

# Braggdiffraksjon

Ole Ivar Ulven, Carsten Lutken, Alexander Read, mfl.  
Revidert, Trine Tveter og Nina Edin, Februar 2020  
Fysisk institutt, UiO

Målene i denne oppgaven er å lære om egenskapene til elektromagnetisk stråling, herunder bremsestråling og karakteristisk stråling. Vi skal også se elektronenes bølgeegenskaper i praksis ved hjelp av elektrondiffraksjon. I tillegg møter man på en del eksperimentelle teknikker vi ikke har sett i tidligere oppgaver.

## I. BAKGRUNN

### A. Røntgenspektroskopi

#### *Bremsestråling og karakteristisk stråling*

Røntgenstråling er elektromagnetisk stråling, som oppstår ved to forskjellige prosesser når elektroner bremses i et stoff. Den første prosessen kalles *bremsestråling*, og oppstår når elektronene støter mot andre elektroner eller avbøyes i feltet rundt atomkjernene. Bremsestrålingsfotonene kan ha alle energier mindre enn elektronets kinetiske energi. Energispektret fra bremsestråling er med andre ord kontinuerlig. Siden den maksimale energien er avhengig av elektronets kinetiske energi, kan vi i prinsippet lage bremsestråling med så høy energi vi ønsker.

Den andre prosessen kalles *karakteristisk stråling*. Den oppstår når hurtige elektroner som går gjennom et stoff eksiterer eller ioniserer stoffets atomer eller molekyler. Atomene eller molekylene faller tilbake i sin laveste energitilstand igjen (deeksiteres) ved å sende ut elektromagnetisk stråling. Fotonene i denne strålingen har diskret energi, tilsvarende forskjellen mellom atomenes energinivåer. Energispektret blir et linjespektrum hvor linjene svarer til bestemte overganger i atomene i det stoffet som bremser elektronene. Disse helt bestemte energiene er karakteristiske for stoffet, og kan derfor brukes til å identifisere atomer i et stoff.

Bremsestrålingen og den karakteristiske strålingen kan inneholde både synlig lys og stråling utenfor det synlige spektret. Stråling med kortere bølgelengde enn lys kalles ultrafiolett stråling hvis den kan undersøkes med optiske metoder, f.eks. med mekanisk fremstilte strekgittere. Røntgenstråling er stråling med så kort bølgelengde at optiske metoder ikke kan benyttes. Denne strålingen studeres derfor vanligvis med *krystallspektrometre*. Skillet mellom røntgenstråling og ultrafiolett stråling er ikke satt ved noen bestemt bølgelengde. Det er den adekvate målemetoden som avgjør om strålingen skal kalles optisk lys eller røntgenstråling. Optiske metoder kan benyttes for bølgelengder ned til omlag 10 nm, røntgenspektroskopiske metoder for bølgelengder opp til ca. 60 nm.

Røntgenstråling har som regel lavere energi (lengre bølgelengde) enn  $\gamma$ -stråling, men forskjellen mellom røntgen- og  $\gamma$ -stråling avgjøres av selve strålingsmekanismen. Røntgenstråling oppstår ved prosesser i elektronbanene, mens  $\gamma$ -stråling oppstår i atomkjerner eller ved desintegrasjon av elementærpartikler.

Røntgenstrålingen karakteriseres ved bølgelengden  $\lambda$ , frekvensen  $\nu$ , eller fotonenergien  $h\nu$ , hvor  $h$  er Planck-konstanten. Energien gis vanligvis i elektronvolt, eV. For omregning gjelder:

$$E = h\nu = \frac{hc}{\lambda}$$

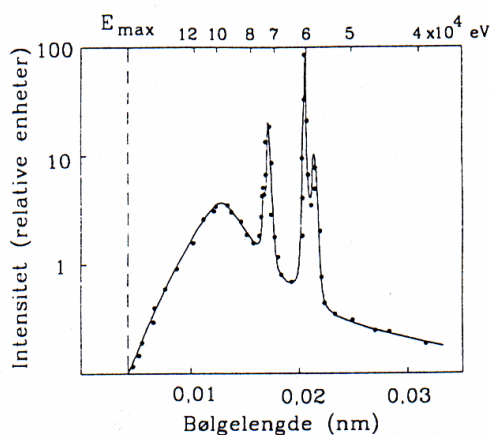
$$1 \text{ eV} = 1,602 \cdot 10^{-19} \text{ J}$$

$$\lambda E = hc = 1,241 \cdot 10^{-6} \text{ eV} \cdot \text{m}$$

### Energispektrum

Røntgenstrålingens energispektrum er utstrålt intensitet fremstilt som funksjon av bølgelengde, frekvens eller en annen størrelse som er en entydig funksjon av bølgelengden.

