

## Zadání

### Pracovní úkol

1. Ze zadané hustoty krystalu fluoridu lithného určete vzdálenost  $d$  hlavních atomových rovin.
2. Proměřte úhlovou závislost intenzity difraktovaného rentgenového záření při pevné orientaci krystalu.
3. Proměřte spektrum rentgenového záření při konstantním anodovém napětí rentgenky  $U_a = 20kV$ .
4. Z mezní hodnoty energie spojitého spektra určete Planckovu konstantu, porovnejte s tabelovanou hodnotou. Určete vlnové délky čar  $K_\alpha$ ,  $K_\beta$  (porovnejte s tabelovanými hodnotami), spočtete jejich vlnočty a odpovídající energetické rozdíly vyjádřete v keV. Určete konstanty stínění.

### Pomůcky

školní rentgenový přístroj Phywe, mikroampérmetr

## Teoretický úvod<sup>1</sup>

Rentgenové záření generujeme pomocí rentgenové trubice (rentgenky). V evakuované baňce jsou umístěny katoda a anoda. Katoda je žhavana elektrickým proudem a díky němu se z ní uvolňují elektrony. Ty jsou urychlovány anodovým napětím  $U_a$ . V místě jejich dopadu na anodu vzniká rentgenové záření.

Vznikající záření lze rozložit na dvě složky: brzdné záření a charakteristické záření. Brzdné záření vzniká při brzdění dopadajících elektronů v elektrických polích atomových jader materiálu anody. Jeho spektrum je spojitě. Na krátkovlnné straně klesá intenzita spektra ostře k nule a od tzv. mezní vlnové délky  $\lambda_m$  směrem ke kratším vlnovým délkám je nulová. Mezní hodnota  $\lambda_m$  odpovídá případu, kdy elektron předává celou svou energii  $E$  vznikajícímu záření. Pro odpovídající kmitočet  $\nu_m$  platí tedy vztah:

$$hf_m = \frac{hc}{\lambda_m} = eU_a, \quad (1)$$

kde  $c = 299792458 \text{ ms}^{-1}$  je rychlost světla,  $e = 1,602 \cdot 10^{-19} \text{ C}$  elementární náboj a  $h = 6,626176 \cdot 10^{-34} \text{ Js}$  Planckova konstanta.

Charakteristické záření má naopak čárové spektrum a závisí na materiálu anody. Mají-li elektrony dopadající na anodu dostatečnou energii, mohou vyrazit elektron z nižší energetické hladiny. Na prázdné místo potom přeskochí elektrony z vyšších hladin za současného vyzáření fotonu charakteristického záření. V rtg. spektroskopii zavádíme označení  $K_\alpha$  pro čáru, která odpovídá přeskoku z hladiny s hlavním kvantovým číslem  $n = 2$  na hladinu  $n = 1$ , a  $K_\beta$  pro čáru, která odpovídá přeskoku z hladiny  $n = 3$  na hladinu  $n = 1$ . Vlnočty jednotlivých čar lze počítat jako rozdíly rentgenových termů atomu. Z Bohrovy teorie a s použitím vhodné korekce platí vztah:

$$\nu_{12} = R(Z - s)^2 \left( \frac{1}{n_2^2} - \frac{1}{n_1^2} \right), \quad (2)$$

kde  $R = 10973732 \text{ m}^{-1}$  je Rydbergova konstanta,  $Z$  atomové číslo prvku a  $s$  korekční člen, nazývaný jako stínící konstanta. Vyjadřuje vliv náboje ostatních elektronů, které odstiňují vliv jádra.

