RTG fázová analýza

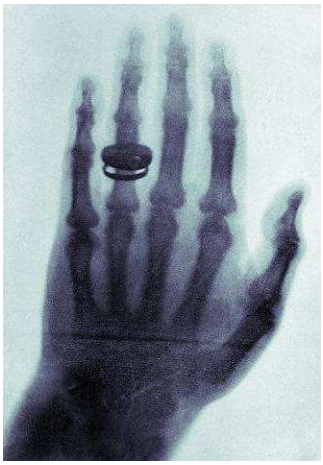
Martin Malý, Gymnázium Českolipská 373, martin.maly@desineo.com
Petr Bezstarosti, Gymnázium Dobruška, kresice1@centrum.cz

Abstrakt:

Cílem našeho pozorování bylo seznámit se s různými možnostmi využití rentgenového záření. Na různých přístrojích laboratoře jsme se mohli přesvědčit o existenci krystalových mřížek, dozvěděli jsme se o jejich struktuře a tvaru. Při hlavním experimentu jsme právě pomocí rentgenové fázové analýzy dokázali identifikovat naprosto náhodně vybraný neznámý vzorek horniny porovnáním s celosvětovou databází vzorků.

1 Úvod

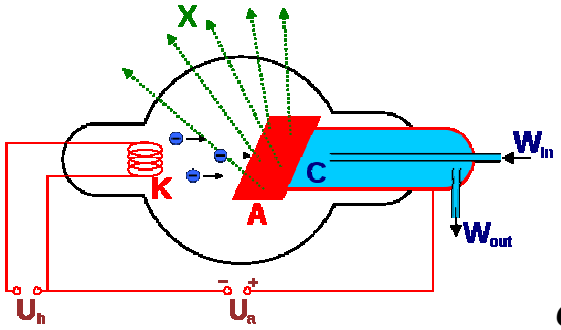
Rentgenové záření bylo náhodně objeveno roku 1895 německým fyzikem Wilhelmem C. Röntgenem a záhy začalo být hojně využíváno ve zdravotnictví. Kromě lékařství se však dá využívat i v jiných oblastech. Roku 1912 fyzikové W. L. Bragg a M. Laue objevili difrakci RTG záření na krystalické mříži a pomocí této difrakce určili strukturu jednoduchých halogenidů. Od jednoduchých halogenidů se časem podařilo určovat i složité polykrystalické látky a určené struktury byly postupně zařazovány do *PDF (Powder Diffraction Files)* databáze [1]. Dnes už čítá databáze *PDF* více než půl milionu vzorků a difrakční analýza se používá v různých oblastech průmyslu i v kriminalistice.



Obrázek 1: *Jeden z prvních rentgenových snímku – ruka Berthy Röntgenové*

2 RTG záření

RTG záření je vysokoenergetické elektromagnetické záření. Záření je generováno rentgenovou lampou. Ta se skládá ze žhavené wolframové katody a anody. Jako materiál anody se používá např. měď, kobalt, železo; my jsme používali chrom. Při připojení vysokého napětí mezi katodu a anodu jsou elektrony emitované z katody urychlovány a prudce naráží na anodu. Nárazem vzniká mimo jiné i samotné rentgenové záření. Vlnové délky RTG záření využívané pro fázovou analýzu jsou řádově desetiny nanometrů.



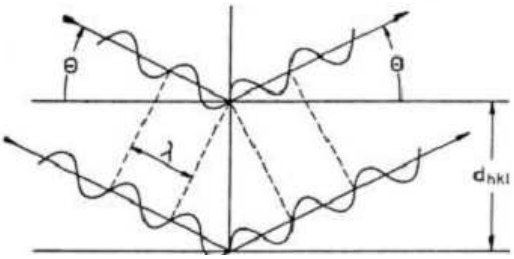
Obrázek 2*: Schéma rentgenové lampy[2]*

3 Braggova rovnice

Strukturu krystalické mřížky tvoří soustavy rovin, které se dají v prostoru uspořádat nekonečně mnoha způsoby. Když na krystalovou mřížku dopadá rentgenové záření, dochází k difrakci – odrazu záření pod stejným úhlem, kterým dopadlo (jako světelné záření na zrcadlo). 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:

$$\lambda = 2\,\mathrm{d}\sin\theta, \tag{1}$$

kde λ je vlnová délka rentgenového záření, d je vzdálenost mezi rovinami a θ úhel dopadu záření (Obrázek 3) [3].

