

# RTG fázová analýza

T. Vrba

Gymnázium Svitavy, Sokolovská 1638/1, Svitavy

tomasvrbasy@seznam.cz

## Abstrakt:

Miniprojekt je zaměřen na RTG fázovou analýzu krystalických látek. Tato analýza je založena na difrakci RTG záření na atomových rovinách. Metoda byla použita na identifikaci neznámého vzorku odebraného v jáchymovských uranových dolech. Vzorek byl identifikován jako kubický  $\text{CaF}_2$ .

## 1 Úvod

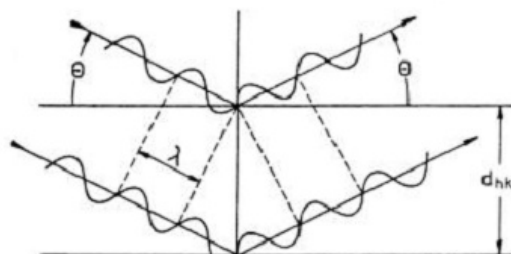
Cílem miniprojektu bylo seznámení se vznikem rentgenového záření a poté provedení dvou základních pokusů, které tohoto záření využívají. Hlavním úkolem bylo určení složení a struktury vzorku neznámé horniny z dolů v Jáchymově.

## 2 Braggova rovnice

RTG fázová analýza je založena na principu difrakce rentgenového záření. Strukturu krystalické mřížky si lze představit jako soustavu rovin. Ty se dají v prostoru uspořádat nekonečně mnoha způsoby. V případě, že na rovinu dopadá rentgenové záření, dochází na ní k difrakci. Vlny difraktované od dvou různých rovnoběžných rovin spolu interferují a je-li splněna podmínka daná Braggovou rovnicí, vzniká interferenční maximum. Braggova rovnice má tento tvar [1]:

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

kde  $\lambda$  je vlnová délka rentgenového záření,  $d$  je vzdálenost mezi rovinami a  $\Theta$  úhel dopadu záření (Obr. 1).

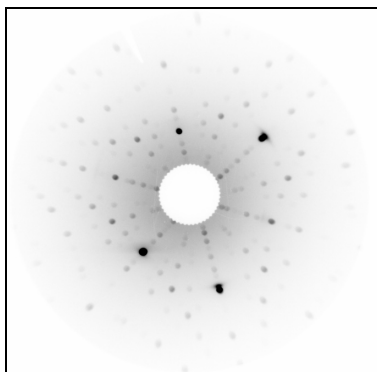


**Obr. 1** Difrakce RTG záření na dvou sousedních atomových rovinách.

Když tato podmínka splněna není, dojde ke vzniku interferenčního minima, protože v soustavě velmi velkého počtu rovin se ke každé rovině nachází rovina, na které vlnění difraktuje s opačnou fází.

### 3 Laueho pokus

Při Laueho pokusu se používá polychromatické záření (tzv. bílé záření). Proto pokus sice neumožňuje určit složení látky a vzdálenost mezi rovinami krystalové mřížky, ale je možné určit druh krystalografické struktury dané látky. Také dovede spolehlivě rozlišit látku monokrystalickou od polykrystalické.



**Obr.2** Lauegram monokrystalu Si (rovina (111))

Tento experiment jsme provedli na difraktometru v Debye-Scherrerově uspořádání na zpětný odraz a zkoumali dva vzorky známého složení. Vzorek se ozařoval 2 minuty a na film se odrážely pouze vlny, jejichž vlnová délka odpovídá Braggově podmínce. U křemíku poukazovaly symetricky rozmístěné body Lauegramu na orientaci vzorku ve směru [111] (viditelná trojčetná symetrie). U polykrystalické látky se body spojovaly do kružnic, protože jednotlivá zrna jsou v prostoru různě uspořádána.