Bølgelengde og frekvens er omvendt proporsjonale, og det grafiske bildet vi får ved å benytte en bølgelengdeskala blir derfor forskjellig fra det vi får når vi benytter en frekvensskala. Intensiteten angis enten som utstrålt effekt pr. romvinkel i en bestemt retning, eller som antall utsendte fotoner pr. tidsenhet (tellerate) i en bestemt retning. Siden fotonenergien øker med økende frekvens eller avtagende bølgelengde, avhenger det grafiske bildet også av om vi avbilder strålingsstyrken eller fotontelleraten. Et typisk røntgenspektrum er vist i figur 1.



Figur 1: Røntgenspektrum. Strålekilden er wolfram bombardert med 170 keV elektroner. Spektret viser intensitet som funksjon av bølgelengde. Energiskala (ikke lineær) er vist øverst på figuren.

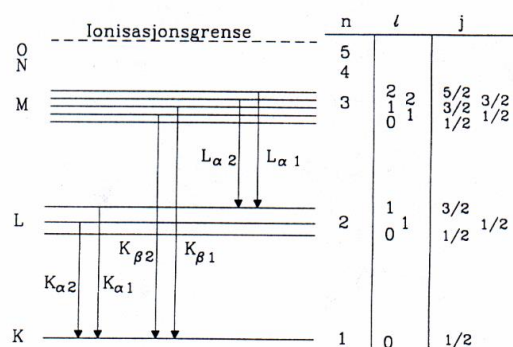
### Nomenklatur for den karakteristiske strålingen

Hvis elektroner i de ytre elektronskallene blir eksitert, vil strålingen som følger ligge i den infrarøde, synlige eller ultrafiolette del

av spektret. Etter eksitasjon av de indre skallene i tyngre atomer, får vi stråling i røntgenområdet.

Røntgenstråling gis betegnelse etter det elektronskallet som har mistet et elektron og som et atomært elektron faller ned i, det vil si slutttilstanden for overgangen. Vi kaller den K-stråling hvis slutttilstanden er i K-skallet, L-stråling hvis slutttilstanden er i L-skallet osv.

Fotonenergien avhenger selvfølgelig også av hvilket energinivå elektronet kommer fra. Dette angis ved indeksene  $\alpha$  for overgang fra det nærmestliggende skall,  $\beta$  fra det neste og så videre.  $K_{\alpha}$ -stråling betyr altså stråling ved elektronovergang fra L-skallet til K-skallet og  $L_{\beta}$ -stråling er stråling ved overgang fra N-skallet til L-skallet. Fordi hvert elektronskall inneholder flere energinivåer med meget liten innbyrdes energiforskjell, avhengig av kvantetallene  $l$  og  $j$ , får vi en tilsvarende finstruktur i spektrene. Linjene karakteriseres da i henhold til styrken med en ekstra indeks, f. eks.  $K_{\alpha,1}$ ,  $K_{\alpha,2}$ . Disse overgangene og de tilsvarende energinivåene er vist i figur 2.



Figur 2: Karakteristisk røntgenstråling. Figuren viser energinivåer som svarer til de forskjellige elektronskall i et atom K, L, M-skallet). Oppsplittingen i flere innbyrdes nærliggende energinivåer (finstruktur) er vist meget overdrevet (se teksten for nærmere forklaring). De vertikale strekene mellom energinivåene representerer overganger fra et skall til et annet. Spektrometeret som benyttes i denne oppgaven har ikke så stor

*oppløsningsevne at vi kan observere finstrukturen i spektrene.*

### *Røntgenspektroskopi. Braggs lov*

For å måle bølgelengder, benytter vi i optikken forskjellige typer gitter som er mekanisk fremstilt. Gitterkonstanten må være av samme størrelsesorden som strålingens bølgelengde. Røntgenstråling har så kort bølgelengde at den ikke lar seg undersøke ved optiske gitter. Isteden benytter vi de naturlige gitter som atomene i krystaller er ordnet i.

