

**Oddělení fyzikálních praktik při Kabinetu výuky obecné fyziky MFF UK**

**PRAKTIKUM III**

Úloha č.: 21

Název: Štúdium röntgenových spektier

Vypracoval: Viktor Babjak.....stud. sk.F3 ..... dne: 13. 11. 2006

Odevzdal dne: .....

**Hodnocení:**

Připomínky:

kapitola referátu	možný počet bodů	udělený počet bodů
Teoretická část	0 - 3	
Výsledky měření	0 - 10	
Diskuse výsledků	0 - 4	
Závěr	0 - 2	
Seznam použité literatury	0 - 1	
<b>Celkem</b>	max. 20	

Posuzoval:.....

dne:.....

## Pracovné úlohy:<sup>1</sup>

1. S využitím kryštálu LiF ako analyzátoru preveďte meranie nasledujúcich röntgenových spektier:
  1. Röntgenka s Cu anódou:
    - premerajte krátkovlnné oblasti spektier brzdného žiarenia pri napätiach 15 kV/1 mA, 25 kV/0,5 mA, 30 kV/0,5 mA, 33 kV/0,5 mA. Na meranie používajte tieto parametre: clonu s priemerom 1 mm, interval Braggovho uhlu pre 15 kV v rozmedzí ( $10^\circ - 15^\circ$ ) s krokom  $0,2^\circ$  a dobou expozície 8 s a pre ostatné napätia interval Braggovho uhla ( $3^\circ - 10^\circ$ ) s krokom  $0,2^\circ$  a dobou expozície 8 s;
    - premerajte charakteristické spektra röntgenky pri napätiach 15 kV a 33 kV. Na meranie používajte tieto parametre: clonu s priemerom 1 mm, interval Braggovho uhla ( $15^\circ - 30^\circ$ ) s krokom  $0,1^\circ$  a dobou expozície 2 s;
    - premerajte tvar spektra s Zr absorbérom. Na meranie používajte tieto parametre: clonu s Zr absorbérom hrúbky 0,05 mm, interval Braggovho uhla ( $3^\circ - 30^\circ$ ) s krokom  $0,1^\circ$  a dobou expozície 2 s;
    - premerajte tvar spektra s Ni absorbérom. Na meranie používajte tieto parametre: clonu s Ni absorbérom hrúbky 0,01 mm, interval Braggovho uhla ( $3^\circ - 30^\circ$ ) s krokom  $0,1^\circ$  a dobou expozície 2 s.
  2. Röntgenka s Fe anódou:
    - premerajte charakteristické spektrum röntgenky pri napätí 33 kV. Na meranie používajte tieto parametre: clonu s priemerom 1 mm, interval Braggovho uhla ( $3^\circ - 30^\circ$ ) s krokom  $0,1^\circ$  a dobou expozície 2 s;
    - premerajte tvar spektra s Zr absorbérom. Na meranie používajte tieto parametre: clonu s Zr absorbérom hrúbky 0,05 mm, interval Braggovho uhla ( $3^\circ - 30^\circ$ ) s krokom  $0,1^\circ$  a dobou expozície 4 s.
  3. Röntgenka s Mo anódou:
    - premerajte charakteristické spektrum röntgenky pri napätí 33 kV. Na meranie používajte tieto parametre: clonu s priemerom 1 mm, interval Braggovho uhla ( $3^\circ - 35^\circ$ ) s krokom  $0,1^\circ$  a dobou expozície 4 s.
  4. Röntgenka s Cu anódou:
    - premerajte charakteristické spektrum röntgenky pri napätí 33 kV/0,5 mA v intervale Braggovho uhla ( $42^\circ - 51^\circ$ ). Na meranie používajte tieto parametre: clonu s priemerom 1 mm, krok  $0,1^\circ$  a dobou expozície 2 s.
2. Interpretujte namerané výsledky (pre medzirovinnú vzdialenosť kryštálu LiF používajte hodnotu  $d = 201,4 \text{ pm}$ ):
  1. Krátkovlnná medza brzdného žiarenia:
    - zo zmeraných medných vlnových dĺžok (respektíve frekvencií) určite hodnotu Planckovej konštanty a oceňte presnosť meraní
  2. Moseleyov zákon:
    - presvedčte sa, že namerané uhlové frekvencie spektrálnych čiar  $K_\alpha$  a  $K_\beta$  pre rôzne prvky splňujú Moseleyov zákon; zo smernice závislosti určite hodnotu Rydbergovej uhlovej frekvencie a využitím tejto hodnoty určite takisto priemernú hodnotu tieniacej konštanty.
    - presvedčte sa, že i namerané polohy absorpčných hrán Zr a Ni splňujú Moseleyov zákon
    - všimnite si, že absorpčná hrana Ni koinciduje so spektrálnou čiarou  $K_\beta$  medi; táto skutočnosť sa využíva v röntgenovej difraktografii na

