

FYZIKÁLNÍ PRAKTIKUM FJFI ČVUT V PRAZE

Úloha 5: Studium rentgenových spekter Mo a Cu anody

Datum měření: 1. 3. 2010	Jméno: Jiří Slabý
Pracovní skupina: 4	Ročník a kroužek: 2. ročník, 1. kroužek, pondělí 13:30
Spolupracovala: Eliška Greplová	Hodnocení:

Abstrakt

Pomocí jednoduchého spektrometru – krystal LiF, Geiger-Müllerův počítač, goniometr – jsme určovali rentgenová spektra molybdenové a měděné anody. Změřené spektrální čáry svojí energií odpovídají tabulkovým hodnotám. Zaznamenali jsme čáry prvního, druhého i třetího řádu. Z naměřených dat jsme se pokusili odhadnout hodnotu Planckovy konstanty a to ze spektrálního měření molybdenové anody $h_{Mo} = (6,3 \pm 0,3) \cdot 10^{-34} \text{J} \cdot \text{s}$ a měděné anody $h_{Cu} = (6,2 \pm 0,3) \cdot 10^{-34} \text{J} \cdot \text{s}$. V obou případech je relativní chyba vůči tabulkové hodnotě alespoň 5%.

1 Úvod

Rentgenová strukturní analýza je velmi používaná technika pro určování struktury krystalů. Za její rozvoj obdrželi roku 1915 William Henry Bragg a jeho syn William Lawrence Bragg Nobelovu cenu [1]. Oproti strukturní analýze my použijeme známou strukturu krystalu LiF k určení spektra molybdenové a měděné anody.

1.1 Pracovní úkoly

1. V domácí přípravě vytvořte graf závislosti energie a vlnové délky záření na úhlu rozptylu na krystalu LiF. Vycházejte z tabulkových hodnot h a c , mřížkovou konstantu krystalu berte jako $d = 201 \text{ pm}$. Položte $n = 1$.
2. Pomocí ručního ovládání rentgenové aparatury PHYWE změřte spektrum rentgenového záření měděné nebo molybdenové anody při napětí 35 kV. Volte skoky poloh G.-M. počítače po 1 stupni (otáčení krystalu sprážené s goniometrem), proud 0,8 – 1,0 mA. Počet fotonů zaznamenaných G.-M. počítačem v závislosti na energii nebo vlnové délce vynesete do grafu.
3. Pomocí softwarového ovládání a odečítání dat změřte spektra měděné a molybdenové anody pro urychlovací napětí 15 kV, 19 kV, 22 kV a 30 kV. Volte skoky poloh G.-M. počítače po 0,25° nebo jemněji, nastavte nejvyšší možný proud. Označte maxima charakteristického záření pro oba materiály, spočítejte jejich energii a srovnajte je s tabulkovými hodnotami. Měření pro všechna napětí na dané anodě vynášejte do jednoho grafu v závislosti na energii nebo vlnové délce.
4. Za použití dříve naměřených spekter určete přibližně hodnotu Planckovy konstanty. Z Braggovy rovnice plyne $\sin \theta = \frac{hc}{2dE}$, kde E je energie dopadajícího záření. Protože víte, jaká je maximální energie, kterou je ve spektru možné nalézt (E_{max}), a můžete určit úhel, na kterém spektrum končí, lze hodnotu h dopočítat, znáte-li velikosti ostatních konstant. Budete postupovat následovně. Výše uvedenou rovnici lze upravit na tvar $\sin \theta = \frac{hc}{2de} \frac{1}{U}$, kde U je urychlovací napětí. Vynesete-li do grafu hodnoty $\sin \theta$ v závislosti na $1/U$, získáte body, které by teoreticky měly ležet na přímce. Proložíte-li vnesené hodnoty přímkou, pak z její směrnice $\sin \theta = a \frac{1}{U}$, $a = \frac{hc}{2de}$ dopočítáte hodnotu Planckovy konstanty jako $h = a \frac{2de}{c}$. Nalezenou konstantu h srovnajte s tabulkovou hodnotou.