Vi betrakter en krystall hvor atomene er ordnet i et enkelt kubisk gitter og hvor overflaten er et gitterplan. Når strålingen treffer et gitterplan, virker dette som et speil. Stråling som spres mot de enkelte atomer i et plan interfererer konstruktivt, uansett bølgelengde, hvis refleksjonsvinkelen er lik innfallsvinkelen (speilbetingelsen).

Stråling som reflekteres fra to forskjellige gitterplan vil også interferere. Vi får konstruktiv interferens hvis gangforskjellen mellom den reflekterte strålingen fra de to planene er et helt antall bølgelengder. Av figur 3 ser vi at gangforskjellen mellom stråling som reflekteres fra to gitterplan i avstanden  $d$  fra hverandre er  $2d \sin \vartheta = n\lambda$  der  $\vartheta$  er vinkelen mellom den innfallende (eller reflekterte) stråling og gitterplanene.

Det oppstår altså konstruktiv interferens mellom stråling fra de to gitterplanene hvis

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

Der  $n$  er et helt tall og  $\lambda$  er bølgelengden for strålingen. Dette er Braggs lov eller Braggs betingelse for refleksjon av røntgenstråler.

Hvis vi benytter monoenergetisk røntgenstråling, varierer vinkelen  $\vartheta$  mellom den innfallende strålen og gitterplanet, og observerer den reflekterte strålen i

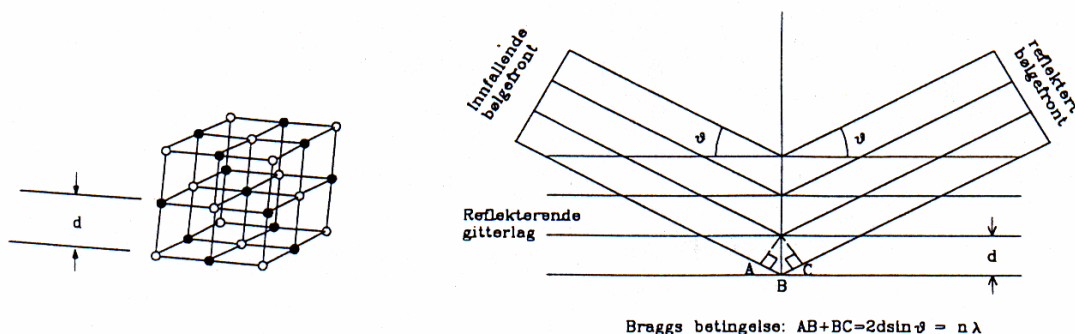
retning  $2\vartheta$  i forhold til den innfallende, vil vi se skarpe maksima i bestemte retninger, altså for bestemte verdier av  $\vartheta$ . Vi kaller det maksimum som svarer til at gangforskjellen mellom bølger fra to naboplan er  $\lambda$ , for første ordens maksimum. Gangforskjell  $2\lambda$  gir annen ordens maksimum osv.

### *Røntgenspektrometeret*

Et røntgenspektrometer har tre hoveddeler: Et røntgenrør, en krystall og en detektor for røntgenstråling. Dessuten må spektrometeret inneholde spalter eller blendere for avgrensning av strålingen. Krystallen og røntgendektoren er montert på et dreiebord med vinkelavlesning. Dreiebordet beveger krystall og detektor slik at innfallsvinkel og reflektert vinkel er like stor. Vi skal gi en kort beskrivelse av delene i spektrometeret som blir benyttet i denne oppgaven. Se figurene 4 og 5.

Et røntgenrør er et vakuumrør med en glødekatode. Elektroner fra katoden akselereres i feltet mellom anoden og katoden og treffer anoden med en energi  $eU$ , hvor  $U$  er spenningen over røret. Når elektronene treffer anoden, bremses de, og det produseres røntgenstråling, både bremsestråling og karakteristisk stråling. Den minste bølgelengden eller maksimale frekvensen i spektret svarer til at hele elektronenergien  $eU$  er overført til et enkelt foton.

Energien til den karakteristiske strålingen, skapt av overganger mellom kvantiserte energinivåer, som vist i figur 2, er kun bestemt av anodematerialet og er derved uavhengig av spenningen  $U$  over røret. Det røntgenrøret som benyttes i denne øvelsen har en anode av kobber. Spenningen over røret skal holdes på 20 kV. Den karakteristiske strålingen fra kobberanoden i vårt måleområde består av 4 linjer, listet i tabell 1.



