo ułożonych cegieł. Podobnie zbudowana jest też tabliczka czekolady, wszystkie jej kostki są identyczne i jednakowo ułożone. Nieważne na który rząd kostek się spojrzy wszystkie są takie same. Oczywiście, poszczególne typy kryształów będą tworzone z innych „cegiełek”. Pojedynczy kryształ kwarcu będzie zbudowany z olbrzymiej liczby takich samych „cegiełek”, jednak będą one się różniły od „cegiełek” tworzących inny kryształ, np. kalcyt. Zarówno kwarc jak i kalcyt są minerałami, czyli jednym z typów kryształów. Wbrew pozorom, kryształ i minerał nie są tym samym. Zgodnie z definicją, minerał musi być kryształem i powstać w sposób naturalny w wyniku procesów geologicznych, bez udziału człowieka. Kryształy powstałe np. w fabrykach nie są więc minerałami. Geolodzy, jako osoby zajmujące się budową Ziemi, przy pomocy XRD badają najczęściej właśnie minerały lub skały, które zbudowane są przecież z minerałów. Dyfrakcja rentgenowska pozwala na szybką analizę jakościową i ilościową badanej próbki, zarówno pojedynczego minerału

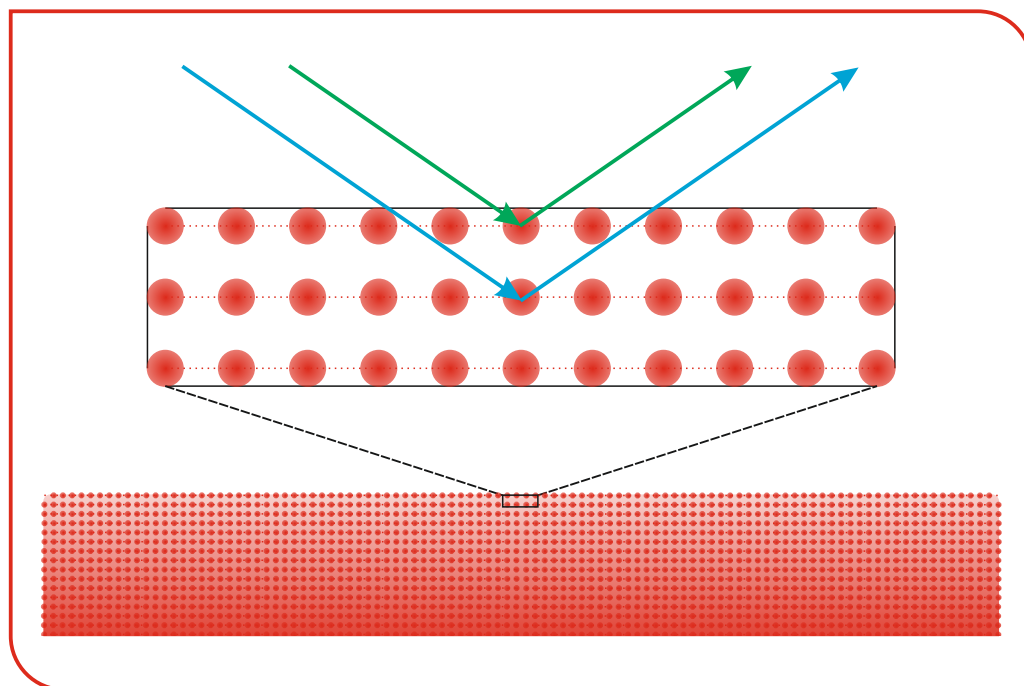
jak i całej skały. Analiza jakościowa pokaże, jakie minerały znajdują się w próbce, np. kwarc i kalcyt, natomiast analiza ilościowa pozwoli określić, ile jest w próbce każdego minerału, np. że kwarcu jest tyle samo, co kalcytu.

Dyfraktometria rentgenowska, jak sama nazwa wskazuje, wykorzystuje promieniowanie rentgenowskie, które głównie kojarzyć się może z prześwietlaniem połamanych kości. Promieniowanie rentgenowskie, nazywane również promieniowaniem X, jest jednym z wielu typów promieniowania, innymi są np. światło albo promienie używane w mikrofalówkach. Ważny jest natomiast sposób w jaki zachowuje się wiązka promieniowania rentgenowskiego wystrzelona w kierunku kryształu. Wbrew pozorom nie przejdzie ona po prostu na wylot, ale „ugnie się” na atomach. Zjawisko ugięcia, czyli zmiana kierunku wiązki promieniowania nazywane jest dyfrakcją, dlatego właśnie cała metoda nazywana jest dyfrakcją rentgenowską. Sposób ugięcia nie jest przypadkowy ale podlega pewnym prawom. Wytlumaczenie, dlaczego tak się dzieje jest oczywiście dosyć skomplikowane i do pełnego zrozumienia wymaga wiedzy, m.in. z fizyki czy krystalografii. Spróbujmy jednak. W uproszczeniu, ugięcie wiązki zależy od budowy wewnętrznej kryształu i kąta pod jakim wiązka pada na jego powierzchnię. Okazuje się, że przy niektórych kątach padania promieniowanie jest wzmacniane a przy innych wygaszane. Kąty te są różne dla poszczególnych kryształów (w tym i dla różnych minerałów). Obserwując przy których kątach padania promieniowanie jest wzmacniane można odkryć jak rozmieszczone są atomy i zidentyfikować badany kryształ. Jak widać, nawet tak ogólne wytłumaczenie jest skomplikowane.

