Pracovní úkoly

1) S využitím krystalu LiF jako analyzátoru proveď te měření následujících rentgenových spekter:

a) Rentgenka s Cu anodou.

- i) proměřte krátkovlnné oblasti spekter brzdného záření při napětích 15 kV/1 mA, 25 kV/0,8 mA, 30 kV/0,8 mA, 33 kV/0,8 mA. K měření používejte tyto parametry: clonu o průměru 2 mm, interval Braggova úhlu pro 15 kV v rozmezí (10° 15°) s krokem 0.2° a dobou expozice 8 s a pro ostatní napětí interval Braggova úhlu (3° 10°) s krokem 0.2° a dobou expozice 5 s;
- ii) proměřte charakteristická spektra rentgenky při napětích 15 kV a 33 kV. K měření používejte tyto parametry: clonu o průměru 2 mm, interval Braggova úhlu (15° 30°), krok 0.1° a dobu expozice 2 s;
- iii) proměřte tvar spektra s Zr absorbérem. K měření používejte tyto parametry: clonu s Zr absorbérem tloušťky 0.05 mm, interval Braggova úhlu (3° 30°), krok 0.1° a dobu expozice 2 s;
- iv) proměřte tvar spektra s Ni absorbérem. K měření používejte tyto parametry: clonu s Ni absorbérem tloušťky 0.01 mm, interval Braggova úhlu (3° 30°), krok 0.1° a dobu expozice 2 s.

b) Rentgenka s Fe anodou

- i) proměřte charakteristické spektrum rentgenky při napětí 33 kV/0.8 mA. K měření používejte tyto parametry: clonu o průměru 2 mm, interval Braggova úhlu (3° 30°), krok 0.1° a dobu expozice 2 s;
- ii) proměřte tvar spektra s Zr absorbérem. K měření používejte tyto parametry: clonu s Zr absorbérem tloušťky 0.05 mm, interval Braggova úhlu $(3^{\circ} 30^{\circ})$, krok 0.1° a dobu expozice 3 s.

c) Rentgenka s Mo anodou.

i) proměřte charakteristické spektrum rentgenky při napětí 33 kV/0.8 mA. K měření používejte tyto parametry: clonu o průměru 2 mm, interval Braggova úhlu (3° – 35°), krok 0.1° a dobu expozice 3 s.

d) Rentgenka s Cu anodou:

i) proměřte charakteristické spektrum rentgenky při napětí 33 kV/0.8 mA v intervalu Braggova úhlu (42° – 51°). K měření používejte tyto parametry: clonu o průměru 2 mm, krok 0.1° a dobou expozice 2 s.

2) Interpretujte naměřené výsledky (pro mezirovinnou vzdálenost krystalu LiF používejte hodnotu d = 201,4 pm):

a) Krátkovlnná mez brzdného záření

i) Ze změřených mezních vlnových délek (respektive frekvencí) určete hodnotu Planckovy konstanty a oceňte přesnost měření

b) Moselevův zákon

- i) Přesvědčte se, že naměřené úhlové frekvence spektrálních čar K_{α} a K_{β} 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.
- ii) Přesvědčte se, že i naměřené polohy absorpčních hran Zr a Ni splňují Moseleyův zákon.
- iii) Všimněte si, že absorpční hrana Ni koinciduje se spektrální čarou K_{β} mědi; této skutečnosti se využívá v rentgenové difraktografii pro monochromatizaci

charakteristického spektra mědi. Z provedeného měření určete filtrační efekt niklu pro čáru K_{β} .

c) Úhlová disperze

 Ze změřených spekter molybdenu určete velikost úhlové disperze pro různé řády difrakce.

Teoretická část

V rentgence dochází ke vzniku dvou druhů záření. První druh, brzdné záření, vzniká, když se elektrony dopadající na anodu začnou pohybovat v blízkosti atomových jader v anodě. Vzhledem k tomu, že se pohybují se zrychlením, začnou vyzařovat elektromagnetické záření. Mezní vlnová délka λ_m , vlnová délka fotonů s nejvyšší energií, závisí na urychlujícím napětí rentgenky U následujícím způsobem [1]:

$$\lambda_m = \frac{h \, c}{e I I} \tag{1}$$

Kde e je elementární náboj, c je rychlost světla a h je Planckova konstanta. Pokud změříme hodnotu λ_m pro různá napětí U, můžeme ze směrnice závislosti $\lambda_m\left(\frac{c}{eU}\right)$ určit Planckovu konstantu.