Figur 3: Refleksjon fra krystall med gitterplanavstand  $d$ .

Strålingen fra røntgenrøret er skadelig, men absorberes fullstendig av det gjennomsiktige plastdekslet som omslutter apparatet. Et relé sørger for at høyspenningen til røret frakobles når dekslet åpnes. For å få løftet opp dekslet må det først skyves forsiktig til den ene siden. For å få spenning på røret må en senke dekslet og skyve det forsiktig tilbake til midtstillingen slik at reléet slår inn.

Den hvite hovedbryteren foran på apparatet kobler til glødespenningen, og en liten hvit lampe lyser opp. Hvis røret er kaldt, *venter en ca. 5 min* før den røde knappen merket «X-rays» trykkes inn. Den røde lampen indikerer da at røret er på og sender ut røntgenstråler.

Krystallen monteres i en holder i apparatets sentrum. Den må plasseres midt i holderen, med den lengste siden nøyaktig vertikalt. De brede sidene skal ligge an mot klemmene til holderen. Krystallen holdes mellom to fingre og festes forsiktig ved hjelp av skruen. **NB! Den må bare berøres på de smale sidene, ikke på de reflekterende brede sidene.**

Krystallen har en matt og en blank flate. For å oppnå størst mulig intensitet i den reflekterte strålen, skal krystallen monteres med den blanke flaten ut, men hvis krystallen ikke er helt nøyaktig innstilt, kan man da risikere at den reflekterte strålen ikke treffer GM-røret.

For å bli kjent med apparaturen og kontrollere den, benyttes en LiF-krystall. Denne er merket med en blå flekk i den ene enden. Gitterkonstanten for LiF er

$$2d = 401 \text{ pm}$$

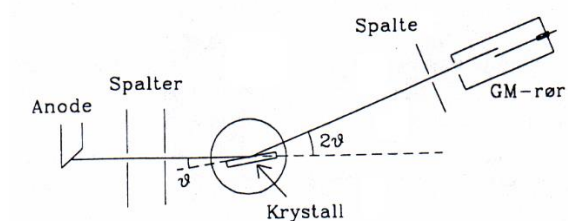
Siden stråling som reflekteres fra to forskjellige gitterplan også vil interferere, er gitterplanavstanden  $d = 200,5 \text{ pm}$  i ligning 1.

Som detektor for røntgenstrålingen benytter vi en Geiger-Müller-teller. Tellerørets platå ligger mellom 400 og 600 V (spenningen som skal brukes står vanligvis på en lapp klistret til tellerøret). Tellehastigheten kan registreres med ratemeter eller ved å måle antall tellinger i en på forhånd innstilt tid.

Telleren er satt bak to spalter på en dreiearm. Spaltene er plassert for å definere en tynn strålebane fra krystallen til telleren. Røret kan likevel registrere litt av all stråling som spres fra veggene og andre gjenstander i kammeret. Det vil derfor alltid være en viss bakgrunnsstråling, og denne vil øke når røntgenrøret slås på. Intensiteten av bakgrunnsstrålingen kan f.eks. observeres ved å måle telleraten når krystallen er fjernet og røret står på.

For samme bølgelengde vil Braggs lov være oppfylt for flere verdier av  $\theta$  svarende til forskjellige verdier av  $n$  (se ligning 1). Hver verdi av  $n$  gir et spektrum, et  $n$ 'te ordens spektrum.

