

**Pracovní úkol:**

- 1) S využitím krystalu LiF jako analyzátoru proved'te měření následujících rentgenových spekter:
  1. Rentgenka s Cu anodou.
    - proměřte krátkovlnné oblasti spekter brzdného záření při napětích 15 kV, 25 kV, 33 kV. K měření používejte tyto parametry: clonu o průměru 1 mm, interval Braggova úhlu pro 15 kV ( $10^\circ - 15^\circ$ ) s krokem  $0,2^\circ$  a dobou expozice 8 s a pro ostatní napětí interval Braggova úhlu ( $3^\circ - 10^\circ$ ) s krokem  $0,2^\circ$  a dobou expozice 8 s;
    - proměřte charakteristická spektra rentgenky při napětích 15 kV a 33 kV. K měření používejte tyto parametry: clonu o průměru 1 mm, interval Braggova úhlu ( $15^\circ - 30^\circ$ ) s krokem  $0,1^\circ$  a dobou expozice 2 s;
    - poměřte tvar spektra s Zr absorbérem. K měření používejte tyto parametry: clonu s Zr absorbérem tloušťky 0,05 mm, interval Braggova úhlu ( $3^\circ - 30^\circ$ ) s krokem  $0,1^\circ$  a dobou expozice 2 s;
    - poměřte tvar spektra s Ni absorbérem. K měření používejte tyto parametry: clonu s Ni absorbérem tloušťky 0,01 mm, interval Braggova úhlu ( $3^\circ - 30^\circ$ ) s krokem  $0,1^\circ$  a dobou expozice 2 s;
  2. Rentgenka s Fe anodou
    - poměřte charakteristické spektrum rentgenky při napětí 33 kV. K měření používejte tyto parametry: clonu o průměru 1 mm, interval Braggova úhlu ( $3^\circ - 30^\circ$ ) s krokem  $0,1^\circ$  a dobou expozice 2 s;
    - poměřte tvar spektra s Ni absorbérem. K měření používejte tyto parametry: clonu s Zr absorbérem tloušťky 0,05 mm, interval Braggova úhlu ( $3^\circ - 30^\circ$ ) s krokem  $0,1^\circ$  a dobou expozice 5 s;
  3. Rentgenka s Mo anodou.
    - Proměřte charakteristické spektrum rentgenky při napětí 33 kV. K měření používejte tyto parametry: clonu o průměru 1 mm, interval Braggova úhlu ( $3^\circ - 35^\circ$ ) s krokem  $0,1^\circ$  a dobou expozice 5s.
  4. Rentgenka s Cu anodou.
    - proměřte charakteristické spektrum rentgenky při napětích 33 kV/0,5 mA V intervalu Braggova úhlu ( $42^\circ - 52^\circ$ ). K měření používejte tyto parametry: clonu o průměru 1 mm, interval Braggova úhlu ( $42^\circ - 52^\circ$ ) s krokem  $0,1^\circ$  a dobou expozice 2 s;
- 2) Interpretujte naměřené výsledky (pro mezirovinnou vzdálenost krystalu LiF používejte hodnotu  $d = 204,1$  pm):
  1. Krátkovlnná mez brzdného záření
    - Ze změřených mezních vlnových délek (respektive frekvencí) určete hodnotu Planckovy konstanty a oceňte přesnost měření
  2. Moseleyův zákon
    - Přesvědčete se, že naměřené úhlové frekvence spektrálních čar  $K_\alpha$  a  $K_\beta$  pro různé prvky splňují Moseleyův zákon. Ze směrnice příslušné závislosti určete hodnotu Rydbergovy úhlové frekvence a využitím této hodnoty určete též průměrnou hodnotu stínící konstanty.
    - Přesvědčete se, že i naměřené polohy absorpčních hran Zr a Ni splňují Moseleyův zákon.
    - Všimněte si, že absorpční hrana Ni koinciduje se spektrální čarou  $K_\beta$  mědi; této skutečnosti se využívá v rentgenové difrakto grafii pro monochromatizaci charakteristického spektra mědi. Z provedeného měření určete filtrační efekt niklu pro čaru  $K_\beta$ .
  3. Úhlová disperze
    - Ze změřených spekter molybdenu určete velikost úhlové disperze pro různé řády difrakce.