Při dopadu rtg. záření na krystalickou látku dochází k jeho difrakci. Dle Braggovy teorie difragovaný paprsek vzniká odrazem od určité soustavy rovnoběžných rovin, v nichž jsou atomy v krystalu uspořádány. Odraz se řídí zákonem odrazu. Paprsek difraktovaný z jedné roviny získává oproti paprsku difraktovanému ze sousední roviny fázový náběh  $\delta = 2d \sin \alpha$ , kde  $d$  je vzájemná vzdálenost rovin a  $\alpha$  úhel, který svírá dopadající paprsek s rovinou krystalu. Paprsky difraktované různými rovinami se tedy skládají ve fázi, je-li splněna tzv. Braggova podmínka  $2d \sin \alpha = k\lambda$ ,

kde  $\lambda$  je vlnová délka a  $k$  řád interference.

Vzdálenost  $d$  rovin lze určit z hustoty krystalu  $\rho$  s použitím atomových hmotností  $A_{r_i}$  jednotlivých prvků a Avogadrovy konstanty  $N_A = 6,022 \cdot 10^{23} \text{ mol}^{-1}$ . Na jednotku objemu připadá látkové množství  $n = \frac{\rho}{\sum_i A_{r_i}}$ , což je  $N = nN_A$  částic. Máme-li kubickou plošně centrovanou soustavu, bude na hraně krychle  $\sqrt[3]{2N}$  atomů. Vzdálenost mezi atomy je tedy:

$$d = \frac{1}{\sqrt[3]{2N}} = \frac{1}{\sqrt[3]{2 \frac{\rho}{\sum_i A_{r_i}} N_A}} \quad (4)$$

---

<sup>1</sup> Napsáno na základě [1], hodnoty konstant vyhledány ve [2]

## Výsledky měření

### Určení vzdálenosti hlavních atomových rovin

Pro měření byl použit krystal  $LiF$ , který tvoří kubickou plošně centrovanou mřížku. Hustota tohoto krystalu je dle [1]:  $\rho = 2601 \text{ kg m}^{-3}$

Atomové hmotnosti jednotlivých prvků jsou dle [3]:

$$A_{r_{Li}} = 6,941 \text{ g mol}^{-1}$$

$$A_{r_F} = 18,998403 \text{ g mol}^{-1}$$

Dle vztahu (4) je tedy vzdálenost  $d$  hlavních atomových rovin:

$$d = 2,023 \cdot 10^{-10} \text{ m}$$

### Měření úhlové závislosti intenzity difraktovaného rtg-záření při pevné orientaci krystalu

K měření rtg-záření byl použit přístroj Phywe, ve kterém je difraktované záření detekováno Geigerovým-Müllerovým počítačem.

Na anodě rentgenky bylo nastaveno napětí pomocí děliče napětí složeným z přesných odporů  $100 \text{ M}\Omega$  a  $100 \text{ k}\Omega$ . Ke svorkám menšího odporu byl připojen mikroampérmetr s malým vnitřním odporem a třídou přesnosti 1,5. Na mikroampérmetru byl udržován proud

$I = (0,200 \pm 0,009) \text{ mA}$  (měřený při rozsahu  $0,6 \text{ mA}$ , jeho chyba je určena z třídy přesnosti).

Anodové napětí tedy dle Ohmova zákona bylo  $U_a = (20 \pm 0,9) \text{ kV}$ .

Byla nastavena pevná orientace krystalu:  $\alpha = 14^\circ$ . Úhel  $\theta$  natočení GM počítače byl měněn od  $10^\circ$  do  $50^\circ$  s krokem  $2^\circ$ . V okolí  $28^\circ$  (teoretické maximum) byl tento krok zjemněn. Chyba nastavování úhlu  $\theta$  je stanovena na  $0,2^\circ$ .

Intenzita rtg-záření je úměrná počtu částic zaznamenaných GM počítačem za danou dobu. Při experimentu byly částice detekovány po dobu  $40 \text{ s}$ . Počet zaznamenaných částic GM počítačem je však pravděpodobnostního charakteru a řídí se Poissonovým rozdělením. Chyba intenzity je tedy stanovena jako odmocnina z naměřené hodnoty. Pro kontrolu byly některé hodnoty intenzity naměřeny pro jeden úhel  $\theta$  vícekrát a výsledná intenzita je dána jejich aritmetickým průměrem.

