

Úloha 24

Studium rentgenového záření

Rentgenové záření

Rentgenové záření je elektromagnetické záření, které se ve spektru elektromagnetického záření nachází mezi ultrafialovým zářením a zářením gama. Z hlediska vlnových délek neexistují mezi těmito druhy záření ostrá rozhraní; rozdíly jsou však v mechanismu jejich vzniku.

Nejrozšířenějším zdrojem rentgenového záření pro mikrostrukturní rentgenografii jsou vakuové trubice se zatavenými elektrodami (katodou a anodou), na něž je vložen rozdíl potenciálů ($10^3 \div 10^4$)V. Rentgenové paprsky vznikají při dopadu rychle se pohybujících elektronů ze žhavené katody na materiál anody. Podnětem k uvolnění záření jsou dva procesy:

- **Ionizace atomů.** Jsou-li uvolněny elektrony z vnitřních energetických hladin, obsadí jejich místo elektrony z hladin vyšších. Přejechy elektronů doprovází vznik kvanta rentgenového záření, které se projeví jako spektrální čára v charakteristickém spektru rentgenového záření. V důsledku diskretních energetických hladin elektronů v atomech je toto **spektrum čárové** (charakteristické).
- **Zabrzdnění elektronů** v elektrickém poli atomového jádra. Během tohoto procesu elektron odevzdá část nebo celou energii $E = hf$ ve formě záření frekvence f , h je Planckova konstanta. Při brzdění se mohou vyzářit fotony všech možných frekvencí a proto vzniklé **spektrum je spojité**. Toto záření se nazývá **brzdné záření**.

Spojité spektrum

Předpokládejme, že elektron je urychlován mezi dvojicí elektrod s rozdílem potenciálů U od několika tisíc voltů výše. Jestliže elektron energii na své dráze k anodě neztrácí, pak její hodnota dosáhne velikosti eU , kde e je náboj elektronu. Zabrzdněním se energie elektronu zmenší z hodnoty E_1 na hodnotu E_2 . Pokud rozdíl $E_1 - E_2$ přejde v energii zářivou, vznikne kvantum

$$hf = E_1 - E_2. \quad (1)$$

Ztratí-li elektron celou svou energii najednou ($E_2 = 0$), bude

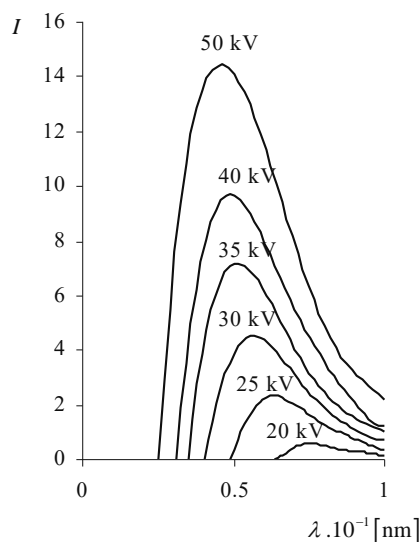
$$hf = E_1 = hf_{max} = eU = \frac{hc}{\lambda_{min}}, \quad (2)$$

z toho

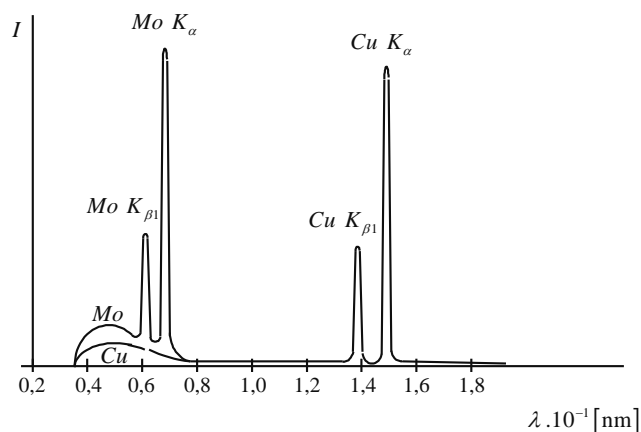
$$\lambda_{min} = \frac{hc}{eU}. \quad (3)$$

h je Planckova konstanta, c rychlost světla ve vakuu, e elementární náboj.