2 Základní pojmy a experimentální uspořádání

Pomůcky: 35 kV rentgen PHYWE s anodami Cu, Mo; počítač

2.1 Vznik a vlastnosti rentgenového záření

Rentgenové záření vzniká srážkou elektronů urychlených vysokým napětím s anodou rentgenky. Většina energie se však promění v teplo. Ke generaci rentgenového záření dochází dvěma způsoby, které se od sebe z podstaty

liší. V prvním případě se jedná o brzdné záření – elektron ztrácí energii při srážce a foton může mít libovolnou energii až po $E_{max} = e \cdot U$, kde U je urychlující napětí, e velikost náboje elektronu, jde tedy o spojité spektrum. V druhém mluvíme o charakteristickém záření – vzniká přechodem mezi slupkami atomu, takže se jedná o diskrétní spektrum charakteristickém pro daný materiál.

2.2 Difrakce rentgenového záření na krystalu

Difrakce na krystalové prostorové mřížce se zdá být komplikovaná. Lze však ukázat, že konstruktivní interference záření rozptýleného na krystalu je ekvivalentní rozptylu na krystalografických rovinách. Můžeme si to představit v analogii interference na tenké vrstvě. Na roviny dopadá monochromatické záření a odráží se. Dráhový rozdíl paprsků odražených od sousedních rovin musí být při konstruktivní interferenci celočíselný násobek vlnové délky. Následující rovnici tedy poprvé odvodil Bragg¹.

$$n\lambda = 2d \sin \theta, \quad (1)$$

kde n je řád maxima, λ vlnová délka záření, θ je úhel rozptylu a d vzdálenost sousedních rovin.

2.3 Difrakční spektrometrie

Experimentální aparatura zahrnuje rentgenku, goniometr a na něm přichycený krystal a Geiger Müllerův počítač. Z rentgenky (ať už s molybdenovou nebo měděnou anodou) vylétají fotony rentgenového záření a to o energii úměrné urychlovacímu napětí a velikostí proudu na katodě. Fotony procházejí kolimátorem a odrážejí se od krystalu LiF. Tento krystal má kubickou plošně centrovanou mřížku a právě rovinu označovanou jako (200) použijeme k odrazu. Parametr $d = \frac{a}{2}$ v Braggově rovnici je tedy roven polovině délky základní hrany krychle. Krystal a Geiger-Müllerův počítač jsou uchyceny v goniometru, který s nimi dle potřeby otáčí. Používali jsme otáčení krystalu a G-M počítače najednou, přičemž G-M počítač se otáčel dvakrát rychleji. Znamená to, že úhel dopadu θ na krystal byl stejný jako měřený úhel G-M počítačem. Pro vlnovou délku λ a energii E pak z rovnice (1) vyplývá

$$\lambda = \frac{2d \sin \theta}{n} \quad (2)$$

$$E = \frac{nhc}{2d \sin \theta}. \quad (3)$$

kde d je vzdálenost mezi difraktujícími rovinami, θ úhel měření, n řád maxima, h Planckova konstanta, c velikost rychlosti světla ve vakuu. Předpokládané závislosti pro $n = 1$ jsou v obr. 1

2.4 Určení Planckovy konstanty

Nejdříve určíme pro každé napětí maximální energii, která se ještě ve spektru nalezneme $E_{max} = eU$, kde e je velikost náboje elektronu, U je urychlovací napětí. Pro každé napětí nalezneme náběhovou hranu, kterou lineárně nafitujeme. Dále odečteme hodnotu konstantního šumu a souřadnice průsečíku tohoto bodu udávají kromě maximální energie i odpovídající úhel θ . Rovnici (3) převedeme na tvar

$$\sin \theta = \frac{hc}{2deU}, \quad (4)$$

Nyní proložíme závislost $\sin \theta$ na $\frac{1}{U}$ přímkou a zaznamenáme směrnici a