Badanie techniką XRD odbywa się przy użyciu specjalnej maszyny zwanej dyfraktometrem rentgenowskim. Składa się on z lampy rentgenowskiej, uchwyty w którym umieszczamy próbki i detektora



Schemat ugięcia się wiązki promieni rentgenowskich na atomach kryształu - Prawo Bragga.





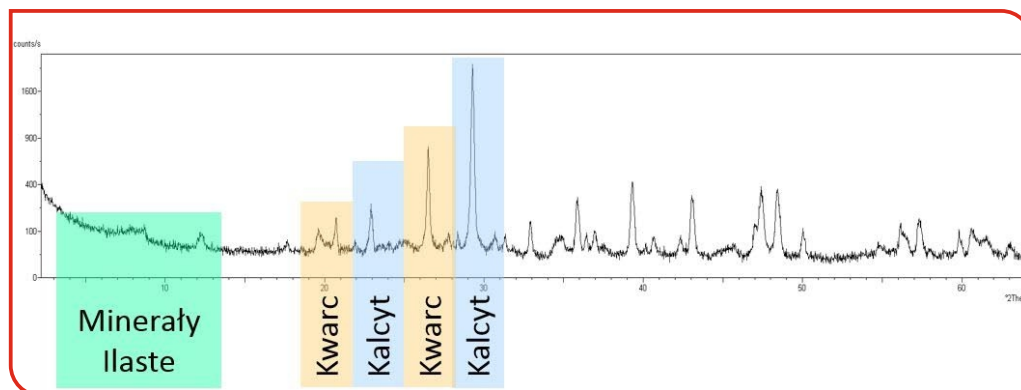
Zestaw do przygotowania dezorientowanych preparatów do XRD: moździerz oraz kuwety.

wykrywającego promieniowanie rentgenowskie po przejściu przez próbkę. Elementy te poruszają się względem siebie, co umożliwia mierzenie kątów przy których promieniowanie jest wzmacniane. Aby uzyskać jak najlepszy wynik badana próbka musi być bardzo drobno zmielona i zwykle płaska. Najczęściej uciera się ją w ręcznym moździerzu, a uzyskany proszek umieszcza w specjalnej metalowej kuwecie (tzw. preparat dezorientowany). Stosuje się również tzw. preparaty na szkiełku (preparaty orientowane). Zmieloną próbkę miesza się z wodą, rozprowadza po szkiełku mikroskopowym i czeka aż woda odparuje pozostawiając równą powierzchnię preparatu.

Współcześnie dyfraktometry połączone są z komputerem, który pozwala analizować wyniki oraz pomaga w ich interpretacji. W rezultacie badania powstaje wykres nazywany dyfraktogramem rentgenowskim.



Przykładowy dyfraktogram - graficzne przedstawienie wyników z analizy XRD.



Obserwując przebieg widocznej na nim linii możemy zidentyfikować poszczególne typy kryształów porównując je do idealnych, wzorcowych dyfraktogramów. Jak łatwo się jednak domyślić jeżeli w zmielonej próbce znajduje się wiele typów kryształów ich wykresy będą się na siebie nakładały, co nieco komplikuje odczytywanie wyników. Pomimo to XRD jest szybka i skuteczną metodą badania kryształów.

Zadanie 1: Przygotowanie próbek w kuwecie. Każda osoba uczestnicząca w zajęciach otrzymuje rękawiczki, maseczkę, gogle ochronne, fartuch, kuwetę na próbkę, szkiełko, moździerz oraz fragment skały. Przed pracą należy się odpowiednio ubrać w odzież ochronną. Następnie każda osoba otrzymuje niewielki fragment skały i pod opieką trenerów, powolutku rozciera go w moździerzu na jak najdrobniejszy proszek. Roztartą próbkę umieszcza się w kuwecie przy pomocy łyżeczki a jej powierzchnię wyrównuje szkiełkiem. Przygotowana w ten profesjonalny sposób próbka jest gotowa do badania.

Zadanie 2: Przygotowanie próbek na szkiełku. Każda osoba uczestnicząca w zajęciach otrzymuje rękawiczki, gogle ochronne,



Przygotowanie próbki skalnej do analizy XRD - kruszenie i ścieranie.



fartuch, szkiełko oraz pipetę. Trenerzy przygotowują zawiesinę zutartego materiału skalnego zmieszanego z wodą. Uczestnicy pobierają pipetą 3 ml zawiesiny, przenoszą ją na szkiełko. Zawiesinę rozprowadza się po całej jego powierzchni, tak aby pokryła szkiełko jednolitą, cienką warstewką. Zawiesina nie spływa dzięki działaniu napięcia powierzchniowego. Na koniec możemy delikatnie wstrząsnąć szkiełkiem utrzymując je w pozycji poziomej i odkładamy do wyschnięcia.

Po zakończeniu zadania 1 i 2 należy zdjąć odzież ochronną oraz dokładnie umyć ręce.

Zadanie 3: Analiza dyfraktogramów rentgenowskich. Uczestnicy zajęć zapoznają się z programem komputerowym służącym do interpretacji dyfraktogramów.

Opracowano na podstawie:

Bolewski, A., Kubisz, J. & Żabiński, W., 1981 Mineralogia ogólna. Wydawnictwa Geologiczne, Warszawa, s.434.



Ucieranie próbki
skały w moździerzu
ceramicznym.