Mnohem častěji se elektron brzdí postupně. Při každé interakci s atomy anody ztrácí část své kinetické energie eU a vzniká několik fotonů s vlnovými délkami $\lambda > \lambda_{\min}$. Výsledkem je spojité spektrum s **ostrou krátkovlnnou hranicí** λ_{\min} . Zvýšíme-li rozdíl potenciálů U , dojde nejen ke zvětšení energie eU každého jednotlivého elektronu, ale zvětší se i počet srážek



Obr. 1 Průběh spojitého spektra při konstantním Z prvku anody a proměnném napětí U (kV)



Obr. 2 Část rentgenového spektra Mo a Cu při $U = 35$ kV, superpozice spektra spojitého a charakteristického

elektronů s atomy anody za jednotku času. Tím vzroste jak **spektrální** (hodnota intenzity odpovídající dané vlnové délce), tak **integrální** (plocha pod křivkou závislosti $I(\lambda)$) **intenzita** spojitého záření, přibližně platí $I \approx U^2$. Na obr.1 je uvedeno rozdělení celkové intenzity na jednotlivé vlnové délky pro wolfram ($Z=74$) při různém napětí. S růstem napětí U se posouvá krátkovlnná mez spektra a maximum intenzity.

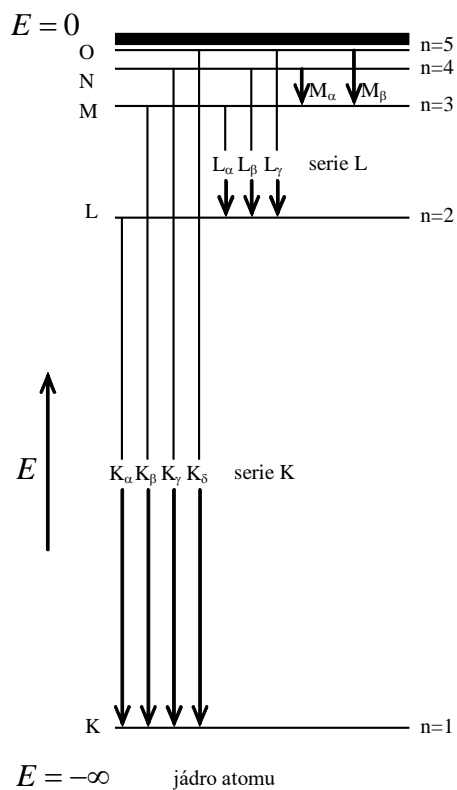
Charakteristické spektrum

Podmínkou vzniku čárového spektra rentgenového záření je uvolnění elektronu z některé vnitřní elektronové hladiny atomu anody.

- Prázdná místa obsadí elektron s vyšší energií E .
- Vlnová délka záření, které se při přechodu vyzáří, je určena rozdílem energií odpovídajících hladin charakteristických pro daný atom.
- Intenzita vznikajících spektrálních čar může být až o dva řády vyšší než intenzita jakékoliv linie spojitého spektra v tomtéž intervalu vlnových délek (obr. 2).

Charakteristická spektra jsou velmi jednoduchá a klasifikují se podle hladin, z nichž byl elektron uvolněn, jako série K, L, M... Linie série K dostaneme, došlo-li k uvolnění elektronu z hladiny K. Prázdné místo obsadí elektron z některé vyšší hladiny, např. L nebo M.

Jestliže je elektron z hladiny L nahrazen elektronem z hladin M, N, ..., vznikají linie série L (obr. 3).



Obr. 3 Vznik charakteristického rentgenového spektra

V rentgenové difrakční analýze se užívá nejintenzivnějších spektrálních linií série K, a to K_α a K_β . Vlnové délky příslušné těmto liniím pro některé prvky materiálu anody jsou uvedeny v tab.1.

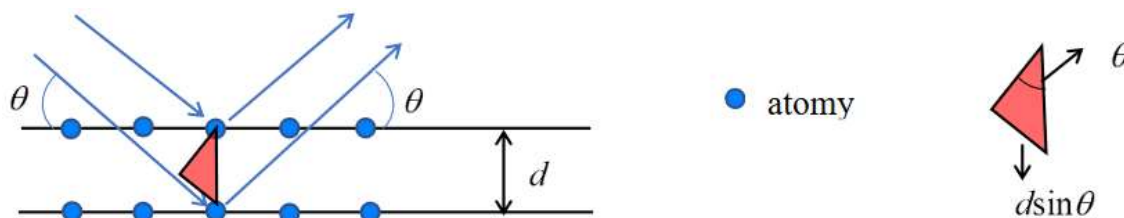
Tab.1 Vlnová délka linie K pro různé materiály

| Prvek | λK_α [nm] | λK_β [nm] |
|-------|-------------------------|------------------------|
| Mo | 0,071069 | 0,063225 |
| Cu | 0,154178 | 0,139217 |
| Co | 0,179021 | 0,162075 |
| Cr | 0,229092 | 0,208780 |

Atomová fyzika dovoluje vysvětlit nejen zákony určující vlnové délky, ale i vztahy intenzit linií jednoho a téhož spektra. Intenzivnější linie K_α odpovídá přechodům mezi bližšími energetickými hladinami než v případě slabší linie K_β . Volná místa v hladině K různých atomů jsou obsazována s větší pravděpodobností méně vzdálenými L-elektrony než M-elektrony.