$$a = \frac{hc}{2de} \quad (5)$$

z které už můžeme jednoduše dopočítat Planckovu konstantu

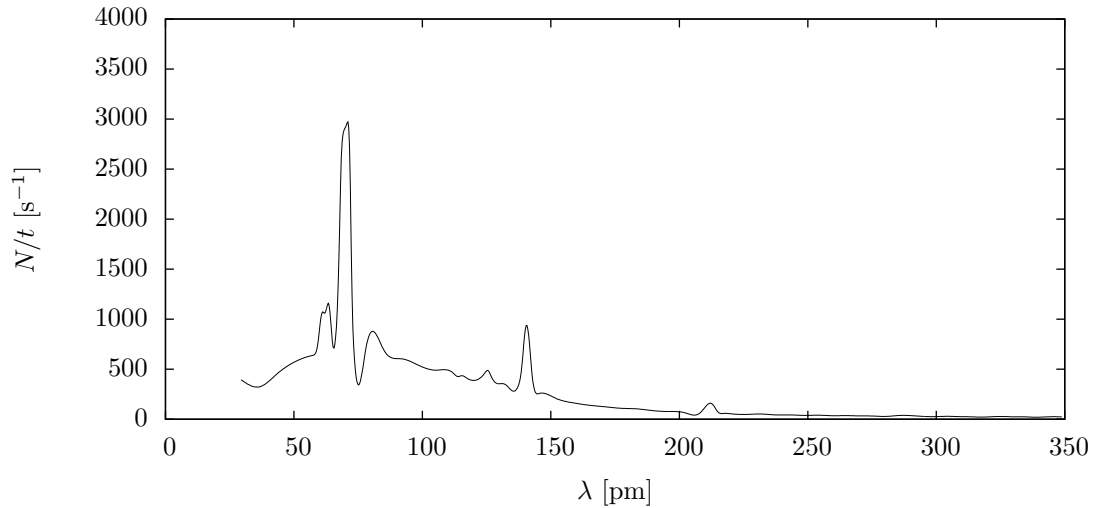
$$h = a \frac{2de}{c} \quad (6)$$

¹Charles Kittel situaci okomentoval následovně: „Braggovo odvození je jednoduché, ale přesvědčivé jen proto, že dává správný výsledek“ [2]

3 Výsledky

3.1 Měření spektra molybdenové anody – manuální ovládání měřicí aparatury

Ručně jsme měřili spektrum molybdenové anody. Napětí bylo 35 kV, proud jsme zvolili 0,8 mA. Graf závislosti počtu registrovaných fotonů za jednotku času N/t na vlnové délce λ naleznete na obr. 1.



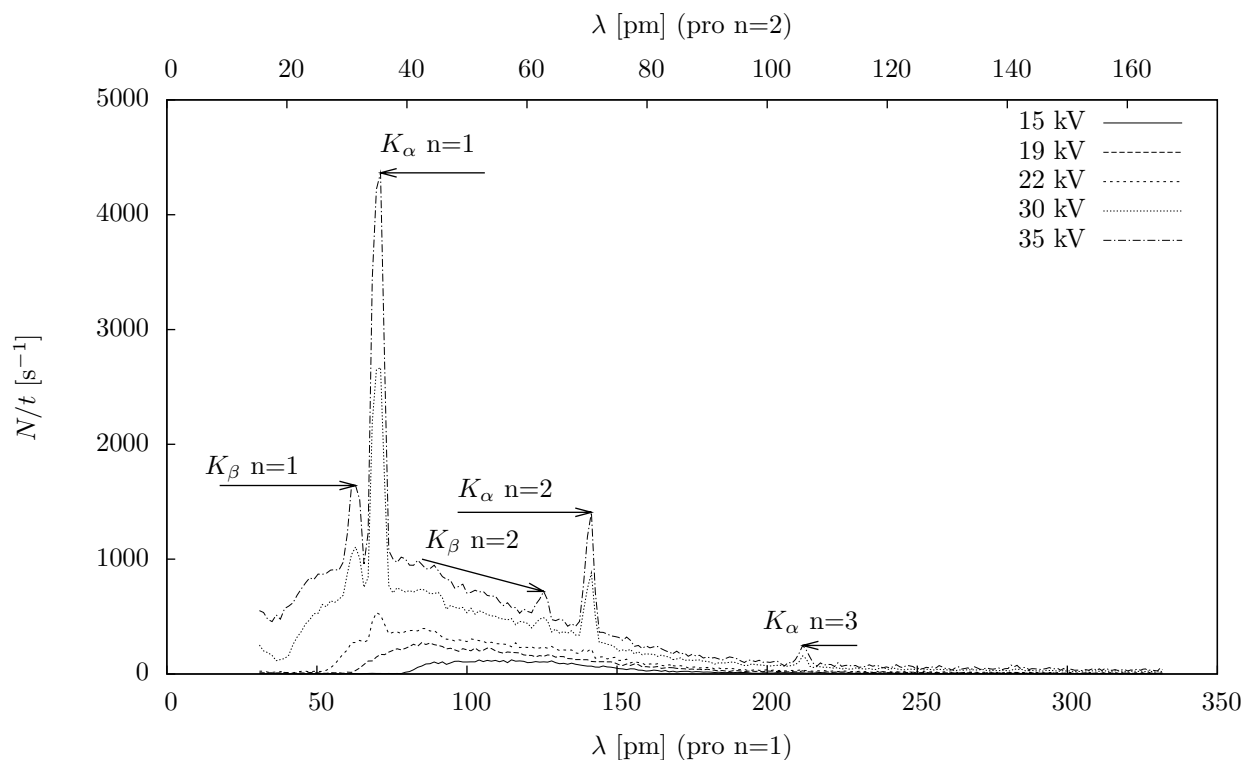
Obr. 1: Závislost počtu registrovaných fotonů za jednotku času N/t na vlnové délce λ při difrakci na krystalu LiF manuálně ovládaným spektrometrem s molybdenovou anodou