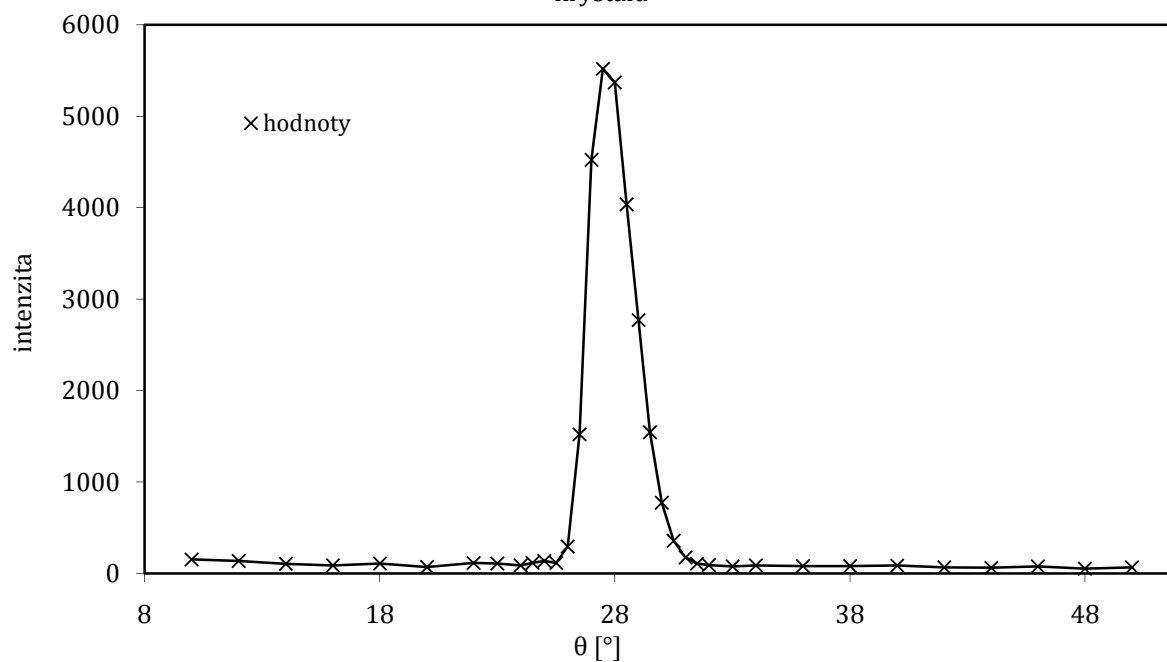
Naměřené intenzity rtg-záření pro dané úhly  $\theta$  jsou uvedeny v *Tab. 1* a dále vyneseny do *Grafu 1* a propojeny křivkou.

$\theta [^\circ]$	intenzita					
	měření 1	měření 2	měření 3	měření 4	průměr	chyba
10,0	156	-	-	-	156	12
12,0	136	-	-	-	136	12
14,0	105	-	-	-	105	10
16,0	92	100	74	-	89	9
18,0	108	-	-	-	108	10
20,0	70	-	-	-	70	8
22,0	118	-	-	-	118	11
23,0	108	-	-	-	108	10
24,0	87	-	-	-	87	9
24,5	117	-	-	-	117	11
25,0	138	-	-	-	138	12
25,5	118	-	-	-	118	11
26,0	294	-	-	-	294	17
26,5	1524	-	-	-	1524	39
27,0	4522	-	-	-	4522	67
27,5	5521	-	-	-	5521	74
28,0	5646	5339	5343	5142	5368	73