## Teorie:

Rentgenové záření je elektromagnetické vlnění s vlnovými délkami v intervalu 0,001 – 5 nm. Interval vlnových délek rentgenového záření se na spodní hranici částečně překrývá s intervalem vlnových délek  $\gamma$  záření. Jednotlivé druhy záření rozlišujeme podle způsobu vzniku:  $\gamma$  záření vzniká při jaderných dějích a rentgenové záření v elektronovém obalu atomu.

U rentgenového záření rozlišujeme dva druhy spekter. První je spektrum spojitě, vznikající při brzdění elektronů v látce, kdy mohou vznikat všechny fotony s energií od nulové po určitou horní mez (danou energií elektronů). Je-li kinetická energie elektronů  $E_k = eU_a$ , kde  $e$  je náboj elektronu a  $U_a$ , urychlovací napětí rentgenky, platí pro minimální vlnovou délku  $\lambda_m$  fotonů:

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

kde  $h$  je Planckova konstanta a  $c$  rychlost světla. Toto spektrum je nezávislé na materiálu anody.

Druhým typem spektra je spektrum charakteristické, které vzniká fotoefektem na vnitřních energetických hladinách elektronového obalu. Některé elektrony na těchto hladinách mohou být vyraženy urychlenými elektrony a na uvolněná místa přeskakují elektrony z vyšších hladin za současného uvolnění energie prostřednictvím rentgenového záření (elektron může být vyražen i z vyšší hladiny, ale při přeskoku se neuvolní tolik energie, aby vznikl foton, který můžeme v této úloze detekovat), spektrum je tedy charakteristické pro každý druh materiálu. Pro vazebnou energii elektronu platí:

$$E_n = -\frac{m_e e^4}{8\varepsilon_0^2 h^2} (Z - s) \frac{1}{n^2}, n = 1, 2, 3, \dots \quad (2)$$

kde  $m_e$  je hmotnost elektronu,  $e$  elementární náboj,  $h$  Planckova konstanta,  $\varepsilon_0$  permitivita vakua,  $Z$  atomové číslo,  $s$  stínící konstanta a  $n$  hlavní kvantové číslo. Energie fotonu odpovídá rozdílu energií mezi dvěma hladinami. Považujeme-li stínící konstantu za stejnou pro dvě slupky, bude úhlová frekvence vyzářeného fotonu:

$$\omega = R_\omega (Z - s)^2 \left( \frac{1}{n_1^2} - \frac{1}{n_2^2} \right) \quad (3)$$

kde  $R_\omega$  je Rydbergova úhlová frekvence:

$$R_\omega = \frac{m_e e^4}{16\varepsilon_0 h^3} = 2,0606 \cdot 10^{16} \text{ s}^{-1} \quad (4)$$

Pro  $n_1 = 1$  a  $n_2 = 2$  ( $K_\alpha$  čára) dostáváme Moseleyův zákon ve tvaru:

$$\sqrt{\omega} = \frac{\sqrt{3R_\omega}}{2} (Z - s) \quad (5)$$

Pro  $n_1 = 1$  a  $n_2 = 3$  ( $K_\beta$  čára) dostáváme Moseleyův zákon ve tvaru:

$$\sqrt{\omega} = \frac{2\sqrt{2R_\omega}}{3} (Z - s) \quad (6)$$

Při průchodu rentgenového záření prostředím dochází k jeho útlumu. Intenzita prošlého záření klesá exponenciálně s tloušťkou:

$$I = I_0 e^{-\mu d} \quad (7)$$

kde  $I_0$  je intenzita vstupujícího záření,  $d$  tloušťka vrstvy a  $\mu$  součinitel útlumu.

Součinitel útlumu se skládá ze dvou složek:  $\mu = \tau + \sigma$ , kde  $\sigma$  je útlum daný rozptylem a v našem experimentu ho můžeme zanedbat,  $\tau$  je útlum způsobený fotoelektrickou excitací a je závislý na frekvenci (vlnové délce). Obecně jeho velikost klesá s klesající vlnovou délkou, ale při určitých vlnových délkách  $\lambda_k$  skokově vzroste. Tyto oblasti nazýváme absorpčními hranami. Poloha absorpčních hran koreluje s polohou spektrálních čar a vyhovuje tedy Moseleyovu zákonu.