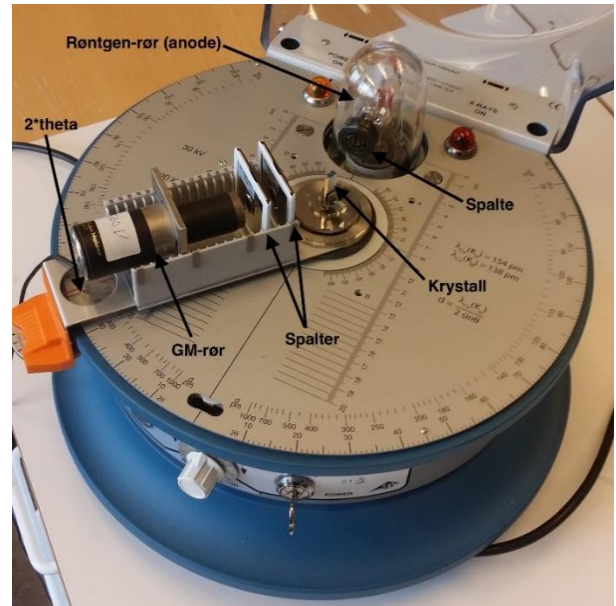
I observasjonene kan vi ikke skille mellom første og høyere ordens spektra fra bremsestrålingen. Spektra av forskjellige ordener vil overlagre hverandre. Første ordens spektret vil begynne ved en viss minste vinkel  $2\vartheta_{\min}$  som svarer til den maksimale energien i bremsestrålespektret. Ved vinkelen  $2\vartheta_2$  som er gitt ved  $\sin \vartheta_2 = 2 \sin \vartheta_{\min}$  begynner andre ordens spekteret. Figur 6 viser en skisse av det observerte spekteret, med første og annen ordens karakteristiske linjer sammen med det kontinuerlige bremsestrålingsspekteret, som stiger opp fra den flate bakgrunnen ved vinkelen  $2\vartheta_{\min}$ .



Figur 4: Bragg-type røntgenspektrometer med GM-detektor. Røntgenstråling fra anoden passerer en spalte, og treffer krystallen i vinkelen  $\vartheta$ . Den reflekterte strålen som danner vinkelen  $2\vartheta$  med den innfallende, går inn i GM-røret. Foran GM-røret er det to spalter som skjermer mot spredt stråling fra veggene i spektrometeret.

Tabell 1: Karakteristiske linjer for kobber (i vårt måleområde).

Linje	Bølgelengde (pm)
$K_{\alpha,1}$	154,4
$K_{\alpha,2}$	154,0
$K_{\beta,1}$	139,2
$K_{\beta,2}$	138,1



Figur 5: Bilde av Bragg-type røntgenspektrometer med GM-detektor. Røntgenstråling fra anoden passerer en spalte, og treffer krystallen i vinkelen  $\vartheta$ . Den reflekterte strålen som danner vinkelen  $2\vartheta$  med den innfallende, går inn i GM-røret. Foran GM-røret er det to spalter som skjermer mot spredt stråling fra veggene i spektrometeret

## B. Elektrondiffraksjon

Elektroner som blir spredt fra atomene i et krystallgitter vil danne diffraksjonsmønstre som kan beskrives ved elektronenes bølgeegenskaper. I denne laboratorieoppgaven (del C) skal vi måle to gitteravstander i polykrystallinsk grafitt (karbon) ved bruk av denne effekten. Grafittkrystaller i dampform er kondensert på et tynt lag med nikkel som er formet i et nettmønster. Elektronstrålen treffer nikkelnettet med grafittbekledning. Elektroner i strålen som treffer en grafittbitt (dvs. en grafittkrystall) med innfallsvinkel som oppfyller Braggs betingelse (se ligning 1 og 4) kan reflekteres fra plan i grafittkrystallen. Siden grafittbitene har tilfeldig orientering (i alle 3 romslige dimensjoner) vil de reflekterte elektronene danne en konus med den innfallende elektronstrålen som symmetriakse.



### Elektronenes de Broglie bølglengde

De Broglies berømte hypotese fra 1924 om at atomære partikler har bølgeegenskaper, var en avgjørende utvikling av kvanteteorien. Han postulerte at en partikkel med en impuls  $p$  har en bølglengde  $\lambda$  som kan skrives:

$$\lambda = \frac{h}{p}$$

Vi akselerer elektroner gjennom en potensialforskjell  $eU$ , slik at impulsen  $p$  kan finnes fra

$$eU = \sqrt{((mc^2)^2 + (pc)^2) - mc^2}$$

hvor  $e$  er elementærladningen,  $m$  er elektronets hvilemasse og  $c$  er lyshastigheten. Herav følger

$$\lambda = \frac{h}{p} = \lambda_c \sqrt{\frac{mc^2}{2eU}} f(U) \quad (2)$$

der

$$\lambda_c = \frac{h}{mc} = 2,426 \text{ pm}$$

og

$$f(U) = 1 / \sqrt{1 + \frac{eU}{2mc^2}} \quad (3)$$

### Braggspredning

På samme måte som ved røntgendiffraksjon, får vi Braggrelasjonen for første ordens spredning:

$$2d \sin \vartheta = \lambda \quad (4)$$

der  $d$  er gitterplanavstanden og  $\vartheta$  er spredningsvinkelen. I denne øvelsen treffer de spredte elektronene en kuleformet skjerm med radius  $R$ . Når prøven er polykrystallinsk, vil vi se en lysende ring med diameter  $D$  på skjermen. Geometrien er vist i figur 7 og et bilde av elektronrøret er vist i figur 8.