---

<sup>1</sup> Uvedené zadanie je podľa pokynov počas merania zmenené voči pôvodnému zadaniu.

monochromatizáciu spektra medi. Z prevedeného merania určite filtračný efekt niklu pre čiaru  $K_\beta$ .

3. Uhlová disperzia:

- zo zmeraných spektier molybdénu určite veľkosť uhlovej disperzie pre rôzne rady difrakcie.

### Poznámka I:

Mriežková konštanta LiF je 201,4 pm.

### Poznámka II:

Zložky charakteristického žiarenia (v  $10^{-10}$  m)

anóda	$K_{\alpha 1}$	$K_{\beta 1}$	$K_\alpha$	$K_\beta$
Cu	1,54050	1,54434	1,5418	1,39217
Co	1,78889	1,792801	1,79019	1,620703
Mo	0,70261	0,71354	0,706253	0,632253

Stredná vlnová dĺžka  $K_\alpha$  sa používa, ak dublet nie je rozlíšiteľný.

### Poznámka III:

Uhol orientácie kryštálu LiF presne nezodpovedá zobrazovanému uhlu. Pomocou tabelovaných hodnôt charakteristického spektra určite systematickú odchýlku a vylúčte chybu tým vzniknutú.

### Teoretická časť:

Röntgenové žiarenie je elektromagnetické vlnenie s vlnovými dĺžkami 0,001 – 5 nm. Toto žiarenie vzniká v elektrónovom obale atómu. Pri röntgenovom žiarení rozlišujeme dva druhy spektier: spojité a charakteristické.

**Spojité spektrum** vzniká pri brzdení elektrónov v látke, keď môžu vniknúť všetky fotóny s energiou od nulovej až po určitú hornú medzu, ktorá je daná energiou elektrónov. Ak je kinetická energia elektrónov  $E_k = eU_a$ , kde  $e$  je náboj elektrónu a  $U_a$  je urýchľovacie napätie, platí pre minimálnu vlnovú dĺžku  $\lambda_m$  fotónov

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

kde  $h$  je Planckova konštanta a  $c$  rýchlosť svetla. Toto spektrum je nezávislé na materiáli anódy.

**Charakteristické spektrum** vzniká fotoefektom na vnútorných energetických hladinách elektrónového obalu. Niektoré elektróny na týchto hladinách môžu byť vyrazené urýchlenými elektrónmi, a tak na uvoľnené miesta preskakujú elektróny z vyšších hladín za súčasného uvoľnenia energie prostredníctvom röntgenového žiarenia. Elektróny môžu byť vyrazené aj z vyššej hladiny, no pri preskoku sa neuvolní toľko energie, aby vznikol fotón, ktorý môžeme v tejto úlohe detekovať. Spektrum je charakteristické pre každý druh materiálu.