Princip použitého rentgenového spektrometru je popsán v [1]. Zaznamenává počet rtg fotonů v závislosti na Braggově úhlu  $\Theta$ . Vlnová délka záření je potom dána Braggovou rovnicí:

$$2d \sin \Theta = n\lambda \quad (8)$$

kde  $d$  je mezivzrost vzdálenost atomů v krystalu (pro LiF  $d = 201,4$  pm) a  $n$  je řád difrakce.

Úhlová disperze rentgenového spektrometru definovaná jako  $\partial\Theta/\partial\lambda$  je dána vztahem:

$$\frac{\partial\Theta}{\partial\lambda} = \frac{n}{2d \cos \Theta} \quad (9)$$

## Výsledky měření

Měření probíhalo na školním přístroji PHYWE pomocí programu „Measure“, ve kterém se zadávaly potřebné parametry měření a který také vyhodnotil naměřená data (úhel detektoru, vlnovou délku, energii).

Grafy naměřených spekter jsou přiloženy jako Příloha č. 1–11.

Planckova konstanta byla určována na základě grafů v Příloze č. 1–3 pro Cu anodu, v Příloze č. 8 pro Fe anodu a v Příloze č. 10 pro Mo anodu. Grafy v příloze zobrazují závislost intenzity na úhlu naklonění krystalu, pro další zpracování jsem používal grafy závislosti intenzity na vlnové délce, které se z grafů v příloze získají přepočtením x-ové osy (v programu „Measure“). Mezní vlnová délka  $\lambda_m$  byla odhadnuta z grafů a její chyba je dána tímto odhadem. Planckova konstanta je určena pomocí vztahu (1). Výsledky jsou shrnuty v Tabulce č. 1.

Tabulka č. 1: Mezní vlnová délka a Planckova konstanta

Anoda	$U_a$ [kV]	$\Theta_m$ [°]	$\lambda_m$ [pm]	$\sigma_{\lambda_m}$ [pm]	$h$ [ $10^{-34}$ Js <sup>-1</sup> ]	$\sigma_h$ [ $10^{-34}$ Js <sup>-1</sup> ]
Cu	15	11,3	79	1	6,33	0,08
Cu	25	6,6	46	2	6,15	0,27
Cu	33	4,9	34	4	6,00	0,71
Fe	33	5,0	35	2	6,17	0,35
Mo	33	5,0	35	2	6,17	0,35

Hodnota mezního úhlu ( $\Theta_m$ ) je uváděna pro lepší orientaci v grafech Příloh.

Výsledná hodnota Planckovy konstanty (průměr) je:

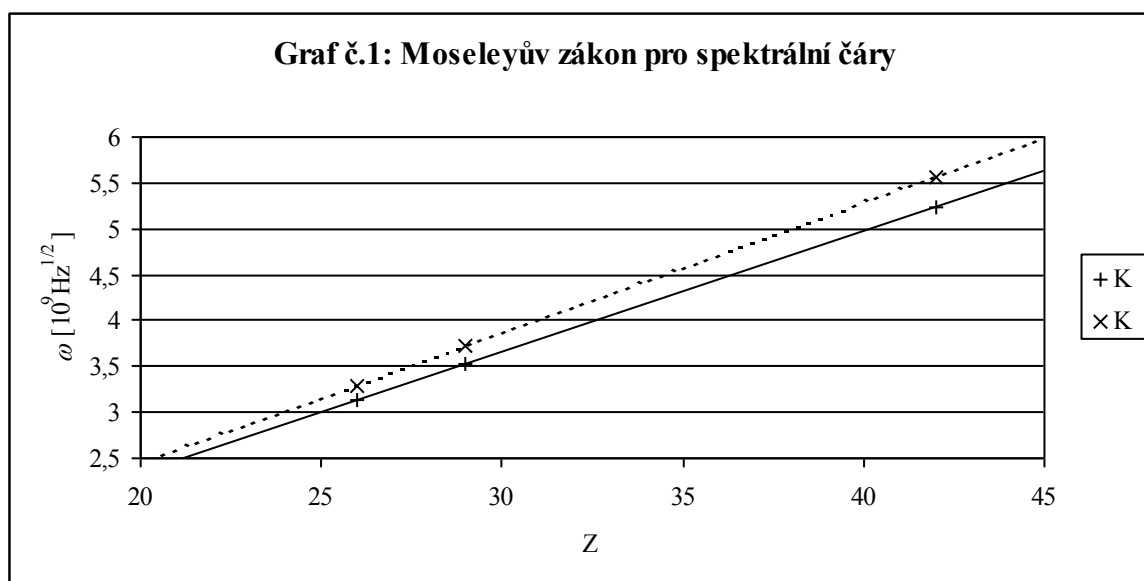
$$h = (6,16 \pm 0,42) \cdot 10^{-34} \text{ Js}^{-1}$$