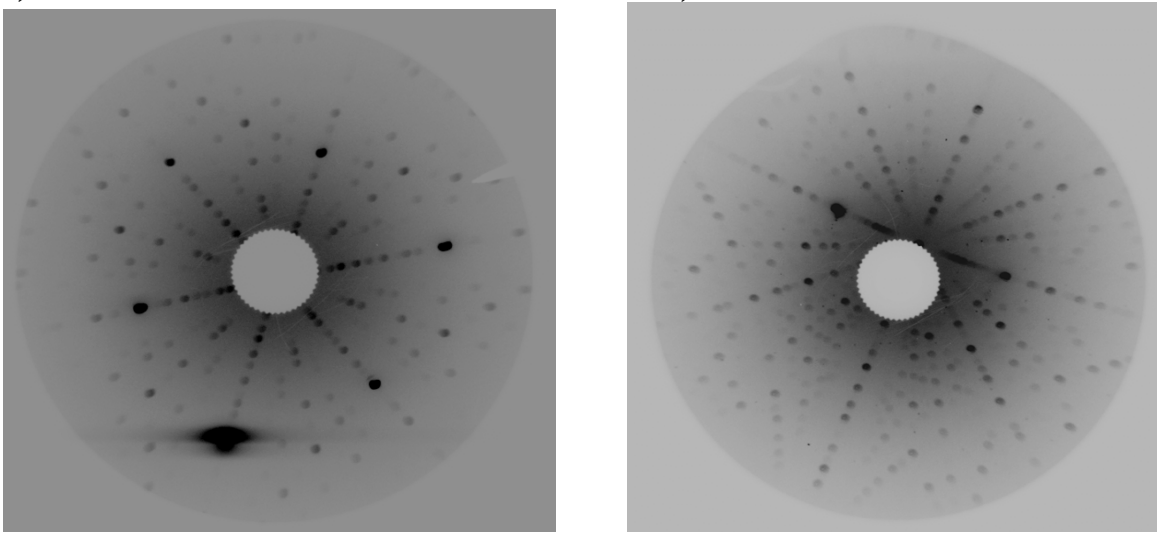


Obrázek 3: *Difrakce RTG záření na dvou sousedních atomových rovinách krystalické mřížky.*

4 Laueho experiment

Jedná se vlastně o první experiment difrakce RTG záření na krystalové mřížce. Při tomto experimentu se používá polychromatické záření, které se rozptyluje na monokrystalu. Záření je detekováno na zpětný odraz na film.

a) b)



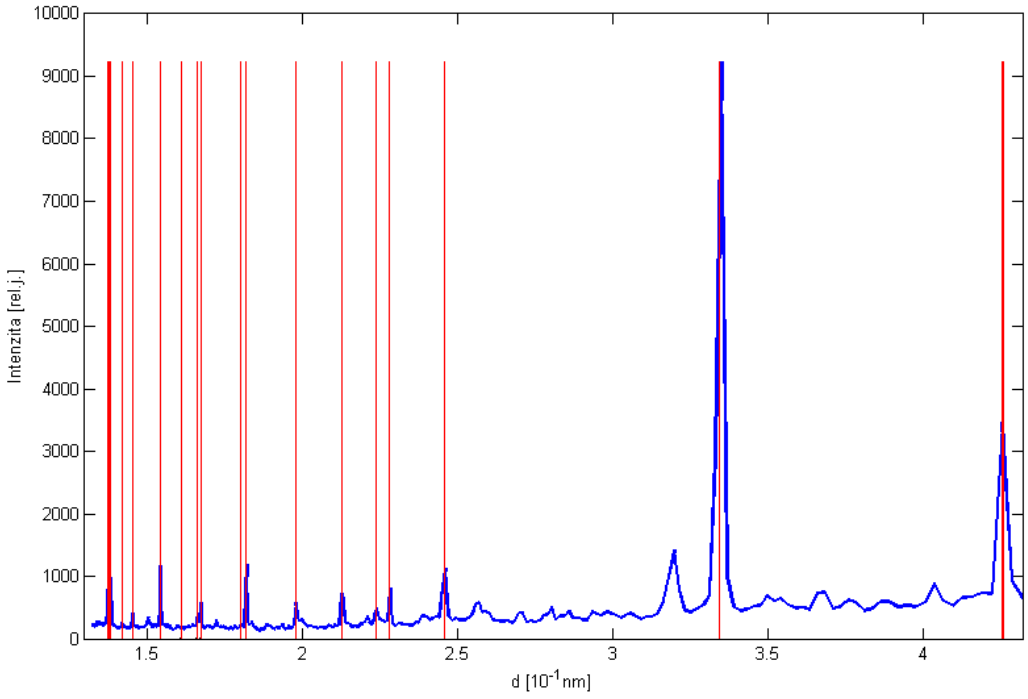
Obrázek 4: *Lauegram a) rovina (111) Si; b) obecná rovina křišťálu* SiO_2

