

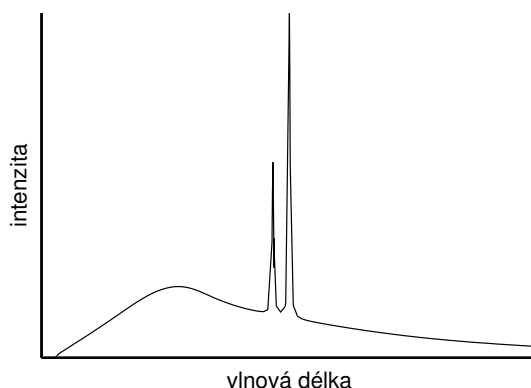
## Fyzikální praktikum 4

# Emisní spektrum rtg záření a Comptonův jev

### Cíle úlohy

Naměření spektrálního složení rtg záření pomocí difrakce na monokrystalu, Studium závislosti spojitého a brzdného záření na napětí rentgenky a typu terče. Měření závislosti energie charakteristických čar na protonovém čísle a ověření Moseleyho zákona. Určení Comptonovy vlnové délky.

### Teorie



Obrázek 1: Spektrum rtg záření jako součet spojitého a charakteristického spektra.

Dopadající elektron vybudí v materiálu antikatody rtg záření, jehož spektrum má spojitou a čarovou složku, obr. 1.

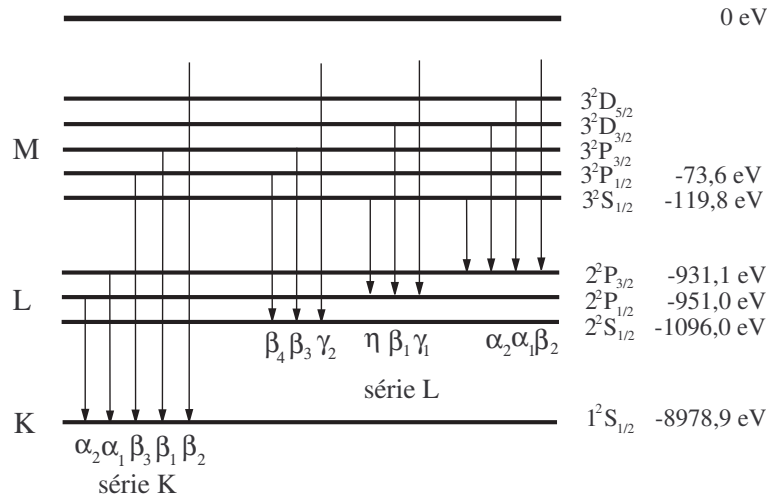
#### 1. Brzdné záření

Spojité složka rtg spektra vzniká zabrzděním dopadajícího elektronu v materiálu antikatody – *brzdné záření*. Energie fotonu brzdného záření je maximální, přemění-li se celá kinetická energie dopadajícího elektronu na energii fotonu. Pro minimální vlnovou délku (hranu) spojitého spektra platí

$$\lambda_{\min} = \frac{hc}{eU} \approx \frac{1,2394}{U}, \text{ [kV, nm]} \quad (1)$$

kde  $U$  je urychlující napětí v rtg lampě. Maximální intenzitu má brzdné záření pro vlnovou délku zhruba od  $1,5 \lambda_{\min}$  do  $1,8 \lambda_{\min}$  (hodnota závisí i na typu rentgentky).

#### 2. Charakteristické záření



Obrázek 2: Schéma přechodů elektronů vytvářejících charakteristické čáry. Energie slupek jsou uvedeny pro měď ( $Z = 29$ ).