Charakteristická (čárová) spektra pro rentgenku s Cu anodou jsou v Příloze č. 4 a 5. Z těchto grafů je patrné, že je rozdíl jen a intenzitě, v poloze spektrálních čar pro různé brzdné napětí. V Příloze č. 8 je charakteristické spektrum rentgenky s Fe anodou a v Příloze č. 10 s Mo anodou.

Tabulka č. 2: Spektrální čáry

Anoda	Z	čára	$\Theta$ [°]	$\lambda$ [pm]	$\sigma_\lambda$ [pm]	$\omega$ [ $10^{19}$ Hz]	$\sigma_\omega$ [ $10^{19}$ Hz]	$\lambda_{\text{tab}}$ [pm]
Fe	26	K $_{\alpha}$	28,4	191,58	0,7	0,983	0,004	194,7
		K $_{\beta}$	22,5	173,41	0,7	1,086	0,004	175,3
Cu	29	K $_{\alpha}$	22,1	151,54	0,7	1,243	0,006	154,18
		K $_{\beta}$	19,8	136,44	0,7	1,381	0,007	139,217
Mo	42	K $_{\alpha}$	9,8	68,56	0,7	2,747	0,028	70,6253
		K $_{\beta}$	8,7	60,93	0,7	3,092	0,036	63,2253

Chyba v určení polohy spektrální čáry je odhadnuta jako krok spektrometru ( $\pm 0,1^\circ$ ). Frekvence  $\omega = 2\pi c/\lambda$ , kde  $c$  je rychlost světla ve vakuu. Tabulkové hodnoty jsou převzaty z tabulek dostupných u experimentu v praxi.



Doplnit odmocninu u y-ové osy a  $k + \alpha$  a  $k \times \beta$  a tohle smazat před tiskem!!!!!!

Lineární regrese byla prováděna v programu „Gnuplot“ dle vztahu (5), resp. (6) a hodnoty Rydbergovy úhlové frekvence a průměrné hodnoty stínící konstanty byly určeny jako regresní parametry (přesněji regresním

parametrem je odmocnina z Rydbergovy úhlové frekvence a uvedená hodnota je tedy kvadrátem regresního parametru). Uváděná chyba je statistická chyba regresních parametrů daná programem „Gnuplot“.

Pro  $K_\alpha$  čáry je:

$$R_{\omega\alpha} = (2,31 \pm 0,01) \cdot 10^{16} \text{ Hz}$$

$$s_\alpha = (2,22 \pm 0,07)$$

Pro  $K_\beta$  čáry je:

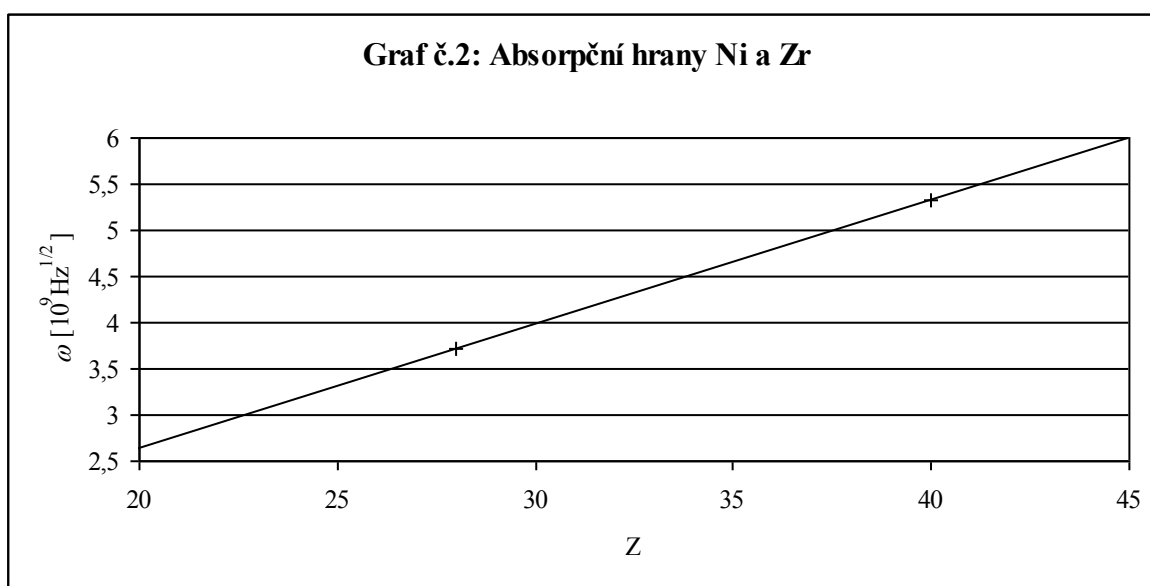
$$R_{\omega\beta} = (2,26 \pm 0,01) \cdot 10^{16} \text{ Hz}$$