5 RTG fázová analýza

Při experimentu jsme na difraktometru v Bragg-Brentanově uspořádání zkoumali náhodně vybraný vzorek neznámého prášku.
Podmínky měření byly následující:

- chromová anoda (vlnová délka 2,291 Å)
- napětí rentgenky: 30 kV
- proud v rentgence: 24 mA
- skenovaná oblast 2θ: 20º až 120º
- krok skenování Δ2θ: 0,25º
- doba setrvání detektoru v jedné poloze: 5 s
- rotace vzorku v průběhu měření

Výsledkem měření byla závislost intenzity difraktovaného záření na difrakčním úhlu θ. Tato závislost byla přepočítána pomocí rovnice 1 na závislost intenzity na mezirovinné vzdálenosti (viz graf 1).



***Graf 1**: Závislost intenzity difraktovaného záření na mezirovinné vzdálenosti*

Každá krystalická látka je jednoznačně určena souborem mezirovinných vzdáleností ve své krystalové struktuře. Toho lze užít k její identifikaci. Identifikovali jsme v naměřeném spektru polohy peaků a porovnali s databází PDF. Hledaná fáze nám vyšla jako hexagonální SiO_2.

79-1906 Wavelength= 1.54060 C

SiO2

Silicon Oxide

Quartz

Rad.: CuKa1 λ: 1.54060 Filter: d-sp: Calculated

Cut off: 17.7 Int.: Calculated I/Icor.: 4.75

Ref: Calculated from ICSD using POWD-12++, (1997)

Ref: Dubrovinskii, L.S., Nozik, Y.Z, Dokl. Akad. Nauk SSSR, 306, 1384 (1989)

Sys.: Hexagonal S.G.: $P3_121$ (152)

a: 4.9134 b: c: 5.4052 A: C: 1.1001

α: β: γ: Z: 3 mp:

Ref: Ibid.

Dx: 2.649 Dm: ICSD # : 067117

Peak height intensity. R-factor: 0.043. PSC: hP9. Mwt: 60.08. Volume[CD]: 113.01.

d(A)	Int	h	k	l	d(A)	Int	h	k
4.2551	148	1	0	0	1.1801	6	3	1
3.3434	999*	0	1	1	1.1530	11	3	1
2.4567	129	1	1	0	1.1406	1	0	2
2.2813	67	1	0	2	1.1182	4	2	2
2.2365	9	1	1	1				
2.1275	37	2	0	0				
1.9797	62	0	2	1				
1.8178	118	1	1	2				
1.8017	3	0	0	3				
1.6717	12	0	2	2				
1.6591	9	0	1	3				
1.6082	11	2	1	0				
1.5415	52	2	1	1				
1.4528	2	1	1	3				
1.4183	1	3	0	0				
1.3820	13	1	2	2				
1.3749	37	2	0	3				
1.3719	24	0	3	1				
1.2879	4	1	0	4				
1.2559	17	3	0	2				
1.2283	6	2	2	0				
1.1998	14	1	2	3				
1.1840	8	1	1	4				

Obrázek 5: *Karta z PDF databáze SiO_2*

6 Závěr

Seznámili jsme se principem RTG difrakce a jejím využitím v základním i aplikovaném výzkumu. Pomocí RTG fázové analýzy jsme určili neznámý prášek jako hexagonální SiO_2.

7 Poděkování

Rádi bychom poděkovali našemu garantovi Petru Sedlákovi a Vojtěchu Svobodovi za organizaci Týdne vědy.

8 Reference

[1] www.icdd.com

[2] http://de.wikipedia.org/wiki/R%C3%B6ntgenstrahlung

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