Pre väzbovú energiu elektrónu platí, vid' [1]

$$E_n = -\frac{m_e e^4}{8\epsilon_0^2 h^2} (Z - s) \frac{1}{n^2}, \quad n = 1, 2, 3, \dots, \quad (2)$$

kde  $m_e$  je hmotnosť elektrónu,  $e$  náboj elektrónu,  $h$  Planckova konštanta,  $\epsilon_0$  permitivita vákua,  $Z$  atómové číslo,  $s$  tieniaca konštanta a  $n$  hlavné kvantové číslo. Energia fotónu zodpovedá rozdielu energií medzi dvoma hladinami.

Ak považujeme tieniacu konštantu za rovnakú pre dve hladiny, tak pre uhlovú frekvenciu vyžiareného fotónu platí

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

kde  $R_w$  je Rydbergova uhlová frekvencia

$$R_w = \frac{m_e e^4}{16 e_0 h^3} = 2,0606 \cdot 10^{-6} s^{-1}. \quad (4)$$

Pre  $n_1 = 1$  a  $n_2 = 2$  ( $K_\alpha$  čiara) dostávame Moseleyov zákon v tvare

$$\sqrt{w} = \frac{\sqrt{3R_w}}{2} (Z - s). \quad (5)$$

Pre  $n_1 = 1$  a  $n_2 = 3$  ( $K_\beta$  čiara) dostávame Moseleyov zákon v tvare

$$\sqrt{w} = \frac{2\sqrt{2R_w}}{3} (Z - s). \quad (6)$$

Pri prechode röntgenového žiarenia prostredím dochádza k jeho útlmu. Intenzita prechádzajúceho žiarenia klesá exponenciálne s hrúbkou

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

kde  $I_0$  je intenzita vstupujúceho žiarenia,  $d$  hrúbka vrstvy a  $\mu$  súčiniteľ útlmu.

Súčiniteľ útlmu sa skladá z dvoch zložiek:  $\mu = \tau + \sigma$ .  $\sigma$  je útlm daný rozptylom a v tomto prípade ho môžeme zanedbať.  $\tau$  je útlm spôsobený fotoelektrickou excitáciou a závisí na frekvencii (na vlnovej dĺžke). Všeobecne jeho veľkosť klesá s klesajúcou vlnovou dĺžkou, ale pri určitých vlnových dĺžkach  $\lambda_k$  skokovo vzrastie. Tieto oblasti nazývame absorpčnými hranami. Poloha absorpčných hran koreluje s polohou spektrálnych čiar, t.j. vyhovuje Moseleyovmu zákonu.

Použitý röntgenový spektrometer je podrobne popísaný v [1]. Zaznamenáva počet röntgenových fotónov v závislosti na Braggovom uhle  $\theta$ . Vlnová dĺžka žiarenia je daná Braggovou rovnicou

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

kde  $d$  je medziorovinná vzdialenosť atómov v kryštáli a  $n$  je rad difrakcie.

Uhlová disperzia röntgenového spektrometra je daná vzťahom

$$\frac{d\varphi}{d\lambda} = \frac{n}{2d \cos \varphi}. \quad (9)$$

## Výsledky meraní:

### Merací prístroj PHYWE

Meranie všetkých úloh prebiehalo na prístroji PHYWE pomocou programu MEASURE, v ktorom sa zadávali všetky potrebné parametre merania podľa zadania. Namerané spektrá sú zobrazené v *grafoch 1 – 12* (tieto grafy sú grafickým výstupom programu MEASURE pre jednotlivé merania). Grafy v prílohe zobrazujú závislosť intenzity na uhle naklonenia kryštálu.

Uhol orientácie kryštálu LiF presne nezodpovedá zobrazovanému uhlu, t.j. dochádza k určitému systematickému posunu. Na základe meraní charakteristického spektra pre Cu anódu (*grafy 5 – 8, graf 12*), pre Fe anódu (*grafy 9 – 10*), pre Mo anódu (*graf 11*) a podľa tabuľkových hodnôt charakteristického spektra odhadujem systematickú chybu  $\theta_{syst}$  ako

$$q_{syst} = (0,6 \pm 0,1)^\circ.$$

V nasledujúcich výpočtoch používam korigovanú hodnotu uhla  $\theta$ , t.j. hodnotu  $q = q_{graf} + q_{syst}$  (túto korigovanú hodnotu udávam aj v jednotlivých tabuľkách).