Druhý druh záření se nazývá charakteristické a je způsobeno excitací atomů anody, které následně přecházejí do základního stavu, přičemž uvolňují elektromagnetické záření. Energie tohoto záření je specifická pro prvek, ze kterého je anoda vyrobena. Závislost energie na protonovém čísle Z je popsána Moseleyovým zákonem [1]:

$$\sqrt{\omega} = \sqrt{\frac{3}{4}} R_{\omega} (Z - s) \tag{2}$$

Kde s je stínící konstanta, $\omega = \frac{2 \pi c}{\lambda}$ je úhlová frekvence a R_{ω} je Rydbergova úhlová frekvence, pro kterou platí následující vztah [1]:

$$R_{\omega} = \frac{m_e e^4}{32\pi^2 \varepsilon_0 \hbar^3} = (2,0606 \dots) \cdot 10^{16} \text{ s}^{-1}$$
 (3)

Kde m_e je hmotnost elektronu, ε_0 je permitivita vakua a \hbar značí redukovanou Planckovu konstantu. Konstanta $\sqrt{\frac{3}{4}}$ je platná pouze pro přechody K_{α} , pro přechody K_{β} je potřeba použít $\sqrt{\frac{8}{9}}$.

Pokud záření prochází absorbátorem, dochází ke změně intenzity záření v závislosti na vlnové délce záření. Pro vlnovou délku λ_a dochází k maximálnímu poklesu intenzity. Pro tuto vlnovou délku platí rovnice (2), kde za Z dosadíme protonové číslo absorbátoru. Filtračním efektem f rozumíme následující veličinu:

$$f = \frac{I}{I_0} \tag{4}$$

Kde I_0 je intenzita původního záření a I je intenzita záření, které prošlo absorbátorem.

Měření vlnových délek rtg. záření jsme prováděli pomocí rentgenové difrakce. Pro difrakční úhel θ a vlnovou délku λ platí Braggova rovnice [1]:

$$2d\sin\theta = n\lambda\tag{5}$$

Kde n je řád difrakce a d je mřížková konstanta. V našem případě jsme použili jako mřížku krystal LiF s mřížkovou konstantou d = 2.014 Å.

Úhlovou dispersi spektrometru lze spočítat dle následujícího vzorce [1]:

$$\frac{\partial \theta}{\partial \lambda} = \frac{n}{2d\cos\theta} \tag{6}$$

Protože úhel θ není správně určen (krystal je v úchytu potočen), dopouštíme se systematické chyby. Velikost pootočení $\Delta\theta$ můžeme určit z rozdílu charakteristických vlnových délek, které změříme, a tabulkových hodnot.

Výsledky měření

Tabulka 1: Mezní vlnové délky pro různá napětí

<i>U</i> [kV]	λ _m [Å]	Δλ _m [Å]
15	0.8120	0.014
25	0.4930	0.014
30	0.3952	0.014
33	0.3672	0.014
33	0.3672	0.014

Tabulka 2: Parametry fitu závislosti $\lambda_m \left(\frac{c}{eU}\right)$

h .10 ⁻³⁴ [Js]	6.46
Δh [%]	0.6
R^2	0.9998

V tabulce 1 jsou uvedeny naměřené hodnoty mezní vlnové délky. Vlnové délky jsme spočetli z rovnice (5), kde řád difrakce n byl 1. Úhel natočení θ jsme opravili, tak jak je popsáno v teoretické části. Chyby λ_m jsme získali pomocí vzorce pro chyby nepřímého měření. Jako chybu úhlu θ jsme zvolili velikost kroku a chybu mřížové konstanty jsme zanedbali.

Tabulka 2 obsahuje parametry lineárního fitu závislosti $\lambda_m\left(\frac{c}{eU}\right)$. Chybu Planckovy konstanty jsme určili z nejistoty směrnice fitu.

Tabulky 3-4 ukazují naměřené hodnoty ω pro různé materiály anody. V tabulce 3 jsou uvedeny hodnoty pro spektrální čáry K_{α} a v tabulce 4 pro spektrální čáry K_{β} . Chyby byly spočteny jako v předchozím případě.

Tabulka 3: Úhlové frekvence pro přechody K_a

Prvek	Z	$\omega . 10^{19} [s^{-1}]$	Δω [%]
Cu	29	1.220	0.4%
Мо	42	2.659	1.1%
Fe	26	0.967	0.3%

Tabulka 4: Úhlové frekvence pro přechody K_B

Prvek	Z	$\omega . 10^{19} [s^{-1}]$	Δω [%]
Cu	29	1.352	0.5%
Мо	42	3.013	1.2%
Fe	26	1.066	0.4%

Tabulka 5 obsahuje hodnoty naměřených Rydbergových úhlových frekvencí $R_{\omega_{\alpha}}$ pro přechody K_{α} a $R_{\omega_{\beta}}$ pro přechody K_{β} . V tabulce jsou uvedeny průměrné hodnoty stínících

konstant s_{α} a s_{β} . Chyby uvedené v tabulce jsou spočtené z nejistot parametrů lineárního fitu vzorce (2).