Difrakce rentgenových paprsků na krystalech

Krystal představuje soubor rovin umístěných za sebou v určitých vzdálenostech. Při dopadu rentgenového záření na takovýto soubor rovin **každá rovina rozptýlí** jen malé množství záření, avšak výsledný rozptyl od velkého počtu rovin bude mít intenzitu dostatečně velkou pro pozorování. Můžeme tedy difrakci rentgenových paprsků na krystalech interpretovat jako odraz (reflexi) atomovými rovinami. **Reflexe však nastává pouze tehdy, mají-li vlny rozptýlené atomy v rovnoběžných rovinách stejnou fázi.**



Obr. 4 Odvození Braggovy rovnice

Dráhový rozdíl při rozptylu na sousedních rovinách musí být roven celistvému násobku vlnových délek (obr. 4):

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta . \quad (4)$$

Tento vztah se nazývá **Braggova rovnice**. Číslo n udává řád reflexe, θ je **Braggův úhel**, pod nímž dopadají paprsky na systém rovin (hkl) navzájem vzdálených o d_{hkl} . Není-li Braggova podmínka splněna, povedou fázové rozdíly vznikající při reflexi na velkém počtu rovin, které ozářený objem krystalu obsahuje, prakticky k úplnému vyhasnutí rozptýlených svazků.

Zadání:

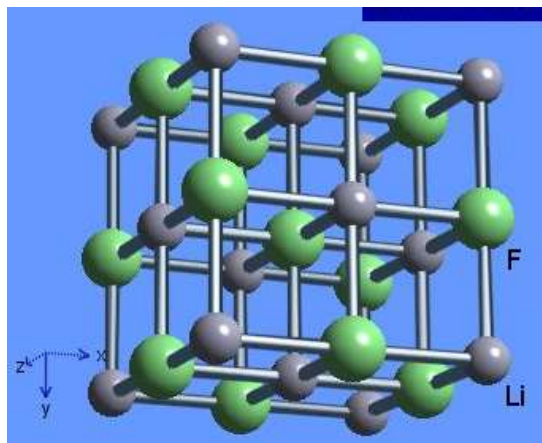
- 1) Proměřte úhlovou závislost intenzity I difraktovaného rentgenového záření při pevné orientaci monokrystalu LiF. Stanovte vlnovou délku λ , která splňuje Braggovu rovnici. Určete nejistotu λ .
- 2) Proměřte spektrum rentgenového záření při konstantním anodovém napětí rentgenové

lampy.

- 3) Stanovte Planckovu konstantu h a její nejistotu.
- 4) Určete vlnové délky spektrálních čar K_α a K_β , jim příslušné energie E_α, E_β v keV a jejich nejistoty. Porovnejte s hodnotami uvedenými v tabulce 1.

Teorie:

Krystalu LiF přísluší mřížka kubická plošně centrovaná, báze se skládá z iontu Li^+ a iontu F^- , které se nacházejí v polohách o souřadnicích 0,0,0 a 1/2,1/2,1/2. Základní buňka obsahuje tedy 8 iontů, z toho 4 ionty Li^+ a 4 ionty F^- . Krystal má tvar destičky s povrchovou plochou rovnoběžnou s rovinou (100). Vzdálenost sousedních rovin d_{100} systému (100) je $d_{100} = 0,201 \text{ nm}$.



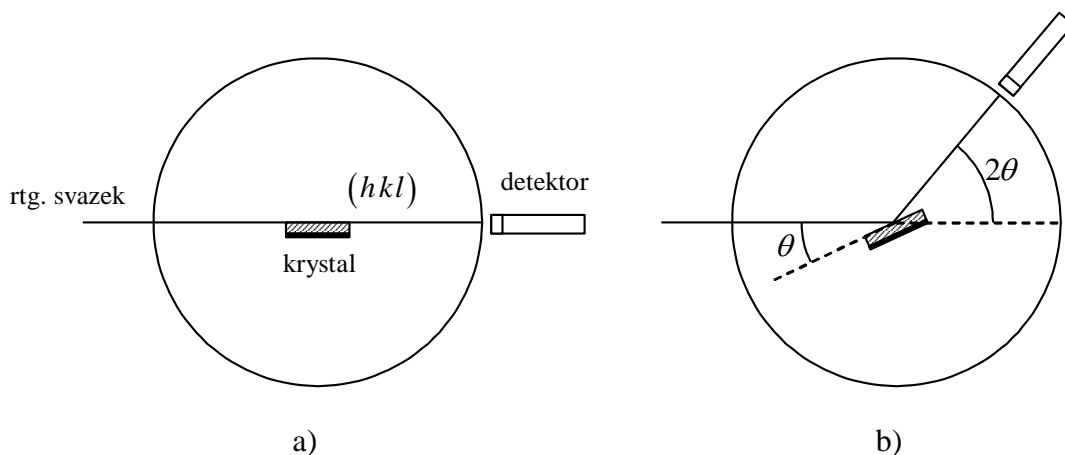
Obr. 5 Krystal LiF [1]