3.2 Měření spektra molybdenové a měděné anody – automatické ovládání měřicí aparatury

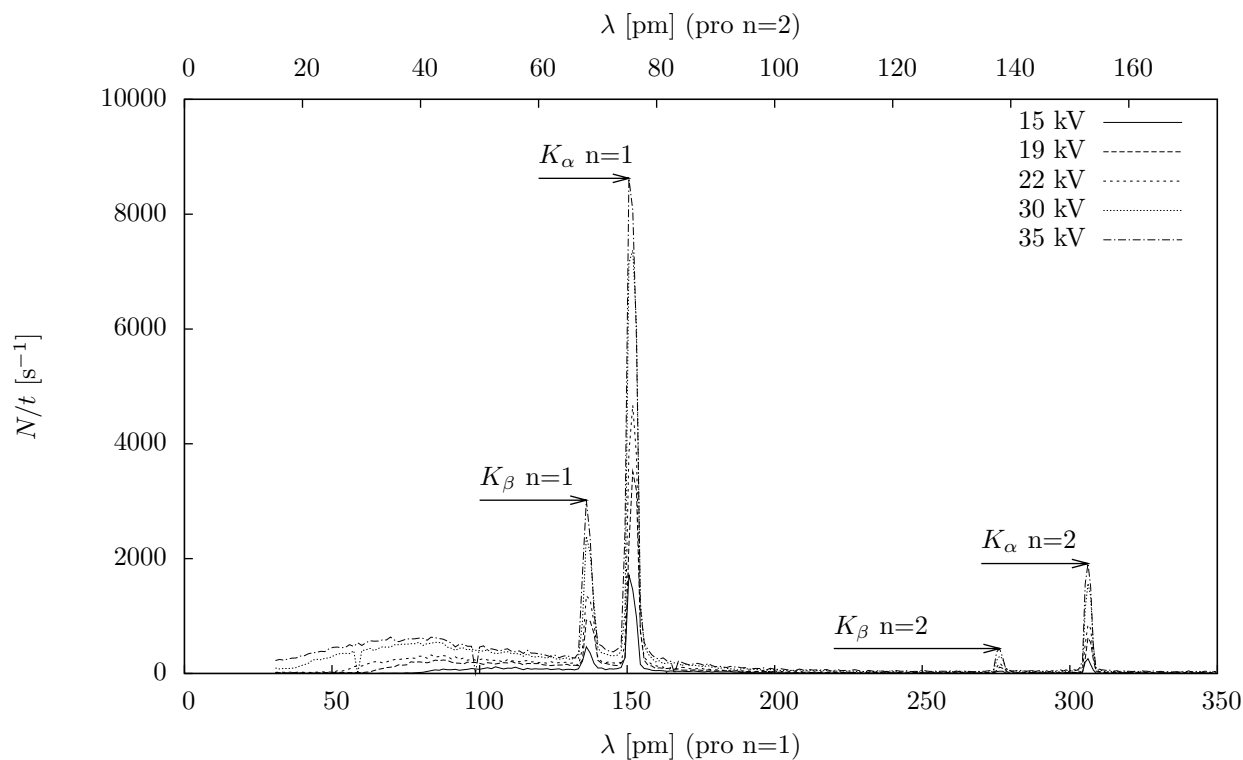
Parametry pro měření jsme v obou případech volili obdobné. Měřili jsme tato napětí: 15 kV, 19 kV, 22 kV, 30 kV, 35 kV. Měřili jsme po $0,2^\circ$. Závislosti počtu registrovaných událostí za jednotku času N/t na vlnové délce naleznete v grafech na obr. 2 a 3. Srovnání naměřených energií s tabulkovou hodnotou naleznete v tab. 1.