28,5	4035	-	-	-	4035	64
29,0	2774	-	-	-	2774	53
29,5	1543	-	-	-	1543	39
30,0	774	-	-	-	774	28
30,5	358	-	-	-	358	19
31,0	175	-	-	-	175	13
31,5	111	-	-	-	111	11
32,0	91	-	-	-	91	10
33,0	77	-	-	-	77	9
34,0	89	-	-	-	89	9
36,0	81	-	-	-	81	9
38,0	80	-	-	-	80	9
40,0	90	-	-	-	90	9
42,0	66	-	-	-	66	8
44,0	65	-	-	-	65	8
46,0	78	-	-	-	78	9
48,0	54	-	-	-	54	7
50,0	66	-	-	-	66	8

Tab. 1: Hodnoty pro proměření úhlová závislost intenzity difraktovaného rtg-záření při pevné orientaci krystalu

Graf 1: Úhlová závislost intenzity difraktovaného rtg-záření při pevné orientaci krystalu



## Měření spektra rentgenového záření při konstantním anodovém napětí

Měření spektra rtg-záření probíhalo obdobně jako měření úhlové závislosti intenzity. Tedy:

Anodové napětí:  $U_a = (20,0 \pm 0,9) \text{ kV}$

Měřicí doba počítače:  $t = 40 \text{ s}$

Úhel  $\alpha$  natočení krystalu byl měněn od  $5^\circ$  do  $30^\circ$  s krokem  $0,5^\circ$ . Úhel  $\theta$  natočení GM počítače byl nastavován jako  $\theta = 2\alpha$ . Chyba nastavování úhlu  $\theta$  je stanovena na  $0,2^\circ$ . Dle vzorce (3), kde položíme  $k = 1$ , je pak pro každý úhel natočení krystalu  $\alpha$  vypočtena vlnová délka  $\lambda$ . Její chyba je určena metodou přenosu chyb dle [4].

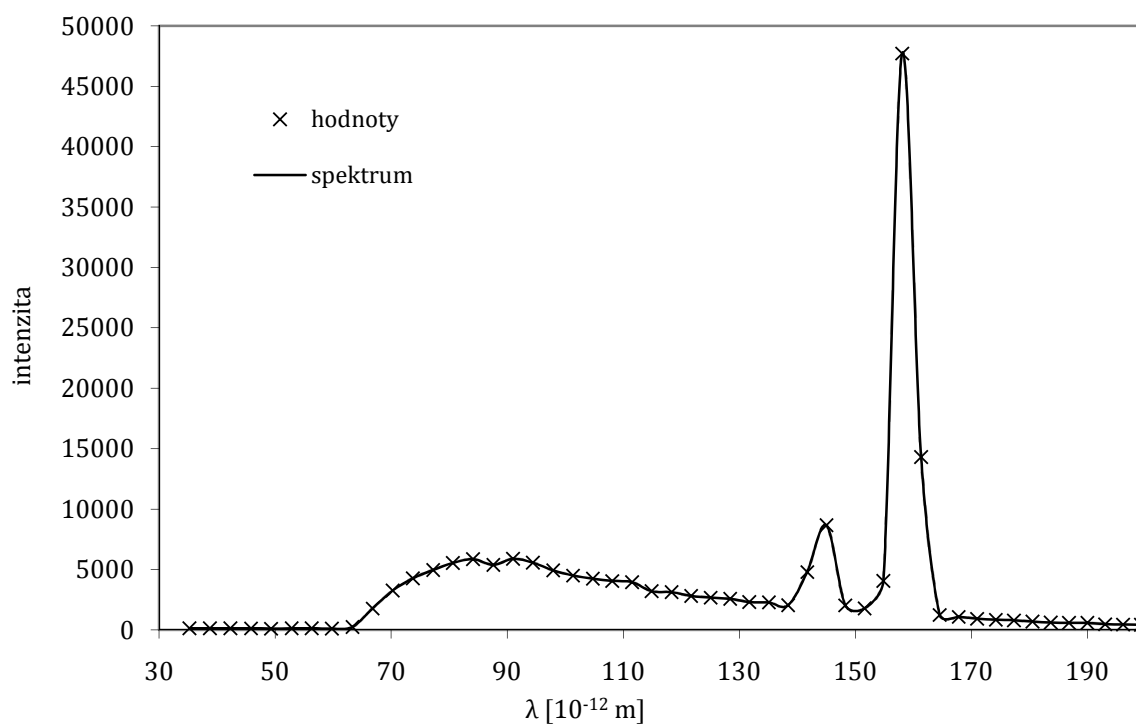
Naměřené hodnoty úhlu  $\alpha$  natočení krystalu a jim příslušné intenzity a vlnové délky  $\lambda$  jsou uvedeny v *Tab. 2* a závislost na intenzity na vlnové délce je znázorněna v *Grafu 2*.