Čarová složka rtg spektra – *charakteristické rtg záření* – vzniká následujícím procesem. Elektron dopadající na antikatodu vyrazí z hluboké slupky elektronového obalu atomu antikatody elektron a atom se tak ionizuje. Na volné místo v elektronovém obalu přejde elektron z vyšší slupky a přebytek energie se vyzáří jako foton rtg záření, jeho energie je rovna rozdílu energií počátečního a koncového stavu přecházejícího elektronu. Tyto přechody se realizují mezi dvojicemi stavů, pro něž platí výběrová pravidla

$$\Delta L = \pm 1, \quad \Delta J = 0, \pm 1, \quad (2)$$

kde  $L$  a  $J$  jsou kvantová čísla termu. Některé z těchto přechodů jsou znázorněny na obr. 2. Čáry vzniklé přechody elektronu do téže slupky (např. K) vytvářejí sérii K. Uvnitř série se čáry rozlišují písmeny  $\alpha, \beta, \dots$  podle toho, ze které slupky elektron přešel.

Závislost energie hladiny s hlavním kvantovým číslem  $n$  na protonovém čísle  $Z$  je přibližně popsána vztahem

$$E_n = -E_R(Z - \sigma)^2 \frac{1}{n^2}, \quad (3)$$

kde  $\sigma$  je stínící koeficient hrubě aproximující mezielektronové interakce a  $E_R = \frac{m_e e^4}{8\epsilon_0 h^2} = 13,6 \text{ eV}$  je Rydbergova energie. Energie přechodu mezi hladinami s kvantovými čísly  $n_1$  a  $n_2$  je pak popsán Moseleyho zákonem

$$E = E_R(Z - \sigma)^2 \left( \frac{1}{n_2^2} - \frac{1}{n_1^2} \right). \quad (4)$$

Například čára  $K\alpha$  vzniká při přechodu elektronu mezi hladinami  $n_1 = 2$  a  $n_2 = 1$ .

Intenzita charakteristické čáry je dána empirickým vztahem

$$I = C I_A (U_A - U_k)^n, \quad (5)$$

kde  $U_k$  je ionizační potenciál  $k$ -té slupky,  $I_A$  a  $U_A$  je proud a napětí na rentgence,  $C$  je konstanta a  $n$  nabývá hodnot mezi 1,5 a 1,75.

### 3. Absorpce a filtrace záření

Absorpce rtg záření probíhá převážně pohlcením fotonu elektronovým obalem při současné ionizaci atomu (fotoelektrická absorpce). V závislosti absorpčního koeficientu látky na vlnové délce rtg záření se vyskytují nespojitosti (absorpční hrany). Poloha absorpční hrany ve spektru odpovídá ionizační energii slupky v elektronovém obalu. Je-li energie absorbovaného fotonu menší

než např. ionizační energie slupky K, slupka K se nemůže ionizovat a absorpce probíhá jen ionizací jiných slupek v obalu. Zvětšíme-li energii fotonu tak, že je větší než ionizační energie, slupka K se může ionizovat a absorpce látky se skokem zvětší. Z polohy absorpční hrany ve spektru lze tedy zjistit ionizační energii slupky.

#### 4. Rtg fluorescenční spektroskopie

Energie absorbovaného rtg záření se může uvolnit ve formě sekundárního charakteristického záření. Vlnové délky charakteristických čar v emisním spektru rtg záření jsou dány elektronovými přechody mezi hlubokými slupkami elektronového obalu. Energie těchto přechodů jsou charakteristické pro atomy daného prvku a pouze velmi málo ovlivněny elektrony ve valenční slupce, t.j. chemickými vazbami. Měřením energie čar v emisním spektru je tedy možné snadno provést kvalitativní chemickou analýzu daného materiálu. Tohoto využívá metoda rtg fluorescenční spektroskopie (XRF – x-ray fluorescence spectroscopy). K buzení emisního spektra se nepoužívá elektronový svazek jako v rentgence, ale zkoumaný materiál se ozařuje rtg zářením o vhodné vlnové délce. Z předchozího odstavce plyne, že mohou být detekovány pouze takové prvky, jejichž energie absorpční hrany je menší než energie budícího záření. U těžkých prvků se mohou měřit i charakteristické čáry série L nebo i vyšší; v tomto případě musí být energie budícího záření větší než absorpční hrana příslušné slupky.

