

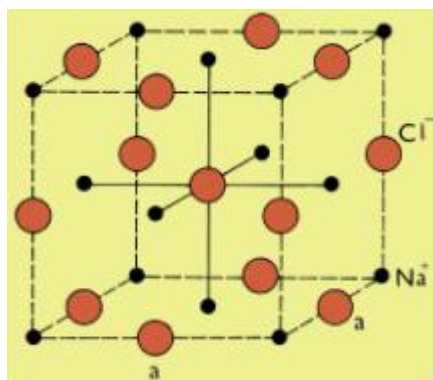
RTG fázová analýza

Ondřej Skowronek, Vojtěch Švarc
KIPL FJFI ČVUT

Využití rentgenového záření je široké. Jedno z mnoha použití je tzv. rentgenová fázová analýza, ve které se určuje fázové složení neznámého vzorku. Pomocí rentgenové fázové analýzy jsme určili složení minoritních fází ve vzorcích vápenců z lomu v lokalitě Choteč. Spočítali jsme vzdálenosti mezi atomárními rovinami a porovnali je se světovou databází PDF. Výsledkem bylo, že hlavní minoritní fází vápenců je hexagonální křemen..

1. Krystalická mřížka

Většina pevných látek vytváří krystalické struktury tedy pravidelné periodické uspořádání atomů v prostoru (Obr.1). Celkem existuje 14 způsobů tohoto pravidelného uspořádání – tzv. 14 Bravaisových mřížek. Každá krystalická látka má unikátní strukturu a tedy i vzdálenosti mezi rovinami mřížky jsou pro dvě různé struktury odlišné. Zjišťovat velikosti těchto rovinných vzdáleností nám umožňuje difrakce rentgenového (RTG) záření.



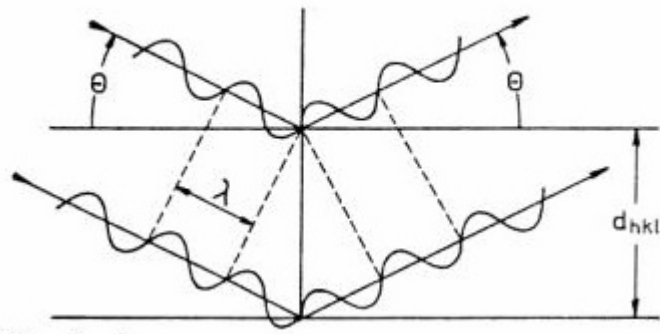
Obr.1 Krystalová struktura kamenné soli (NaCl).

2. Difrakce rentgenového záření

Strukturu vzorku lze zjišťovat pomocí difrakce RTG záření. Difrakcí zde rozumíme elastický rozptyl rentgenového záření od atomárních rovin krystalické mřížky. Difraktované záření od jednotlivých atomárních rovin spolu interferuje, přičemž podmínka interferenčního maxima vzniká jenom za specifických podmínek, tedy když mají odražené paprsky od každé roviny stejnou fázi. K tomu dochází pouze při splnění tzv. Braggovy rovnice (viz též obr.2):

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

kde λ je vlnová délka dopadajícího RTG záření, d je vzdálenost mezi rovinami mřížky a θ úhel, pod kterým dopadá RTG záření na danou rovinu (viz. obr. 2).