anoda	θ [$^\circ$]	n [-]	λ [pm]	E [keV]	E_{tab} [keV]
Mo	9,0	1	62,9	$19,7 \pm 0,4$	19,6
	10,2	1	71,2	$17,4 \pm 0,3$	17,4
	18,2	2	62,8	$19,8 \pm 0,4$	19,6
	20,6	2	70,7	$17,5 \pm 0,3$	17,4
	31,8	3	70,6	$17,6 \pm 0,3$	17,4
Cu	19,8	1	136,2	$9,10 \pm 0,09$	8,91
	22,0	1	150,6	$8,23 \pm 0,07$	8,04
	43,4	2	138,1	$8,98 \pm 0,07$	8,91
	49,6	2	153,1	$8,10 \pm 0,05$	8,04

Tab. 1: Měření charakteristického záření pro Mo a Cu – θ úhel rozptylu, n řád odrazu, λ vlnová délka, E naměřená energie, E_{tab} tabulková hodnota energie



Obr. 2: Závislost počtu registrovaných fotonů za jednotku času N/t na vlnové délce λ při difrakci na krystalu LiF manuálně ovládaným spektrometrem s molybdenovou anodou



Obr. 3: Závislost počtu registrovaných fotonů za jednotku času N/t na vlnové délce λ při difrakci na krystalu LiF manuálně ovládaným spektrometrem s měděnou anodou

3.3 Určení Planckovy konstanty

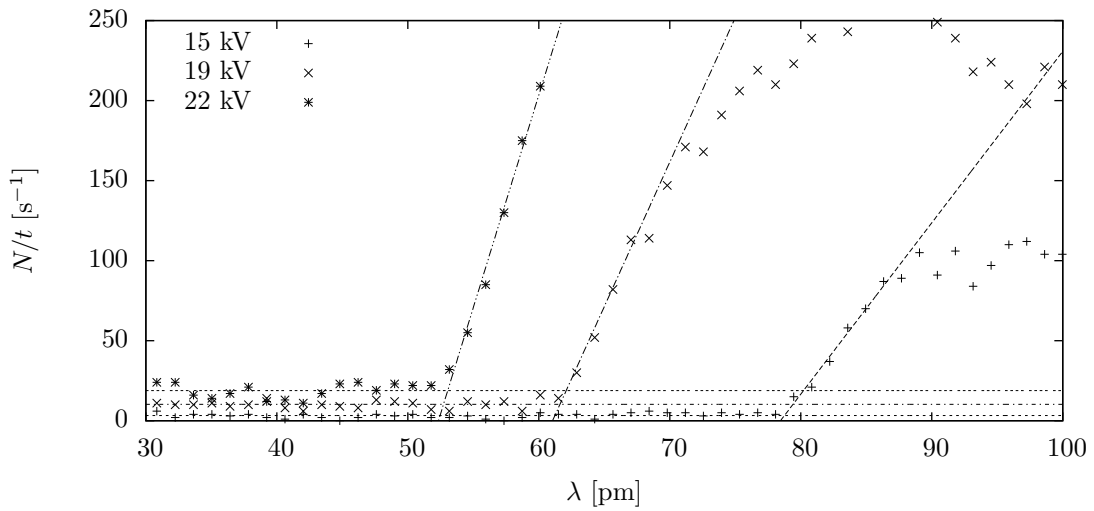
Nejdříve jsme hledali náběhové hrany, pro určení maximální energie (tj. minimální vlnové délky). Pro tento účel jsme u obou anod použili pouze tři nejmenší urychlovací napětí, neboť při silnějším zdroji záření se už fotony maximální energie skryly podstatně do šumu. Pro molybdenovou a měděnou anodu naleznete nafitované přímky v obr. 4 a 5. Už spočítané minimální vlnové délky λ , příslušející odrazný úhel θ včetně napětí U , při kterém byly změřeny, uvádíme v tab. 2. Následně jsme vynesli zadanou závislost (4) do grafu na obr. 6. Obdrželi jsme dva parametry a a t_0 pro molybden $a_{Mo} = 2921$ V a pro měď $a_{Cu} = 2871$ V. Ze vzorce (6) pak vychází