Tabulka 5: Rydbergova úhlová frekvence a stínící konstanta

	Hodnota	Rel. chyba [%]
$R_{\omega_{\alpha}} \cdot 10^{16} [\text{s}^{-1}]$	2.1825	0.05
$R_{\omega_{eta}} \cdot 10^{16} \; [\text{s}^{\text{-1}}]$	2.177	0.37
s_{lpha}	1.696	0.45
$s_{oldsymbol{eta}}$	2.55	2.40

Tabulka 6: Úhlové frekvence pro absorbátory

Prvek	Z	$\omega . 10^{19} [s^{-1}]$	Δω [%]
Ni	28	1.359	0.5%
Zr	40	2.825	1.1%
Zr	40	2.795	1.1%

Tabulka 6 obsahuje naměřené hodnoty ω pro absorpční hrany Zr a Ni absorbátorů. Chyby jsou opět spočtené jako v předchozím případě. Rydbergova úhlová frekvence vyšla v tomto případě: $R_ω = (2.41 \pm 0.07) \cdot 10^{16} \, \mathrm{s}^{-1}$.

Filtrační efekt niklu pro K_{β} čáru mědi jsme spočetli z (4) jako $f = (7.4 \pm 0.6)\%$. Chyba měření intenzit záření byla určena druhou odmocninou z naměřené hodnoty. Chyba filtračního efektu pak byla určena metodou přenosu chyby při nepřímém měření.

Tabulka 7 obsahuje velikost úhlové disperze pro různé řády difrakce. Chyby byly spočteny metodou přenosu chyby při nepřímém měření.

Tabulka 7: Úhlová disperze

	K_{α}		K_{β}	
n	$\frac{\partial \theta}{\partial \lambda}$ [nm ⁻¹]	$\Delta \frac{\partial \theta}{\partial \lambda}$ [nm ⁻¹]	$\frac{\partial \theta}{\partial \lambda}$ [nm ⁻¹]	$\Delta \frac{\partial \theta}{\partial \lambda} [\text{nm}^{-1}]$
1	2.5219	0.0008	2.5131	0.0007
2	5.338	0.004	5.228	0.003
3	8.771	0.009		

Diskuse

Přesnost měření při určování Planckovy konstanty byla nejvíce ovlivněna nepřesností nalezení mezní vlnové délky. Tato nepřesnost byla způsobena dvěma hlavními faktory. Zaprvé, samotná mezní vlnová délka není ve spektru nijak ostře ohraničena, proto bylo obtížné ji nalézt. Zadruhé, pro malé úhly θ svítila rentgenka přímo do detektoru, což způsobilo, že jsme detekovali vyšší intenzity, než jaké by odpovídali vzorci (5). Proto jsme nemohli přesně určit, kde se nachází mezní hodnota vlnové délky brzdného záření. Zároveň byla přesnost měření ovlivněna velikostí kroku změny úhlu θ . Nepřesnost vlnové délky způsobená nejistotou hodnoty θ vychází na zhruba 3%, což je zhruba rozdíl mezi námi naměřenou a tabulkovou hodnotou Planckovy konstanty.

Při určování Rydbergovy úhlové frekvence jsme prokládali pouze tři body, nicméně body leží téměř dokonale v přímce. Platnost Moseleyova zákona (2), jsme tedy ověřili. Hodnota R_{ω} nám vyšla oproti tabulkové o zhruba 5% větší, což je uspokojivý výsledek.

Naměřené polohy absorpčních hran Zr a Ni také splňují Moseleyův zákon (2). Přesné určení absorpční hrany bylo obtížné, neboť jsme nepozorovali okamžitý skok v intenzitách záření. Nejspíše proto nám vyšla Rydbergova úhlová frekvence o 15% vyšší než tabulková, je také možné, že se v absorbátorech nejednalo o přechod K_{α} .

Závěr

Určili jsme Planckovu konstantu jako: $h = (6.46 \pm 0.04) \cdot 10^{-34}$ Js.

Zjistili jsme, že polohy spektrálních čar odpovídají Moseleyovu zákonu. Rydbergova úhlová frekvence pro K_{α} přechod byla změřena jako: $R_{\omega} = (2.1825 \pm 0.0010) \cdot 10^{16} \text{ s}^{-1}$ a pro přechod K_{β} byla změřena jako: $R_{\omega} = (2.177 \pm 0.008) \cdot 10^{16} \text{ s}^{-1}$.

Literatura

[1] Rentgenová spektroskopie a difrakce. *Fyzikální praktikum* [online]. [cit. 3. 12. 2017]. Dostupné z: http://physics.mff.cuni.cz/vyuka/zfp/_media/zadani/texty/txt_421.pdf