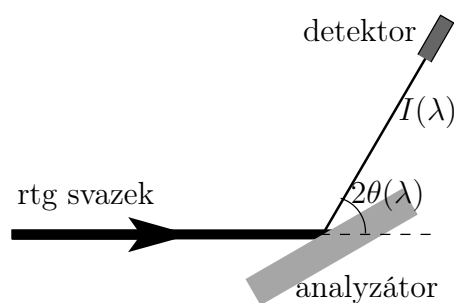
#### 5. Comptonův rozptyl

Při Comptonově rozptylu dochází k neelastickému rozptylu rentgenového fotonu na elektronu. Energie fotonu se při tomto rozptylu částečně předá v kinetickou energii elektronu. Úbytek energie je závislý na změně směru pohybu fotonu před a po rozptylu. Změní-li se směr fotonu o úhel  $\alpha$  prodlouží se vlnová délka fotonu o velikost

$$\Delta\lambda = \lambda' - \lambda = \frac{h}{m_e c} (1 - \cos \alpha), \quad (6)$$

kde  $\lambda$  je vlnová délka původního záření,  $\lambda'$  rozptýleného záření a  $\frac{h}{m_e c}$  je Comptonova vlnová délka.

### Postup měření



Obrázek 3: Schéma energiově citlivého měření s krystalovým analyzátozem.

Spektrum se měří pomocí difrakce kolimovaného záření na monokrystalu (analyzátoru), viz obr. 3. Při daném úhlu  $\theta$  mezi dopadajícím zářením a krystalografickou rovinou dochází na této rovině k difrakci pro vlnovou délku spektra, pro niž je splněna Braggova difrakční podmínka (kubické krystaly)

$$2a \sin \theta = \lambda \sqrt{N}, \quad N = h^2 + k^2 + l^2. \quad (7)$$

Závislost difraktované intenzity na úhlu  $\theta$  naměřená otáčením krystalu se tedy dá převést na závislost intenzity záření na vlnové délce. Přitom je třeba uvážit vliv superpozice vyšších řádů difrakce na analyzátoru.

Budeme tedy měřit spektrum jako závislost intenzity na Braggově úhlu analyzátoru, který poté přepočteme na vlnovou délku. Závislosti proměříme pro sérii napětí na rentgence a proudem ji protékajícím. Analyzujeme závislosti minimální vlnové délky a maximální intenzity spojitého spektra, a maxim charakteristického spektra. Provedeme měření s vloženým niklovým filtrem a analyzujeme jeho vliv na spektrum.

Pro zpřesnění měřené intenzity je třeba vzít v úvahu mrtvou dobu detektoru  $\tau$  podle vztahu

$$N = \frac{N_0}{1 - \tau N_0}, \quad (8)$$

kde  $N$  je skutečná intenzita a  $N_0$  je měřená intenzita (četnost pulsů za sekundu).

Rtg fluorescenční spektrum se měří pomocí polovodičového (křemíkového) detektoru, který měří přímo závislost počtu rtg fotonů na jejich energii. Tento detektor je dioda zapojená v závěrném směru a v klidovém stavu tedy neprotéká žádný proud. Rtg foton, který dopadne do oblasti PN přechodu, vybudí elektronové-děrové páry a způsobí tak proudový puls. Pro zvětšení účinnosti detektoru se používá dioda s rozšířenou nedopovanou (intrinsickou) vrstvou uvnitř PN přechodu, tzv. PIN dioda. Počet vybuzených párů je přímo úměrný energii dopadajícího fotonu, která se tak dá určit z amplitudy proudového pulsu. Ovládací program ukládá data ve formě histogramu – rozdělí měřitelný rozsah energií na intervaly (typicky na 512). Vztah mezi amplitudou pulsu a energií fotonu závisí na nastavení vyčítací elektroniky. Energie fotonu je lineární funkcí pořadí intervalu  $n$

$$E = an + b. \quad (9)$$

Koeficienty  $a$  a  $b$  určíme z měření energií emisních čar  $K\alpha$  a  $K\beta$  známého materiálu (například měděného plechu). Se známými koeficienty můžeme potom převést měřený rozsah na energii dopadajících fotonů.