$$h_{Mo} = (6,3 \pm 0,3) \cdot 10^{-34} \text{ J} \cdot \text{s}$$

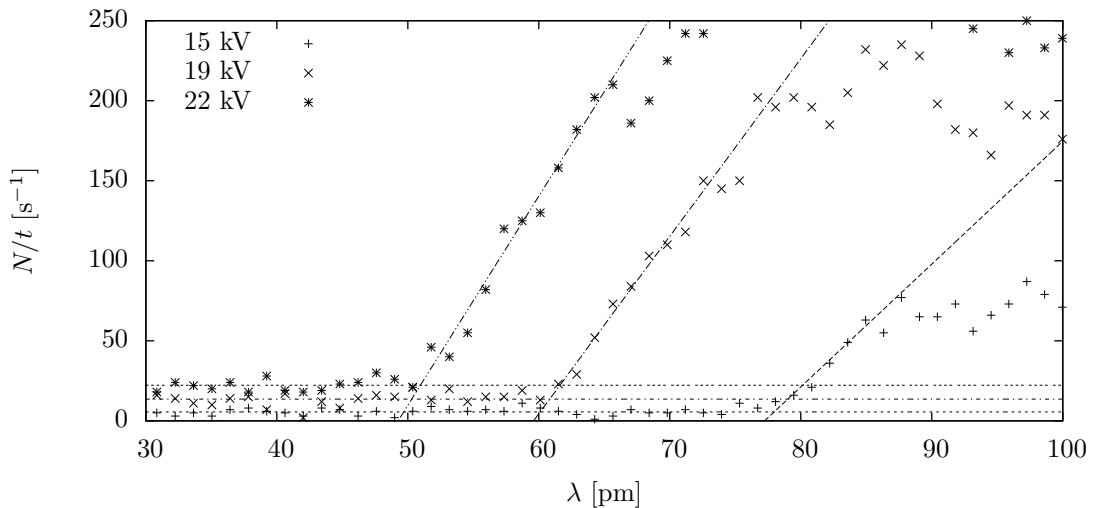
$$h_{Cu} = (6,2 \pm 0,3) \cdot 10^{-34} \text{ J} \cdot \text{s}$$

Tabulková hodnota je

$$h_{tab} = 6,626 \cdot 10^{-34} \text{ J} \cdot \text{s}.$$



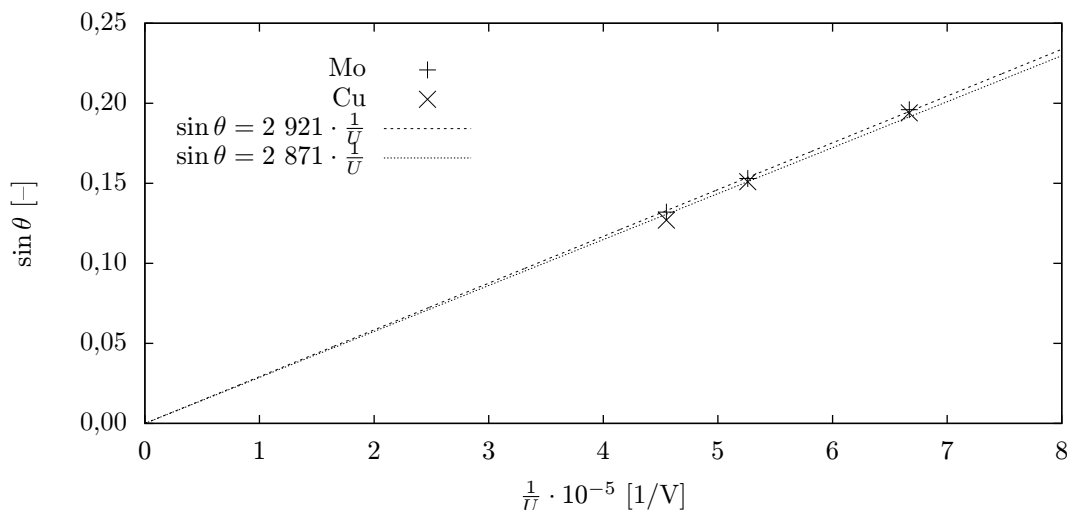
Obr. 4: Hledání minimální vlnové délky ve spektru molybdenové anody