$$s_\beta = (2,75 \pm 0,07)$$

Absorpční hrana pro Zr absorbér je patrná na stejném místě u rentgenky s Cu i Fe anodou. Polohu absorpční hrany pro Ni absorbér je možné odhadnout podle poklesu intenzity  $K_\beta$  čáry.

Tabulka č.3: Absorpční hrany

Absorbér	Z	$\theta$ [°]	$\lambda$ [pm]	$\sigma_\lambda$ [pm]	$\omega$ [ $10^{19}$ Hz]	$\sigma_\omega$ [ $10^{19}$ Hz]
Ni	28	19,8	136,44	4	1,381	0,040
Zr	40	9,5	66,48	1	2,833	0,043



Lineární regrese byla prováděna v programu „Gnuplot“ podle rovnice  $\sqrt{\omega} = a \cdot (Z + s)$ , protože není zřejmé podle kterého vztahu provádět regresi, pro (5), (6) či pro jiné hodnoty hladin  $n$  ve vztahu (3). Parametr  $a$  tedy obsahuje odmocniny z Rydbergovy úhlové frekvence přenásobenou nějakou konstantou.

Hodnoty získané lineární regresí jsou:

$$a = 1,32951 \cdot 10^8 \text{ Hz}$$

$$s = 10^{-30}$$

Protože se jedná o regresi pouze dvěma body jsou statistické chyby nulové.

Z Tabulek č.2 a 3 je patrné, že spektrální čára  $K_\beta$  mědi koinciduje s absorpční hranou Ni. Filtrační efekt niklu pro tuto čáru určíme jako poměr intenzit s Ni absorbérem a bez něj. Tento poměr je  $87/1207 = 0,0721$ , na základě odhadnuté chyby v úhlu (krok spektrometru  $\pm 0,1^\circ$ ) je možné ze sousedních hodnot odhadnout chybu tohoto poměru. Filtrační efekt tedy je  $f = (0,0721 \pm 0,0085)$ , což znamená, že projde 7,21 % fotonů. Zmenší se ale i intenzita  $K_\alpha$  čáry přibližně na 68,3 %.

Tabulka č.4: Úhlová disperze

n	Mo				Cu			
	$K_\alpha$		$K_\beta$		$K_\alpha$		$K_\beta$	
	$\theta$ [°]	$\partial\theta/\partial\lambda$ [°pm <sup>-1</sup> ]	$\theta$ [°]	$\partial\theta/\partial\lambda$ [°pm <sup>-1</sup> ]	$\theta$ [°]	$\partial\theta/\partial\lambda$ [°pm <sup>-1</sup> ]	$\theta$ [°]	$\partial\theta/\partial\lambda$ [°pm <sup>-1</sup> ]
1	9,8	0,144	8,7	0,144	22,1	0,154	19,8	0,151
2	20,1	0,303	17,7	0,299	49,5	0,438	43,25	0,391
3	31,4	0,500	----	----	----	----	----	----

V Tabulce č.4 je úhlová disperze pro různé řády difrakce vypočtená dle vztahu (9) pro jednotlivé spektrální čáry. Úhlová disperze pro rentgenku s Mo anodou je určena na základě grafu v Příloze č.10, pro rentgenku s Cu anodou bylo použito grafu v Příloze č.5 pro první řád a grafu v Příloze č.11 pro druhý řád difrakce. Dle očekávání úhlová disperze roste s řádem difrakce (je to patrné i z grafu v Příloze č.10).