Všetky tabuľkové hodnoty uvádzam podľa tabuliek dostupných v praxi.

### Planckova konštanta

Hodnotu Planckovej konštanty som určil na základe *grafov 1 – 4* pre Cu anódu, *grafu 9* pre Fe anódu a *grafu 11* pre Mo anódu. Z týchto *grafov* som určoval medzný uhol  $\theta_m$ , z ktorého som podľa vzťahov (1) a (8) určil hodnotu Planckovej konštanty. Chybu určenia  $\theta_m$  som určil odhadom na základe spracovaného grafu, ďalšie chyby som určil štandardným postupom pre prenos chýb, viď [2]. (Relatívna chyba učenia Planckovej konštanty  $h$  je rovnaká ako relatívna chyba určenia medzného uhla  $\theta_m$ .) Namerané a vypočítané hodnoty sú uvedené v *tabuľke 1*.

Tabuľka 1 – Medzná vlnová dĺžka a Planckova konštanta

anóda	$U_a$ [kV]	$\theta_m$ [°]	$\sigma_\theta$ [°]	$\lambda_m$ [pm]	$h$ [ $10^{-34}$ Js <sup>-1</sup> ]	$\sigma_h$ [ $10^{-34}$ Js <sup>-1</sup> ]
Cu	15	11,8	0,3	82,4	6,60	0,17
Cu	25	7,0	0,3	49,1	6,56	0,28
Cu	30	5,8	0,3	40,7	6,53	0,34
Cu	33	5,4	0,3	37,9	6,69	0,37
Fe	33	5,4	0,5	37,9	6,69	0,62
Mo	33	5,3	0,5	37,2	6,56	0,62

Výslednú hodnotu Planckovej konštanty som určil ako aritmetická priemer jednotlivých vypočítaných hodnôt

$$h = (6,60 \pm 0,39) \cdot 10^{-34} \text{ Js}^{-1}.$$

#### Moseleyov zákon – $K_\alpha$ a $K_\beta$ čiary

Charakteristické (čiarové) spektrá pre röntgenku s Cu anódou sú zobrazené v grafoch 5 – 6. Z týchto grafov vyplýva, že rozdiel je len v intenzite (poloha píkov sa zo zmenou napätia  $U_a$  nemení). V grafe 9 je charakteristické spektrum röntgenky s Fe anódou a v grafe 11 s Mo anódou. Polohu spektrálnych čiar som určoval pomocou programu MEASURE – chybu určenia polohy spektrálnych čiar odhadujem na jeden krok spektrometra (t.j. na 0,1°). K hodnotám uvedeným na jednotlivých grafoch som pripočítal systematickú chybu, ktorú odhadujem na  $q_{\text{sys}} = (0,6 \pm 0,1)^\circ$ .

Frekvenciu  $\omega$  som určil podľa vzťahu  $w = \frac{2pc}{l}$ , kde  $c$  je rýchlosť svetla vo vákuu. Namerané a vypočítané hodnoty sú uvedené v tabuľke 2 a sú zobrazené v grafe 13.