$\alpha [^\circ]$	intenzita					$\lambda [\text{nm}]$	
	měření 1	měření 2	měření 3	průměr	chyba	hodnota	chyba
5,0	142	-	-	142	12	0,035	0,001
5,5	144	-	-	144	12	0,039	0,001
6,0	136	-	-	136	12	0,042	0,001
6,5	149	-	-	149	12	0,046	0,001
7,0	122	-	-	122	11	0,049	0,001
7,5	134	-	-	134	12	0,053	0,001
8,0	133	-	-	133	12	0,056	0,001
8,5	110	-	-	110	10	0,060	0,001
9,0	243	-	-	243	16	0,063	0,001
9,5	1796	-	-	1796	42	0,067	0,001
10,0	3261	-	-	3261	57	0,070	0,001
10,5	4264	-	-	4264	65	0,074	0,001
11,0	4962	-	-	4962	70	0,077	0,001
11,5	5534	-	-	5534	74	0,081	0,001
12,0	5856	-	-	5856	77	0,084	0,001
12,5	5384	-	-	5384	73	0,088	0,001
13,0	5895	-	-	5895	77	0,091	0,001
13,5	5575	-	-	5575	75	0,094	0,001
14,0	4938	-	-	4938	70	0,098	0,001
14,5	4526	-	-	4526	67	0,101	0,001
15,0	4248	-	-	4248	65	0,105	0,001
15,5	4070	-	-	4070	64	0,108	0,001
16,0	3946	-	-	3946	63	0,112	0,001
16,5	3212	-	-	3212	57	0,115	0,001
17,0	3123	-	-	3123	56	0,118	0,001
17,5	2819	-	-	2819	53	0,122	0,001
18,0	2695	-	-	2695	52	0,125	0,001
18,5	2571	-	-	2571	51	0,128	0,001
19,0	2311	-	-	2311	48	0,132	0,001
19,5	2278	-	-	2278	48	0,135	0,001
20,0	2041	-	-	2041	45	0,138	0,001
20,5	4814	-	-	4814	69	0,142	0,001
21,0	8736	8532	8714	8661	93	0,145	0,001
21,5	2056	-	-	2056	45	0,148	0,001
22,0	1780	-	-	1780	42	0,152	0,001
22,5	4061	-	-	4061	64	0,155	0,001
23,0	47730	47563	47924	47739	218	0,158	0,001
23,5	14304	-	-	14304	120	0,161	0,001

24,0	1260	-	-	1260	35	0,165	0,001
24,5	1102	-	-	1102	33	0,168	0,001
25,0	946	-	-	946	31	0,171	0,001
25,5	862	-	-	862	29	0,174	0,001
26,0	812	-	-	812	28	0,177	0,001
26,5	702	-	-	702	26	0,181	0,001
27,0	620	-	-	620	25	0,184	0,001
27,5	595	-	-	595	24	0,187	0,001
28,0	588	-	-	588	24	0,190	0,001
28,5	496	-	-	496	22	0,193	0,001
29,0	466	-	-	466	22	0,196	0,001
29,5	427	-	-	427	21	0,199	0,001
30,0	383	-	-	383	20	0,202	0,001