## Diskuse:

Hodnoty Planckovy konstanty pro jednotlivá měření vyšly systematicky nižší než je tabulková hodnota. Z Tabulky č.2 je patrné, že vlnové délky jednotlivých spektrálních čar jsou oproti tabulkovým nižší. Pravděpodobné vysvětlení je, že hodnota úhlu  $\theta$  uváděná programem „Measure“ se liší od skutečné hodnoty úhlu nastavení krystalu. Vyjdeme-li z tohoto předpokladu a použijeme-li tabulkových hodnot vlnových délek spektrálních čar ke kalibraci nastavení krystalu, získáme následující opravy úhlu:

Fe: + 0,5°

Cu: + 0,4°

Mo: + 0,3°

Střední hodnota korekce je tedy + 0,4°. S využitím této korekce přepočítáme Planckovu konstantu:

Tabulka č.5: Planckova konstanta s korekcí

Anoda	$U_a$ [kV]	$\theta_m$ [°]	$\lambda_m$ [pm]	$h$ [ $10^{-34}$ Js <sup>-1</sup> ]
Cu	15	11,7	82	6,57
Cu	25	7,0	49	6,55
Cu	33	5,3	37	6,53
Fe	33	5,5	38	6,70
Mo	33	5,3	37	6,53

$$h = (6,57 \pm 0,58) \cdot 10^{-34} \text{ Js}^{-1}$$

Tabulková hodnota je  $h = 6,626176 \cdot 10^{-34} \text{ Js}^{-1}$  a je v dobré shodě s korigovanou hodnotou změřené Planckovy konstanty.

Tato systematická chyba je ve všech změřených hodnotách. Velkosti jednotlivých veličin jsou tímto poznamenány, ale základní tvar závislostí a vztahů mezi nimi ne. Například Rydbergova úhlová frekvence je oproti teoreticky předpokládané vyšší, ale tvar Moseleyova zákona se nemění.

Další chyba vzniká při odečtech z grafů. Ta je největší při určování prahových vlnových délek, které se musí z grafu odhadnout. Pro malé úhly (patrné jako pokles intenzity v okolí 3°) zaznamenává detektor nejen záření difraktované, ale také záření jdoucí přímo z rentgenky (či mírně odražené od povrchové vrstvy). Vytváří se tak šum ovlivňující určení prahové vlnové délky. Ke zpřesnění jejího určení by dále přispěla delší doba načítání spektra, které by bylo hladší a byl by z něho lépe patrný nárůst intenzity pro větší vlnové délky a tím i lépe odhadnutelná mezní vlnová délka.

## Závěr:

Změřená spektra jsou v Příloze č.1–11.

Změřená hodnota Planckovy konstanty je  $h = (6,16 \pm 0,42) \cdot 10^{-34} \text{ Js}^{-1}$ .

Po korekci  $h = (6,57 \pm 0,58) \cdot 10^{-34} \text{ Js}^{-1}$ .

Byl ověřen Moseleyův zákon pro spektrální čáry  $K_\alpha$ ,  $K_\beta$  i pro absorpční hrany (viz Tabulky č.2, 3 a Grafy č.1, 2). Zjištěná hodnota Rydbergovy úhlové frekvence a stínící konstanty pro jednotlivé spektrální čáry je:

$$R_{\alpha\alpha} = (2,31 \pm 0,01) \cdot 10^{16} \text{ Hz}$$

$$s_\alpha = (2,22 \pm 0,07)$$

$$R_{\alpha\beta} = (2,26 \pm 0,01) \cdot 10^{16} \text{ Hz}$$

$$s_\beta = (2,75 \pm 0,07)$$

Filtrační efekt niklu pro čáru  $K_\beta$  mědi je 0,0721 (7,21 % prošlých fotonů).

Úhlová disperze pro jednotlivé řády difrakce pro Mo a Cu anody je v Tabulce č.4.

## Použitá literatura:

- [1] Studijní texty, úloha A21 ([http://physics.mff.cuni.cz/vyuka/zfp/txt\\_421.pdf](http://physics.mff.cuni.cz/vyuka/zfp/txt_421.pdf))
- [2] Fyzikální tabulky (<http://www.converter.cz/prevody/konstanty.htm>)