Rozlišení použitého fluorescenčního detektoru je asi 150 eV. Pro měkké záření s energiemi pod cca 2 keV se už nedá smysluplně rozlišit jednotlivé prvky. Navíc se v této oblasti měkkého záření překrývá velké množství charakteristických čar: čáry série K pro prvky lehčí než fosfor (příspěvek atmosféry), L série prvků lehčích zirkonium, M série těžších prvků. Oblastí měkkého záření se proto nebudeme zabývat.

Postup měření Comptonova rozptylu je nepřímý a je založen na měření rozdílu absorpce dopadajícího a rozptýleného rentgenového záření. Detailně je popsán v manuálu k zařízení PHYWE.

Alternativně je možné použít energiově disperzní detektor na základě měření energiového posunu spektrálních čar molybdenu. Ve spektru rozptýleného záření se vyskytuje jak složka elasticky rozptýlená (bez změny energie fotonu), tak i neelastický (Comptonův) rozptyl. Rozdíl energií těchto čar v jediném spektru umožňuje snadno určit Comptonovu vlnovou délku.

## Experimentální vybavení

Rtg zdroj s měděnou, molybdenovou a wolframovou antikatodou, goniometr, analyzační monokrystal LiF (mřížková konstanta 4,028 Å, rovina povrchu (001)), ionizační detektor rtg záření (mrtvá doba  $\tau = 90 \mu\text{s}$ ), energiově disperzní detektor (PIN dioda), řídicí počítače.

## Doporučený postup a úkoly pro měření

Student má tři týdny na provedení měření. Doporučený postup:

- První týden – měření spektrálního složení rtg záření různých rentgenek v závislosti na parametrech rentgenky, zejména na napětí mezi katodou a anodou a také na druhu terče (k dispozici je měděná, molybdenová a wolframová lampa). Ověřte závislost polohy hrany spojitého spektra na budicím napětí, určete Planckovu konstantu. Ověřte empirický vztah pro závislost intenzity emisních čar na napětí, určete hodnotu exponentu.

- Druhý týden – měření spektrálního složení rtg. fluorescenčního záření pro různé materiály. Charakteristické čáry jednoho prvku použijte ke graduaci škály energiově disperzního detektoru (například měď, jejíž spektrum bylo měřeno výše). Ověření Moseleyho zákon pro čáry série K a L. Určení stínícího koeficientu.
- Třetí týden – Comptonův jev. Změřte posun vlnové délky pro několik rozptylových úhlů (například  $\alpha = 45^\circ, 60^\circ, 75^\circ, 90^\circ, 105^\circ$ ), ověřte Comptonův vztah a určete Comptonovu vlnovou délku.

Výstupem praktika budou prezentovány vyučujícímu naměřené závislosti ve formě grafů a naměřené hodnoty, včetně odhadu nejistot, pokud je to možné a vhodné.

### Doporučená literatura

V. Holý, J. Musilová, *Fyzikální měření II*, skripta UJEP, Brno, 1986.

V. Valvoda, M. Polcarová, P. Lukáč, *Základy strukturní analýzy*, Nakladatelství UK, Praha, 1992.

U. Pietsch, V. Holý, T. Baumbach, *High-Resolution X-Ray Scattering*, Springer, Berlin, 1999 a 2004.

### Přílohy návodu

1. Návod k ovládání difraktometru Phywe.
2. Návod pro difraktometr Phywe – měření Comptonova jevu.