Tab. 2: Hodnoty pro proměření spektra rtg-záření při konstantním anodovém napětí

Graf 2: Spektrum rtg-záření při konstantním anodovém napětí



## Výpočty

Mezní hodnotu vlnové délky  $\lambda_m$  je určena z *Grafu 2* a *Tab. 2*:  $\lambda_m = (0,063 \pm 0,001)nm$ . V *Tab. 2* je tato hodnota znázorněna světle šedě. Planckovu konstantu  $h$  vypočteme ze vztahu (1) a její chyba stanovíme metodou přenosu chyb dle [4]:

$$h = (6,8 \pm 0,2) \cdot 10^{-34} Js$$

Vlnové délky čar  $K_\alpha$ ,  $K_\beta$  jsou určeny z *Grafu 2* a *Tab. 2*. V *Grafu 2* to jsou vlnové délky odpovídající peakům intenzit. V *Tab. 2* jsou tyto hodnoty označeny tmavě šedě:

$$K_\alpha = (0,158 \pm 0,001)nm$$

$$K_\beta = (0,145 \pm 0,001)nm$$

Dle [5] by tyto vlnové délky pro měď, z níž je vyrobena anoda, měly být:

$$K_\alpha = 0,154 nm$$

$$K_\beta = 0,139 nm$$

Vlnověť  $\nu$  se dle [6] vypočte jako  $\nu = \frac{1}{\lambda}$  a energii  $E$  lze určit ze vztahu  $E = \frac{hc}{\lambda}$  (viz též vztah (1)).

Pro převod energie z  $J$  na  $eV$  vydělíme energii udanou v Joulech elementárním nábojem  $e$ . Pro čáry  $K_\alpha$ ,  $K_\beta$  vychází:

$$\nu_\alpha = (6,33 \pm 0,05) \cdot 10^9 m$$

$$\nu_\beta = (6,90 \pm 0,06) \cdot 10^9 m$$

$$E_\alpha = (7,84 \pm 0,06) keV$$

$$E_\beta = (8,55 \pm 0,07) keV$$

Chyby jsou stanoveny metodou přenosu chyb dle [4].

Konstanty stínění  $s$  jsou vypočteny ze vztahu (2) a jejich chyby určeny metodou přenosu chyb dle [4]. Atomové číslo materiálu anody (měď) je 29:

$$s_\alpha = (1,3 \pm 0,1)$$

$$s_\beta = (2,4 \pm 0,1)$$

## Diskuse výsledků

Při měření závislostí vznikaly nepřesnosti díky chybám v určení úhlů  $\alpha$  a  $\theta$ , neboť na použité stupnici bylo možné odečítat hodnoty jen po stupních. Tuto chybu jsme stanovili na  $0,2^\circ$ . Další odchylky vznikaly kvůli nepřesnostem GM počítače, kde mají naměřené hodnoty pravděpodobnostní charakter (řídí se Poissonovým rozdělením) a není tedy možné přesně stanovit měřenou veličinu. Chyba měření je stanovena jako odmocnina z naměřené hodnoty. Pro eliminaci chyby byly hodnoty v místech očekávaného maxima naměřeny vícekrát a výsledná hodnota stanovena aritmetickým průměrem. Výpočtem směrodatných odchylek těchto opakovaných měření můžeme říct, že stanovení chyby odmocninou je dobré. Například u první opakovaně měřené hodnoty (viz Tab. 1, úhel  $\theta = 16^\circ$ ) vychází směrodatná odchylka 11 a chyba vypočtená odmocninou je 9, nebo pro hodnoty odpovídající čáře  $K_\beta$  (viz Tab. 2, úhel  $\alpha = 21^\circ$ ) je směrodatná odchylka 91 a chyba vypočtená odmocninou 93.

Při úhlové závislosti byla naměřena maximální hodnota (5521) pro úhel natočení krystalu  $\alpha = 27,5^\circ$  (viz Tab. 1 a Graf 1), což po uvážení všech chyb odpovídá očekávání. Téměř stejně velká intenzita (5368) byla naměřena také pro úhel  $\alpha = 28^\circ$ , což je teoretické maximum, a chyba počítače, jak již bylo uvedeno, je velká. Skutečné maximum může tedy opravdu nastávat pro tento úhel.