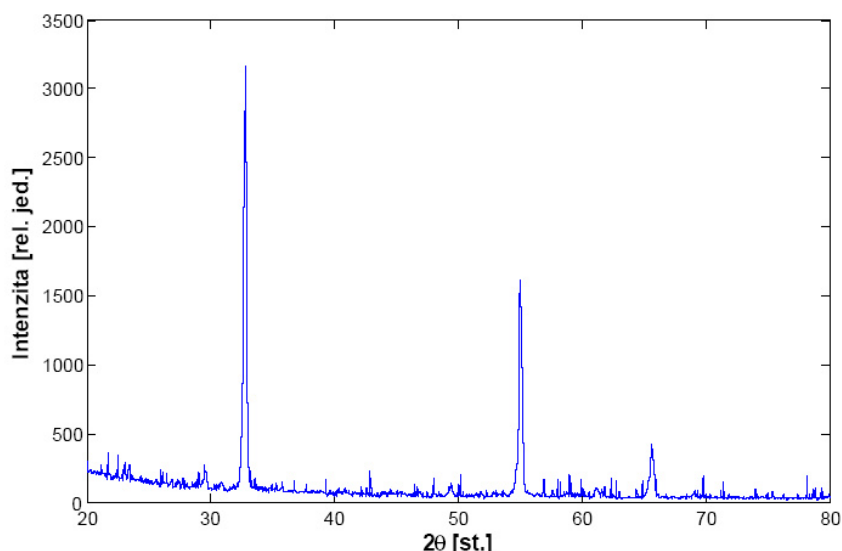
### 4 RTG fázová analýza

Při pokusu jsme zkoumali vzorek odebraný v jáchymovských dolech na difraktometru v Bragg-Brentanově uspořádání. Nejprve proběhlo rozdrčení vzorku a jeho nalepení na sklíčko.

Podmínky měření byly následující:

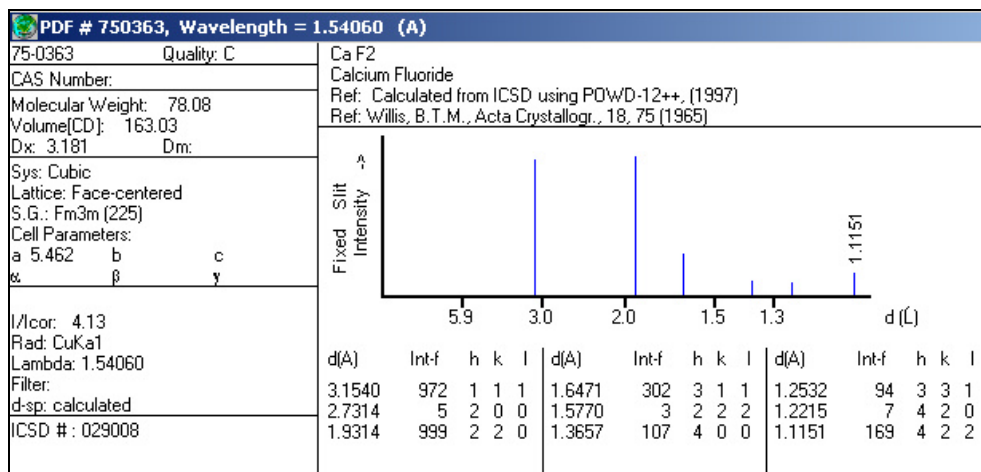
kobaltová anoda (vlnová délka 1,78897 Å)  
napětí rentgenky: 30 kV  
proud v rentgence: 20 mA  
skanovaná oblast  $2\Theta$ : 20° až 80°  
krok skenování  $\Delta 2\Theta$ : 0,05°  
doba setrvání detektoru v jedné poloze: 5 s  
rotace vzorku v průběhu měření

Z naměřených hodnot jsme sestavili graf (Obr.3), který ukazuje, že interferenční maxima dostáváme při třech hodnotách  $2\Theta$  (32,85°, 55° a 65,65°). Odtud jsme pomocí Braggovy rovnice vypočítali odpovídající mezirovinné vzdálenosti (0,316nm, 0,194nm a 0,165nm).



**Obr.3** Naměřený difraktogram z práškového vzorku.

Při dalším postupu jsme použili databázi PDF [2] (powder diffraction file). Jako kritéria pro vyhledávání posloužily nejprve tři zjištěné hodnoty mezirovinných vzdáleností. Tuto podmínku však stále splňovalo velké množství vzorků. Proto jsme jako další kritérium použili obsah fluoru, protože jeho charakteristický zápach byl patrný při roztírání. Tímto způsobem jsme zjistili, že neznámým vzorkem je fluorid vápenatý ( $\text{CaF}_2$ , příslušná karta z PDF databáze viz Obr.4) uspořádaný v plošně centrované kubické struktuře. Mřížkový parametr měl velikost  $5,46 \text{ \AA}$ .



**Obr.4** Karta z PDF databáze příslušející kubickému  $\text{CaF}_2$ .

## 5 Shrnutí

Při laboratorním cvičení jsme dokázali splnit všechny úkoly stanovené na začátku miniprojektu a určit neznámý vzorek z jáchymovských uranových dolů. Tento vzorek byl dlouhodobě vystaven účinkům přirozené radioaktivity a jeho podrobnější zkoumání by mohlo najít své uplatnění v souvislosti s budováním hlubinného úložiště jaderného odpadu.

## **Poděkování**

Chtěl bych poděkovat organizátorům fyzikálního týdne za možnost provést daný experiment.

## **Reference:**

[1] GIACOVAZZO, C. *Fundamentals of Crystallography*, Oxford University Press, 2002

[2] [www.icdd.com](http://www.icdd.com)