Ved små vinkler gjelder relasjonen:

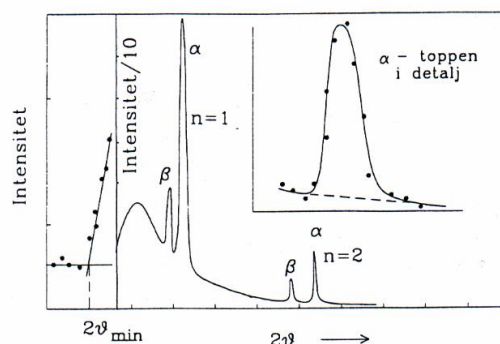
$$\vartheta \equiv \frac{D}{8R}$$

som gir

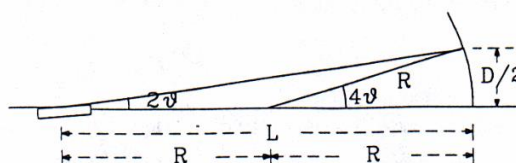
$$d \equiv \frac{\lambda}{2\vartheta} = \frac{2\lambda L}{D}$$

Tar vi et lite snitt av en grafittkrystall, kan vi illustrere hvordan «gitterplanavstandene» fremkommer, se figur 9. De to angitte gitterplanavstandene  $d_{10}$  og  $d_{11}$  gir opphav til to lysende ringe på skjermen.

Avstanden  $L = 2R$  mellom punktet der strålen treffer krystallen og skjermen er  $(127 \pm 3)$  mm for PHYWE 06721.00-røret og  $(140 \pm 3)$  mm for TELTRON 555-røret.



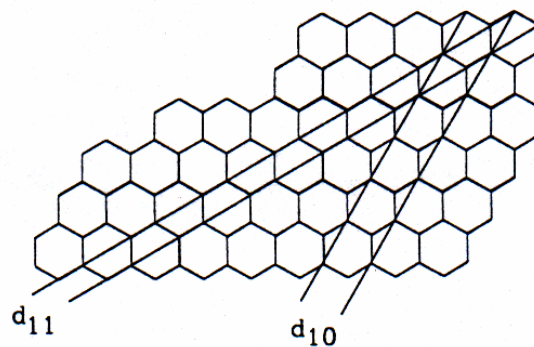
Figur 6: Skisse av observert røntgenspektrum, med detaljer. Vårt spektrometers oppløsnings-evne er ikke tilstrekkelig for å se finstrukturen av toppene (sammenlign med figur 1).



Figur 7: Geometrien for måling av småvinkel elektrondiffraksjon fra en krystall.



Figur 8: Bilde av elektronrør med innebygget blikk av karbonfilm.



Figur 9: Skisse som viser de to gitterplanavstandene for ytre og indre ring.

## II. LABORATORIEØVING

### A. Røntgenspektrometri på LiF-krystall (bremsestråling)

Røntgenspektrometeret med spalter og GM-rør (med kombinert høyspenningsforsyning og telleverk) er satt opp på forhånd. Benytt en LiF-krystall som har  $2d = 401 \text{ pm}$  i røntgenspektrometeret. Velg den nominelle verdien for spenningen over røntgenrøret  $U_R = 20 \text{ kV}$ .

1. Mål intensiteten for hver halve grad fra  $2\vartheta = 12^\circ$  inntil intensiteten flater ut (før den faller igjen) ved ca.  $2\vartheta = 20 - 22^\circ$ . Bruk måletid 60 s.
2. Fremstill måleresultatene grafisk.
3. Benytt grafen til å bestemme  $2\vartheta_{min}$  (se figur 6) og spenningen over røntgenrøret.
4. Sammenlikn den målte verdien for  $U_R$  med den nominelle verdien.

### B. Røntgenspektrometri på KCl-krystall (karakteristiske linjer)

Bytt ut LiF-krystallen med en KCl-krystall (merket med grønn flekk). **NB! Be en veileder om hjelp til å skifte krystall!** KCl-krystallen har  $2d = 629 \text{ pm}$ .