Tabuľka 2 – Spektrálne čiary

anóda	Z	čiara	$\theta$ [°]	$\sigma_\theta$ [°]	$\lambda$ [pm]	$\sigma_\lambda$ [pm]	$\omega$ [ $10^{19}$ Hz]	$\sigma_\omega$ [ $10^{19}$ Hz]	$\theta_{\text{tab}}$ [°]	$\lambda_{\text{tab}}$ [pm]
Fe	26	$K_\alpha$	29,0	0,1	195,28	0,67	0,965	0,003	28,9	194,7
		$K_\beta$	26,1	0,1	177,21	0,68	1,063	0,004	25,8	175,3
Cu	29	$K_\alpha$	22,6	0,1	154,79	0,68	1,217	0,005	22,6	154,1
		$K_\beta$	20,4	0,1	140,40	0,69	1,342	0,007	20,4	140,4
Mo	42	$K_\alpha$	10,3	0,1	72,02	0,70	2,615	0,025	10,2	70,4
		$K_\beta$	9,1	0,1	63,71	0,70	2,957	0,032	9,2	64,4

Pomocou programu *Origin* som nameranými bodmi preložil priamku. Z koeficientov lineárnej závislosti zobrazenej v grafe 1 a podľa vzťahov (5) a (6) som určil hodnotu Rydbergovej uhlovej frekvencie a s využitím tejto hodnoty som takisto určil priemernú hodnotu tieniacej konštanty. Uvedené chyby sú vypočítané podľa štatistických chýb regresných parametrov.

- $K_\alpha$  čiary:
  - $R_{w,a} = (2,096 \pm 0,013) \cdot 10^{16} \text{ Hz}$
  - $s_a = (1,21 \pm 0,10)$
- $K_\beta$  čiary:
  - $R_{w,b} = (2,087 \pm 0,011) \cdot 10^{16} \text{ Hz}$
  - $s_b = (2,09 \pm 0,09)$

#### Moseleyov zákon – absorpčné hrany Zr a Ni

Absorpčnú hranu pre Zr absorbér som určil z grafu 7 pre Cu anódu a z grafu 10 pre Fe anódu. (Z oboch grafov vyplýva, že poloha absorpčnej hrany je v oboch prípadoch rovnaká.) Polohu absorpčnej hrany pre Ni absorbér som určil z grafu 8 na základe poklesu intenzity  $K_\beta$  čiary. Namerané a vypočítané hodnoty sú uvedené v tabuľke 3.

Tabuľka 3 – Absorpčné hrany pre Zr a Ni

absorbér	Z	$\theta$ [°]	$\sigma_\theta$ [°]	$\lambda$ [pm]	$\sigma_\lambda$ [pm]	$\omega$ [ $10^{19}$ Hz]	$\sigma_\omega$ [ $10^{19}$ Hz]
Zr	40	9,6	0,3	67,2	2,1	2,804	0,088
Ni	28	20,4	0,5	140,4	3,4	1,342	0,033

Z tabuliek 2 a 3 vyplýva, že spektrálna čiara  $K_\beta$  koinciduje s absorpčnou hranou Ni. Filtračný efekt niklu pre čiary  $K_\beta$  som určil ako pomer intenzít s Ni absorbérom a bez neho

$$f = \frac{94}{1277} = 0,0736.$$

Teda pri použití Ni absorbéru je detekovaných približne 7,4 % fotónov detekovaných bez absorbéru.

#### Uhlová disperzia

Uhlovú disperziu pre rôzne rady difrakcie som vypočítal podľa vzťahu (9) pre jednotlivé spektrálne čiary. Namerané a vypočítané hodnoty sú uvedené v tabuľke 4.

Uhlovú disperziu pre röntgenku s Mo anódou som určil podľa grafu 11; pre röntgenku s Cu anódou podľa grafu 6 pre prvý rad a podľa grafu 12 pre druhý rad difrakcie.

