

# Lze pomocí rentgenu charakterizovat neznámý prášek?

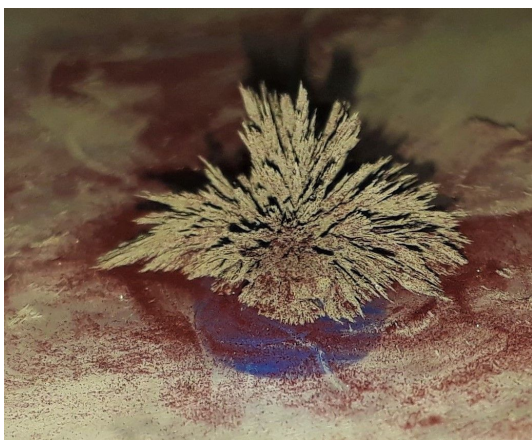
M. Arnoštová\*, I. Štencová\*, S. Balatková\*\*  
Gymnázium Nad Alejí, Nad Alejí 1952, Praha 6\*  
Gymnázium Sokolov, Husitská 2053, Sokolov\*\*  
misa.arnostova@seznam.cz

## Abstrakt:

V tomto projektu jsme se seznámily s principem fungování rentgenové difrakce. Touto metodou jsme analyzovaly neznámý prášek, který jsme obdržely na začátku projektu. Zjistily jsme tím chemické složení prášku včetně modifikací jednotlivých prvků a poté jsme zjistily i jejich hmotnostní poměr.

## 1 Úvod

Rentgenová difrakce je metoda používaná k určení polohy atomů v molekule neboli k určení krystalické mřížky pomocí difrakce rentgenových paprsků od vzorku. Podle těchto získaných informací jsme schopni poté určit složení látky a hmotnostní poměr prvků v ní. Pomocí rentgenové difrakce jsme také schopni zjistit jednotlivé modifikace prvků ve vzorku, které se nedají zjistit běžnou chemickou analýzou. Tato metoda je nedestruktivní, tudíž je hojně používaná např. ve farmakologii nebo průmyslu obecně. V našem případě jsme pomocí rentgenové difrakce určily složení a hmotnostní poměr látek nám neznámého prášku, viz obrázky 1 a 2, a zkusily si tím využitelnost této metody.