1. Beregn  $2\vartheta_\alpha$  og  $2\vartheta_\beta$  for  $n = 1$  og 2 (4 topper). Ta hensyn til at finstrukturen internt i alfa-linjen og beta-linjen (se tabell 1) ikke oppløses av spektrometeret.
2. Undersøk spektret fra KCl-krystallen og se om du eksperimentelt kan påvise topper i nærheten av de vinklene du beregnet, mao: Undersøk om dine målinger bekrefter gitterplanavstanden som er gitt over<sup>1</sup>. Bruk måletid 10 s ved hver halve grad.
3. Vil toppenes posisjoner på vinkelskalaen avhenge av den valgte spenningen over røntgenrøret? Begrunn svaret.

### C. Elektrondiffraksjon

Elektronkanonen, fokuseringssystemet og karbonfilmen er montert inne i en evakuert glassbeholder. Utstyret er koblet opp på forhånd. Den nominelle anodespenningen  $U_{nominell}$  fra høyspenningsforsyningen varieres. Pass på at anodestrømmen aldri blir høyere enn  $170 \mu\text{A}$ . **NB! La katoden varmes opp i minst ett minutt før anodespenningen settes på. NB! Ved bestemmelse av den faktiske anodespenningen  $U$  må det tas hensyn til at det er en  $R=10 \text{ M}\Omega$  motstand mellom høyspenningsforsyning og anoden, slik at vi får  $U = U_{nominell} - RI$ .**

1. Beregn verdien av den relativistiske korreksjonsfaktoren  $f(U)$  for  $U = 1, 5, 20, 50$ , og  $100 \text{ kV}$ .
2. Når anodespenningen overstiger  $3 \text{ kV}$  sees to lysende ringer på skjermen. Ringene er imidlertid noe utflytende. Mål ytre og indre diameter for hver ring, og bruk middelverdien  $D$  av de to diameter ved utregning av gitterplanavstandene. For ikke å forstyrre elektronstrålen benyttes et skyvelære av plast. Mål ringenes diameter og noter anodestrømmen  $I$  for 11 verdier av  $U_{nominell}$  mellom  $6,0$  og  $8,0 \text{ kV}$  for PHYWE-røret eller  $3,0$  og  $5,0 \text{ kV}$  for TELTRON-røret. For hver  $U$ -verdi, beregn elektronbølgelengden

---

<sup>1</sup> Hadde vi hatt bedre tid hadde vi bedt dere å skanne hele vinkelområdet spektrometeret dekker og finne hvilken gitterplanavstand prøven har.



$\lambda$  og forholdet  $\lambda/D$  for hver av de to ringene (som er en dimensionsløs konstant for fast gitteravstand). Vurder om det er nødvendig å regne relativistisk.

3. Beregn  $d_{10}$  (svarende til indre ring) og  $d_{11}$  (svarende til ytre ring) med usikkerhet, basert på spredningen i de 11 målingene av  $\lambda/D$  i forrige deloppgave og på den oppgitte usikkerheten i  $L$ . Finn deretter de to middelverdiene med usikkerheter  $\bar{d} \pm \delta d$ . Anbefalt fremgangsmåte: En kan utnytte at  $L$  er konstant (men usikker), slik at  $d$  kan skrives  $\bar{d} = 2L\bar{\phi}$ , der  $\phi$  er den dimensionsløse konstanten  $\lambda/D$  som er målt 11 ganger. Finn  $\bar{\phi}$  og estimer den statistiske usikkerheten i dette gjennomsnittet (se Squires avsnitt 3.4). Legg sammen den statistiske usikkerheten og usikkerhetsbidraget fra  $L$  for å bestemme total usikkerhet i  $d$ . Hadde det lønnet seg å ta flere målinger for å redusere den totale usikkerheten?
4. Beregn forventet forhold mellom gitterplanavstandene (se figur 9, enkel trigonometrisk utledning) og sammenlign med det målte forholdet.

### III. UTSTYRSLISTE

- Røntgenspektrometer med GM-detektor og spenningsforsyning/telleverk
- LiF-krystall
- KCl-krystall
- Evakuert glassbeholder for elektrondiffraksjon med spenningsforsyninger
- Skyvelære i plast