Obr. 5: Hledání minimální vlnové délky ve spektru měděné anody

prvek	U [kV]	λ [pm]	$\frac{1}{U} 10^5$ [1/V]	$\sin \theta$ [-]
Mo	15	78,76	6,67	0,196
	19	61,61	5,26	0,153
	22	53,05	4,55	0,132
Cu	15	77,96	6,67	0,194
	19	60,83	5,26	0,151
	22	50,96	4,55	0,127

Tab. 2: Určování Planckovy konstanty z měření spekter – U napětí na anodě, λ minimální vlnová délka, θ úhel rozptylu



Obr. 6: K hledání Planckovy konstanty – závislost sinu úhlu odrazu θ na převrácené hodnotě napětí $1/U$.

4 Diskuze

4.1 Měření spekter

Nejdříve uvedme, že nás asistent upozornil na systematickou chybu $2,2^\circ$, kterou jsme již ve výsledcích měření odstranili. Měřili jsme nejdříve manuálně a pak pomocí počítače počet detekovaných fotonů za jednotku času v závislosti na úhlu. Při ručním měření byl počet detekovaných fotonů v reálném čase velmi proměnlivý, takže změřené hodnoty jsou vzniklé průměrováním měření trvající delší dobu než je jedna vteřina. Jak je vidět, toto spektrum se téměř na celém měřeném intervalu shoduje se spektry naměřenými pomocí počítače. Jediný rozdíl je propad za čarou K_α prvního řádu, to však může být právě chyba vzniklá průměrováním – tedy vinou nedostatečné statistiky.

Spektra změřená automaticky počítačem se shodují s teoretickými předpověďmi. Od určité vlnové délky (tj. do maximální energie) je tu spojité brzdné spektrum (šum před náběhem můžeme zanedbat) doprovázené charakteristickým čárovým spektrem. Energie těchto spektrálních čar se v mezích přesnosti měření naším spektrometrem shoduje s tabulkovými hodnotami. Snad jen v případě K_β prvního řádu ve spektru mědi je rozdíl 9,10 keV oproti tabulkové 8,91 keV, což je více než námi odhadovaná chyba měření 0,09 keV.

4.2 Určení Planckovy konstanty

Určili jsme dvě hodnoty Planckovy konstanty, podle toho kterou jsme použili rentgenku, bohužel obě se podstatně liší od tabulkové hodnoty. Jedná se o rozdíl 5% a 7%, což je větší než je odhad chyby měření. Pro fitování jsme použili pouze tři hodnoty pro každou anodu, neboť průběh u energií nad 25 kV už neobsahoval tak zřetelný začátek náběhové hrany, abychom mohli odečíst hodnotu maximální energie.

5 Závěr

Změřili jsme spektra molybdenové a měděné anody. Nejdříve jsme měřili ručně, následně jsme měření přenechali počítači. Energie naměřených spektrálních čar se shodují s tabulkovými hodnotami. Ve spektru jsme našli čáry prvního a druhého řádu, a dokonce u spektra molybdenu i čáru třetího řádu. Pokusili jsme se určit Planckovu konstantu. Dospěli jsme k hodnotám $h_{Mo} = (6,3 \pm 0,3) \cdot 10^{-34} \text{J} \cdot \text{s}$ a $h_{Cu} = (6,2 \pm 0,3) \cdot 10^{-34} \text{J} \cdot \text{s}$, což je bohužel 5 resp. 7 % od tabulkové hodnoty.

6 Literatura

- [1] ŠTOLL, I., *Dějiny fyziky*, 1.vyd., Praha, 584 s, Prometheus, 2009
- [2] KITTEL, Ch., *Úvod do fyziky pevných látek*, 1.vyd., Praha, 600 s, Academia, 1986
- [3] Kolektiv katedry fyziky, *Úlohy fyzikálních praktik – STUDIUM RENTGENOVÝCH SPEKTER MO A CU ANODY*, [cit. 2010-03-02], URL: <http://praktika.fjfi.cvut.cz/MoAnoda/MoAnoda.pdf>