Obrázek 1: Neznámý prášek



Obrázek 2: Neznámý prášek

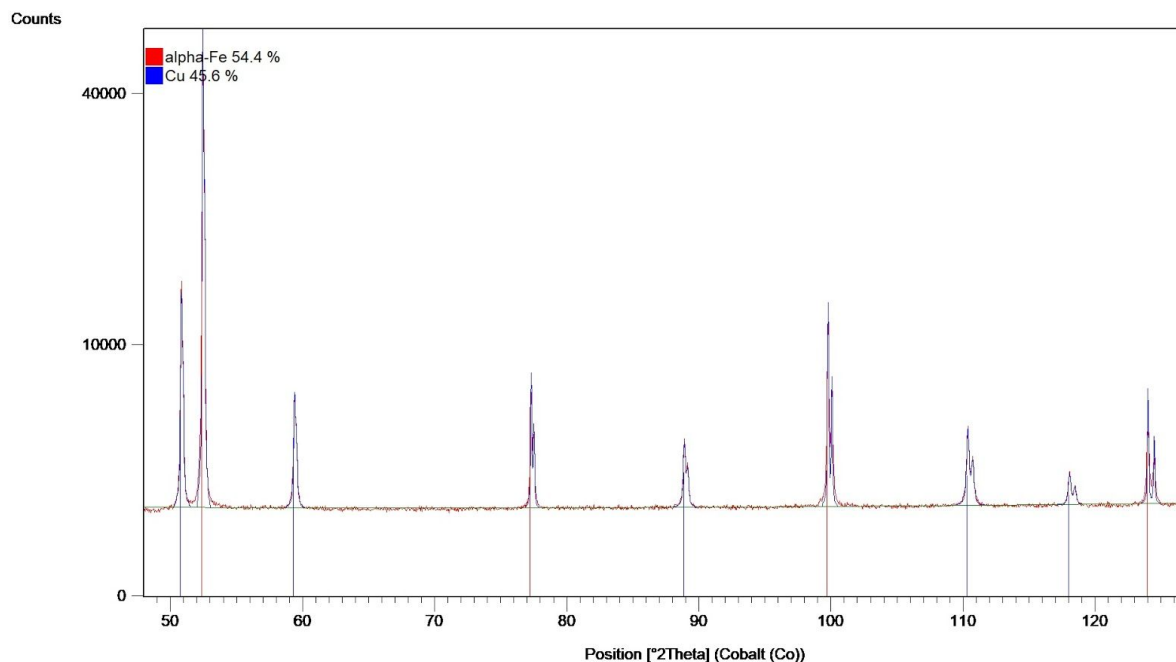
## 2 Metody a výsledky

Rentgenová difrakce je metoda při níž pomocí rentgenky vyšleme proud fotonů na vzorek, při čemž dojde k difrakci rentgenového záření, které zaznamenáváme na detektoru. Difrakci můžeme interpretovat pomocí Braggovy rovnice. Měříme tím závislost intenzity na úhlu dvě theta. Z pozic difrakčních maxim určíme mezirovinovou vzdálenost.

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta$$

*“Rentgenovou difrakci v krystalech vnímáme jako odraz atomovými rovinami. Odraz nastává tehdy, mají-li vlny rozptýlené atomy v rovnoběžných rovinách stejnou fázi, přičemž dráhový rozdíl při rozptýlu na sousedních rovinách musí být roven celistvému počtu n vlnových délek.” [1]*

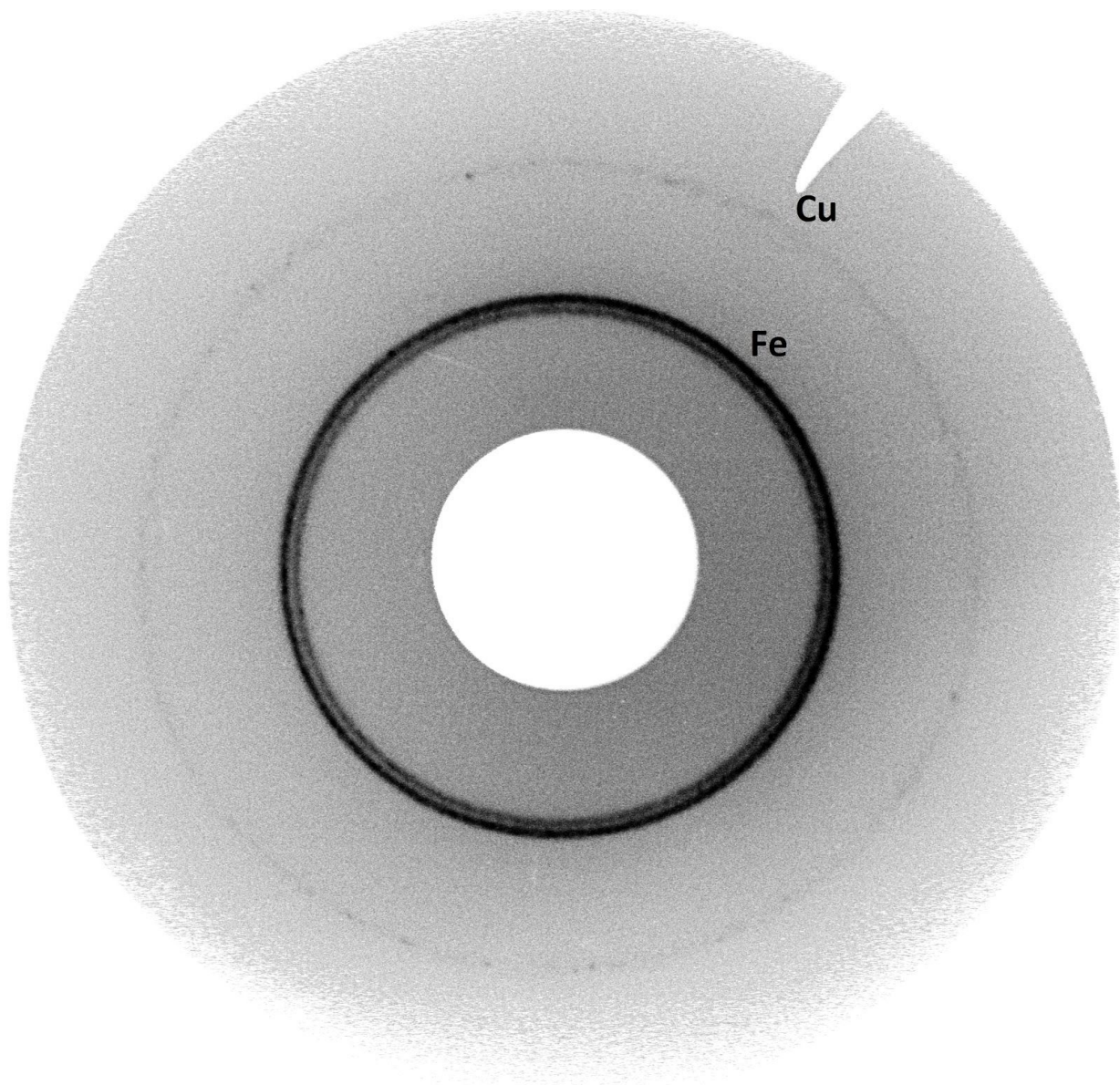
Počítač vytvoří graf difrakce dané látky, viz obrázek 3, kde se podle třech největších vrcholů intenzity záření neboli píků, navrhuje shoda s látkami z databáze. Shodu zpřesňujeme pomocí zadávání ovlivňujících faktorů, až dojdeme k co nejpřesnějšímu výsledku analýzy. Toto je vlastně průběh kvalitativní RTG difrakce, kdy zjišťujeme složení látky. Pak se pomocí Rietveldovy metody zjišťuje hmotnostní či objemový poměr chemických látek ve vzorku., což je kvantitativní metoda RTG difrakce.