Tabuľka 4 – Uhlová disperzia

n	Mo				Cu			
	$\theta$ [°]	$\frac{\partial q}{\partial l}$ [°nm <sup>-1</sup> ]	$\theta$ [°]	$\frac{\partial q}{\partial l}$ [°nm <sup>-1</sup> ]	$\theta$ [°]	$\frac{\partial q}{\partial l}$ [°nm <sup>-1</sup> ]	$\theta$ [°]	$\frac{\partial q}{\partial l}$ [°nm <sup>-1</sup> ]
1	10,3	2,52	9,1	2,51	22,6	2,69	20,4	2,65
2	20,7	5,31	18,4	5,23	50,0	7,72	43,8	6,88
3	32,0	8,78						

#### Diskusia:

Z meraní charakteristického spektra röntgeniek s Cu, Fe a Ni anódou vyplýva, že uhol orientácie kryštálu LiF presne nezodpovedá zobrazovanému uhlu. Táto systematická chyba sa dá vylúčiť tým, že podľa tabuľkových hodnôt charakteristického spektra som „okalibroval“ použitý merací prístroj – systematickú chybu som určil na 0,6°.

Ďalšia chyba vzniká pri odčítaní jednotlivých hodnôt z grafov.

Zo spektier v grafoch 2 – 4 je vidieť malý pokles intenzity. Nie je to fyzikálnu jav, ale je to spôsobená tým, že pre malé uhly (asi do 3,5°) detektor zaznamenáva nielen difraktované žiarenie, ale takisto žiarenie idúce priamo z röntgenky resp. mierne odrazené od povrchovej vrstvy. Takto sa vytvára šum ovplyvňujúci určenie medzných uhlov  $\theta_m$ .

Planckova konštanta, určená z medzných uhlov  $\theta_m$ ,  $h = (6,60 \pm 0,39) \cdot 10^{-34} \text{ Js}^{-1}$  sa dobre zhoduje s tabuľkovou hodnotou  $h = 6,626 \cdot 10^{-34} \text{ Js}^{-1}$ .

Určenie medzných uhlov by sa dalo zlepšiť tým, že by sa nastavila dlhšia doba načítania spektra, ktoré by bolo hladšie, a tak by bolo lepšie vidieť nárast intenzity so zväčšujúcim sa uhlom  $\theta$ .

Z grafov 1 – 2 vyplýva, že Moseleyov zákon je splnený čiary diskrétného spektra  $K_\alpha$  a  $K_\beta$  a pre absorpčnú hranu niklu a zirkónu.

Z grafu 8 vyplýva, že absorpčná hrana niklu koinciduje so spektrálnou čiarou  $K_\beta$  medi. S tým súvisí aj nepresné určenie polohy absorpčnej hrany niklu, a preto chybu určenia tejto polohy odhadujem na 0,5°.

Vypočítaná hodnota Rydbergovej uhlovej frekvencie sa mierne odlišuje od tabuľkovej hodnoty  $R_w = \frac{m_e e^4}{16e_0 h^3} = 2,0606 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ . Stredné hodnoty sa od tabuľkovej odlišujú o 1,3 %

a 1,7 %. Je to spôsobené hlavne chybou lineárnej regresie, pretože sú len tri body, cez ktoré sa prekladá priamka.

Z jednotlivých grafov vyplýva, že vlnová dĺžka spektrálnych čiar nezávisí na napätí  $U_a$  ani na použitom absorbére. Absorbér iba zníži intenzitu detekovaného žiarenia.

Podľa očakávaní uhlová disperzia rastie s radom difrakcie.

### **Záver:**

Zo zmeraných medzných vlnových dĺžok röntgenky s Cu, Fe a Mo anódou som určil hodnotu Planckovej konštanty

$$h = (6,60 \pm 0,39) \cdot 10^{-34} \text{ Js}^{-1}.$$

Bol overený Moseleyov zákon pre spektrálne čiary  $K_\alpha$ ,  $K_\beta$  a pre absorpčné hrany Zr, Ni (*tabuľky 1 – 2, grafy 13 – 14*). Zistené hodnoty Rydbergovej konštanty a tieniacej konštanty pre jednotlivé spektrálne čiary sú:

- $K_\alpha$  čiary:
  - $R_{w,a} = (2,096 \pm 0,013) \cdot 10^{16} \text{ Hz}$
  - $s_a = (1,21 \pm 0,10)$
- $K_\beta$  čiary:
  - $R_{w,b} = (2,087 \pm 0,011) \cdot 10^{16} \text{ Hz}$
  - $s_b = (2,09 \pm 0,09)$