K registraci difraktovaných paprsků se používá speciální zařízení, které se nazývá **difraktometr**. Difraktometry využívají k registraci difrakčního obrazu ionizační detektory – zpravidla počítač Geigerův-Müllerův, proporcionalní nebo scintilační. Registrací počtu kvant rozptýlených v daném směru např. za jednotku času umožňuje difraktometrická metoda přímé měření závislosti intenzity $I(\theta)$ difraktovaného záření na úhlu θ .

Hlavními částmi difraktometru jsou goniometr (mechanismus zajišťující pohyb detektoru nebo vzorku a detektoru vzhledem k primárnímu svazku), zdroj záření a detektor spolu s odpovídající elektronickou i měřicí aparaturou. Ke studiu velkých monokrystalů deskového tvaru, tak jak je to v našem případě, se většinou používají dvoukruhové difraktometry.

Dvoukruhový difraktometr umožňuje otáčení krystalu a detektoru kolem společné osy a jeho princip je schematicky znázorněn na obr.5. Uvažujme nejprve monokrystal, který je ve výchozí poloze (obr. 6a)) orientován určitou osnovou rovin (hkl) rovnoběžně s primárním

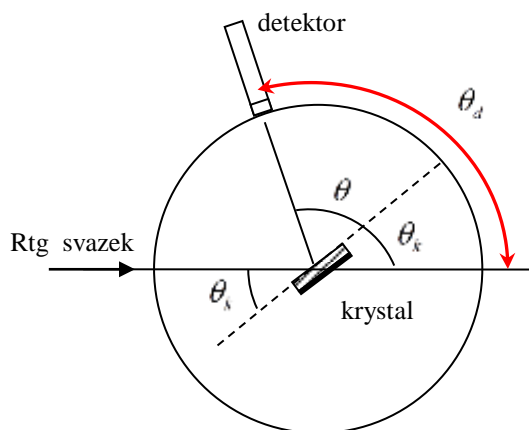
svazkem a osou goniometru (kolmá k nákresně). Při otočení krystalu o úhel $\omega = \theta$ kolem osy goniometru se poloha krystalu změní tak jak je uvedeno na obrázku 6b). Otáčením krystalu úhlovou rychlostí $\frac{d\theta}{dt}$ a detektoru úhlovou rychlostí $2\frac{d\theta}{dt}$ bude automaticky zajištěno, že se detektor bude nacházet vždy ve správné poloze, aby postupně registroval reflexe od uvažované soustavy rovin (hkl) .



Obr. 6 Princip dvoukruhového difraktometru

Měření

- Při měření **úhlu 1** krystal LiF svírá se směrem dopadajícího paprsku **pevný úhel** θ_k , úhel mezi detektorem a dopadajícím paprskem θ_d se s časem **mění**. Proměřujeme závislost intenzity I na úhlu $\theta = \theta_d - \theta_k$ (obr. 7)



Obr. 7 Orientace úhlu na difraktometru

- Při měření **úkolu 2** se krystal LiF otáčí úhlovou rychlostí $\omega_k = \frac{d\theta}{dt}$, detektor úhlovou rychlostí $\omega_d = 2 \frac{d\theta}{dt}$. Proměříme závislost $I(\theta)$.
- Anoda rentgenové lampy je z molybdenu (Mo). K určení energií E_α, E_β a Planckovy konstanty h použijeme vztahů (2), (3).

Nejistoty měření

Vlnová délka je nepřímě měřená veličina, kterou určíme ze vztahu (4) pomocí změřeného úhlu θ (ze záznamu spektra v programu na PC). Nejistotu typu B u_λ určete podle teorie (text “Nejistoty nepřímého měření“, vztah (5)). Chyba v určení úhlu θ je dána výrobcem $\kappa_\theta = 0,1^\circ$, předpokládejte, že $\sin \theta \approx \theta$. Rozdělení pravděpodobnosti výskytu hodnot θ mezi krajními mezemi považujte za rovnoměrné ($\chi = \sqrt{3}$).

Nejistotu Planckovy konstanty určíme ze vztahu (3), kde relativní nejistotu $u_{r,U}$ napětí U položíme rovnu 0,5 %.

Literatura:

[1] https://www.webelements.com/compounds/lithium/lithium_fluoride.html