Obrázek 3: Difrakční záznam neznámého prášku

Náš výsledek jsme si ještě ověřili pomocí difrakční Debyeovy-Scherrerovy metody a chemickou analýzou vzorku.

Debyeova-Scherrerova metoda promítá difrakci na folii umístěnou v rovinné či kuželové kazetě. Proud fotonů dopadá na rovinu vzorku pod úhlem  $90^\circ$ , difrakční linie jsou průsečnicemi kuželových ploch s rovinou folie [1]. Na folii jsou zaznamenány pouze píky příznačné pro určitý prvek. Tloušťka a kontinuita kružnic na folii poté určuje jak vypadá přednostní orientace fází ve vzorku. Obraz na folii je poté přenesen do počítače a pomocí databáze se přiřazují jednotlivé prvky a jejich modifikace k liniím na folii, viz obrázek 4.



Obrázek 4: Difrakční kroužky neznámého prášku

Pomocí difrakce jsme analyzovaly neznámý prášek. Kvalitativní RTG analýzou jsme určily chemické složení prášku. Našly jsme shodu s dvěma fázemi a to s mědí a magnetickým feritem (alpha železem), což nám potvrdila i chemická analýza prášku.

Pomocí Rietveldovy metody jsme provedly kvantitativní RTG analýzu a tím jsme určily hmotnostní poměr mědi a feritu v prášku. Námi naměřený poměr byl 54,4% feritu a 45,6% mědi.

### **3 Diskuze**

Citlivost analýzy pomocí RTG difrakce závisí především na reálné struktuře fáze ve vzorku, volbě použitého záření, kvalitou difrakčního záznamu a nejmenším množstvím fáze ve vzorku. Chemická analýza určila hmotnostní zastoupení feritu a mědi jako 61% feritu a 39% mědi, což je přibližně 6% odchylka od našeho výsledku. Nepřesnosti výsledku nastaly v našem případě kvůli manipulaci se vzorkem a jeho přípravě, navíc byla pokaždé analyzována jiná část vzorku.

### **4 Shrnutí**

Rentgenovou difrakcí prášku jsme jej úspěšně a rychle analyzovaly. Vyzkoušely jsme si práci s difraktometry a s jejich vstupními a výstupními programy a zpracovaly jsme výsledky. Určily jsme přesné chemické složení a atomovou strukturu prášku a s menší odchylkou jsme určily hmotnostní procento látek v prášku.

### **Poděkování**

Děkujeme za odbornou pomoc garantu projektu Ing. Karlu Trojanovi a organizátorům Týdne vědy na Jaderce za příležitost zúčastnit se práce na tomto miniprojektu.

### **Reference:**

- [1] Kraus, Ivo.: Úvod do strukturní rentgenografie. Academia, 1985, 46-47;126-127.