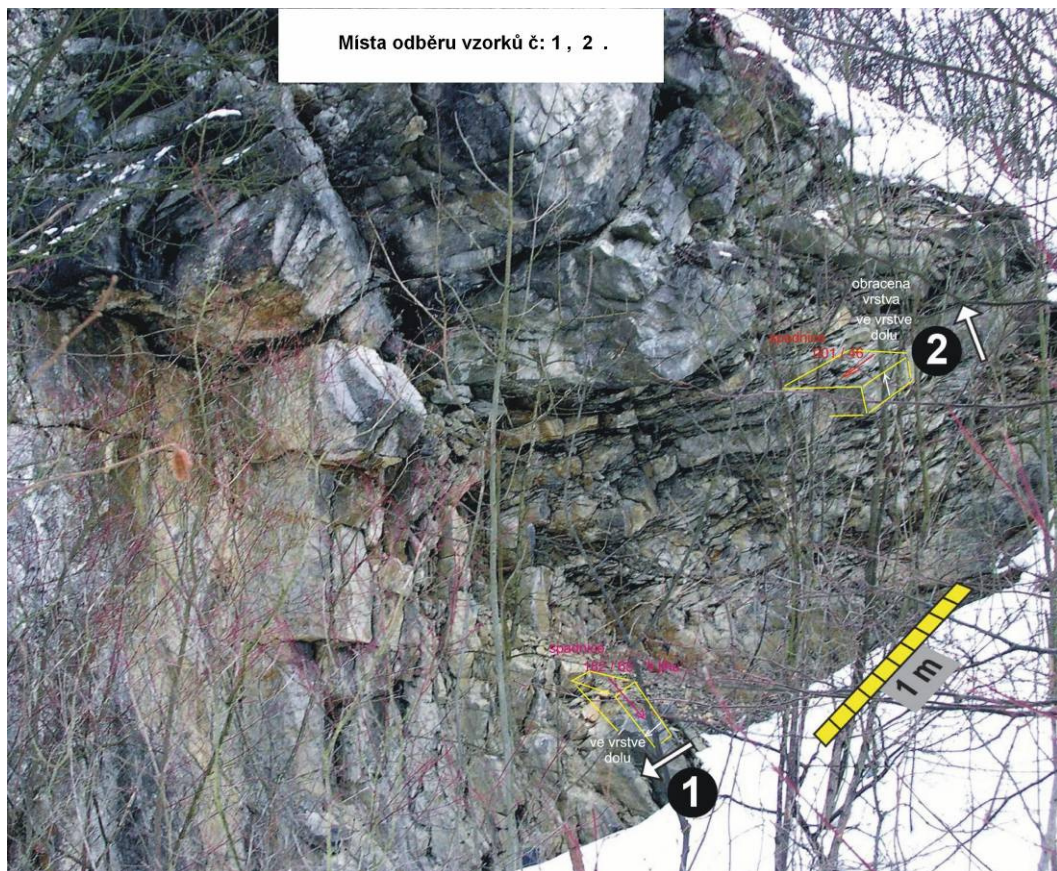


Obr. 2 Interference vln difraktovaných od dvou sousedních mřížkových rovin.

Nejběžnějším zdrojem RTG záření jsou tzv. rentgenové lampy. Jsou to vakuové trubice se zatavenými elektrodami (s urychlovacím napětím $\sim 10^3 - 10^4$ V), kde záření je buzeno bombardováním kovové anody urychlenými elektrony. Vlnová délka rentgenového záření závisí na materiálu, ze kterého je anoda vytvořena.

3.Experiment:

Vzorky k rentgenografickému difrakčnímu rozboru byly dodány Geologický ústavem AVČR v.v.i. Jednalo se o vzorky vápence z lomu „Na Škrábku“ lokality Choteč. Vzorky byly odebrány z vápencové zahnuté vrstvy (obr.3).



Obr. 3. Místa odebrání měřených vzorků.

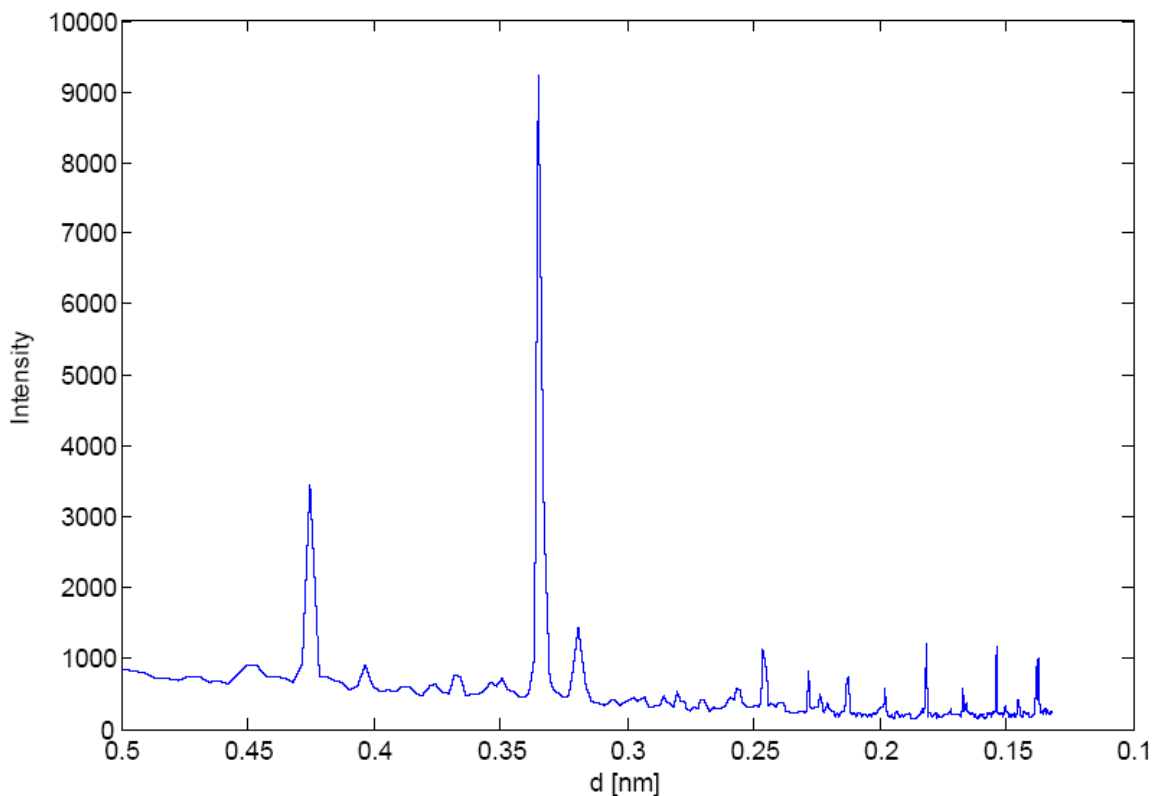
Naším hlavním úkolem bylo zjistit fázové složení minoritních fází obsažených ve vápenci, tzv. izolátů. Pro získání čistého izolátu bylo větší množství materiálu rozpuštěno jednak v kyselině octové, jednak v kyselině solné HCl (takto bylo dosaženo rozpuštění CaCO_3).