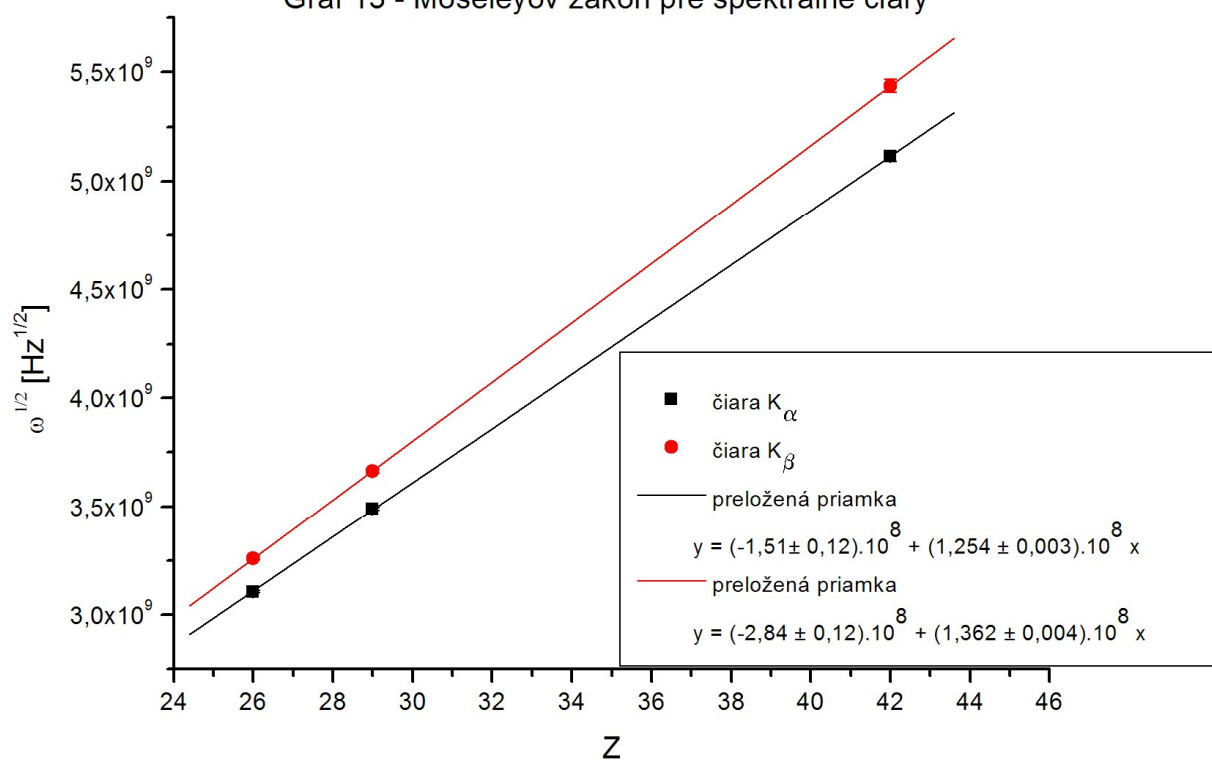
Filtračný efekt Ni pre čiaru  $K_\beta$  medi je  $f = 0,0736$ .

V *tabuľke 4* je uvedená uhlová disperzia pre jednotlivé rady difrakcie pre Cu a Mo anódu.

### **Literatúra:**

- [1] študijný text na stránkach fyzikálneho praktika: <http://physics.mff.cuni.cz/vyuka/zfp/>  
[2] English, J.; Zpracování výsledků fyzikálních měření, Praha, 1999

Graf 13 - Moseleyov zákon pre spektrálne čiary



Graf 14 - Moseleyov zákon pre absorpčné hrany