Naměřené spektrum rtg-záření se rovněž dobře shoduje s teorií (viz Graf 2). Pro nejkratší vlnové délky je intenzita nulová, od hodnoty  $\lambda_m$  vzroste a pozorujeme spojitě spektrum brzdného záření. Z charakteristického záření pozorujeme dvě čáry v podobě peaků pro vlnové délky  $K_\alpha$ ,  $K_\beta$ . Hodnota Planckovy konstanty  $h$  vypočtená z mezní vlnové délky  $\lambda_m$  se v rámci chyby shoduje s tabelovanou hodnotou. Naměřené hodnoty vlnových délek čar  $K_\alpha$ ,  $K_\beta$  jsou o něco vyšší než hodnoty udané tabulkami. Tato neshoda mohla vzniknout jednak výše popsány chybami měřicí metody a jednak mírnou odlišností materiálu anody od materiálu (měď), pro nějž jsou hodnoty v tabulkách udány.

## Závěr

Ze zadané hustoty krystalu fluoridu lithného jsme určili vzdálenost  $d$  od hlavních atomových rovin:  $d = 2,023 \cdot 10^{-10} m$

Proměřili jsme úhlovou závislost intenzity difraktovaného rentgenového záření při pevné orientaci krystalu. Tato závislost je znázorněna v Grafu 1.

Proměřili jsme spektrum rentgenového záření při konstantním anodovém napětí rentgenky. Toto spektrum je znázorněno v Grafu 2.

Z mezní hodnoty energie spojitěho spektra jsme určili Planckovu konstantu a porovnali s tabelovanou hodnotou:

$$h = (6,8 \pm 0,2) \cdot 10^{-34} Js, \text{ tabelovaná hodnota: } h = 6,6 \cdot 10^{-34} Js$$

Určili jsme vlnové délky čar  $K_\alpha$ ,  $K_\beta$  a porovnali je s tabelovanými hodnotami:

$$K_\alpha = (0,158 \pm 0,001) nm, \text{ tabelovaná hodnota: } K_\alpha = 0,154 nm$$

$$K_\beta = (0,145 \pm 0,001) nm, \text{ tabelovaná hodnota: } K = 0,139 nm$$

Spočetli jsme jejich vlnočty  $\nu$ , energetické rozdíly  $E$  a určili konstanty stínění  $s$ :

$$\nu_\alpha = (6,33 \pm 0,05) \cdot 10^9 m$$

$$\nu_\beta = (6,90 \pm 0,06) \cdot 10^9 m$$

$$E_\alpha = (7,84 \pm 0,06) keV$$

$$E_\beta = (8,55 \pm 0,07) keV$$

$$s_\alpha = (1,3 \pm 0,1)$$

$$s_\beta = (2,4 \pm 0,1)$$



## Seznam použité literatury

- [1] I. Pelant a kol.: Fyzikální praktikum III – Optika, MATFYZPRESS, Praha 2005
- [2] <http://www.converter.cz/prevody/konstanty.htm> (15. 4. 2013)
- [3] J. Mikulčák, J. Charvát, M. Macháček, F. Zemánek: Matematické, fyzikální a chemické tabulky a vzorce pro střední školy, PROMETHEUS, Praha 2007
- [4] J. English: Základy zpracování fyzikálních měření, Praha 2006
- [5] J. Brož, V. Roskovec, M. Valouch: Fyzikální a matematické tabulky, SNTL, Praha 1980
- [6] [http://web.ft.utb.cz/cs/docs/FTIR\\_absorp\\_n\\_spektrometrie\\_\\_\\_KBr\\_transmisn\\_\\_a\\_ATR\\_metody.pdf](http://web.ft.utb.cz/cs/docs/FTIR_absorp_n_spektrometrie___KBr_transmisn__a_ATR_metody.pdf) (15. 4. 2013)