Pro naměření difrakčního záznamu izolátu byl použit difraktometr θ - 2θ zn. Siemens v Bragg-Brentanově uspořádání se zářením rentgenky s chromovou anodou ($\lambda = 0,229 \text{ nm}$). Měření jsme prováděli s přesností na $0,25^\circ$ úhlu 2θ . Každé měření bylo prováděno po dobu 10s a v rozmezí 2θ od 15° do 125° . Celková doba všech měření byla 2 hodiny.

4. Výsledky měření

Práškový difraktogram izolátu je uveden na obr.4.

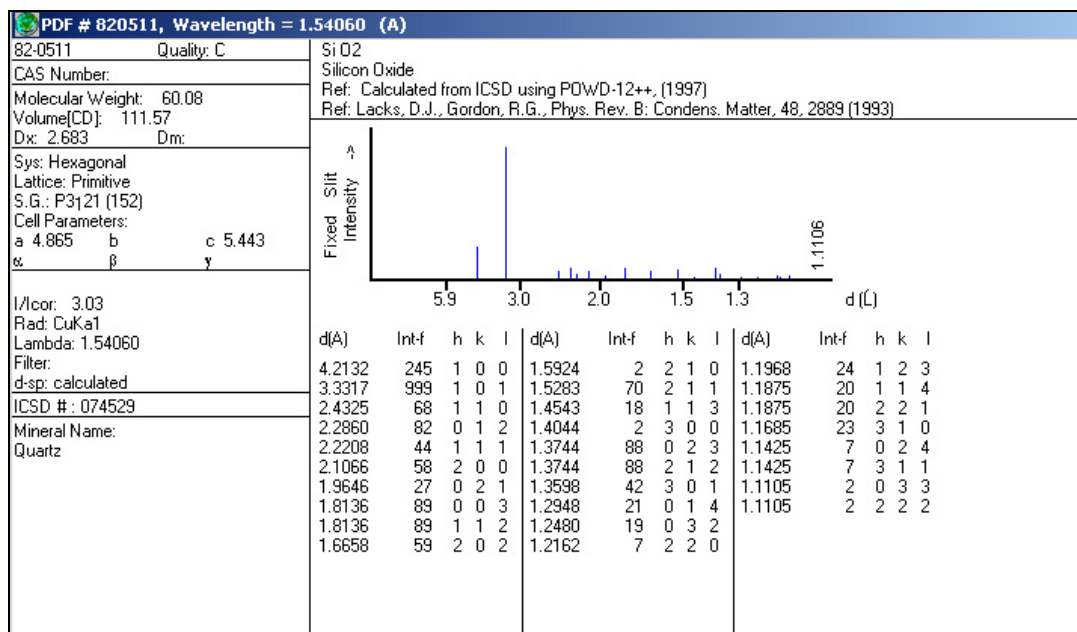
Z výsledků měření jsme zjistili v jakých úhlech je intenzita rentgenových paprsků nejvyšší. Tyto úhly jsme dosadili do Braggovy rovnice, ze které jsme vypočítali délky mezi atomárními rovinami krystalu izolátu.



Obr.4. Práškový difraktogram izolátu.

5. Diskuse:

Intenzivní difrakce izolátu byly identifikovány dle databáze PDF (Powder Diffraction Files). Hledaná fáze byla identifikována jako hexagonální křemen, karta 82-0511 (Obr.5).



Obr.5 Karta č. 82-0511 z PDF databáze odpovídající hexagonálnímu křemenu

6. Závěr:

Použili jsme RTG fázovou analýzu k určení složení minoritních fází vápence. Za provedení pokus bychom chtěli poděkovat V. Svobodovi a P. Sedlákovvi.

7. Reference:

KRAUS, I.: *Úvod do strukturní rentgenografie*, Academia 1985.



Jeden z prvních RTG snímků levé ruky p. Röntgenové.