

RTG fázová analýza

Michael Pokorný, pok@rny.cz, Střední škola aplikované kybernetiky s.r.o.
Tomáš Jirman, jirman.tomas@seznam.cz, Gymnázium, Nad Alejí 1952, Praha 6

Abstrakt

Rengenová fázová analýza se používá ke zkoumání krystalické struktury materiálu. Oproti prvkové analýze dává také informace o fázi látky. V našem mini-projektu jsme zopakovali Laueho experiment, který současně potvrdil vlnovou povahu RTG a charakter krystalové mřížky. Dále jsme provedli RTG fázovou analýzu neznámého prášku a pomocí databáze PDF jsme určili jeho složení a fáze.

1 Teoretický úvod

1.1 RTG záření

Rengenové záření je elektromagnetické záření s vlnovou délkou přibližně 0,1 až 100 Å. Bylo objeveno v roce 1895 Wilhelmem Conradem Röntgenem. Nejrozšířenější zdroj RTG záření je rentgenka. Skládá se z anody a katody umístěné ve vakuové trubici. Interakce urychlených elektronů ze žhavené katody s anodou vede ke vzniku různých druhů RTG záření.

Výsledné spektrum RTG zdroje má dvě části: charakteristickou a bílou. Vlnová délka charakteristické části spektra závisí na materiálu anody. Pro účely difrakce na krystalové mřížce se používají vlnové délky v řádu Å.

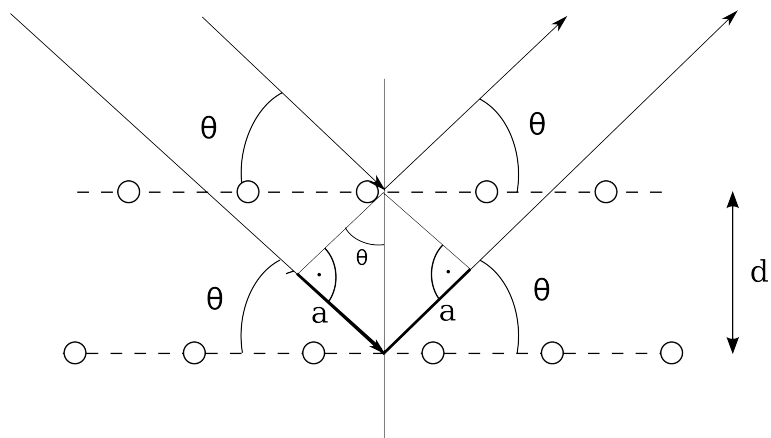
1.2 Braggova rovnice

Braggova rovnice popisuje podmínku pro konstruktivní interferenci vlny odražené od 2 různých rovin krystalové mřížky, jejichž vzdálenost je d . Lze ji odvodit geometricky: ke konstruktivní interferenci musí rozdíl dráh uražených jednotlivými vlnami být násobek vlnové délky [1]:

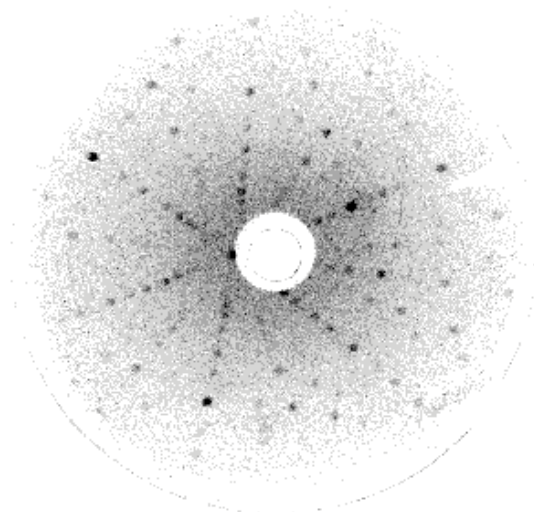
$$2d \sin \theta = k\lambda \quad (1)$$

1.3 Laueho experiment

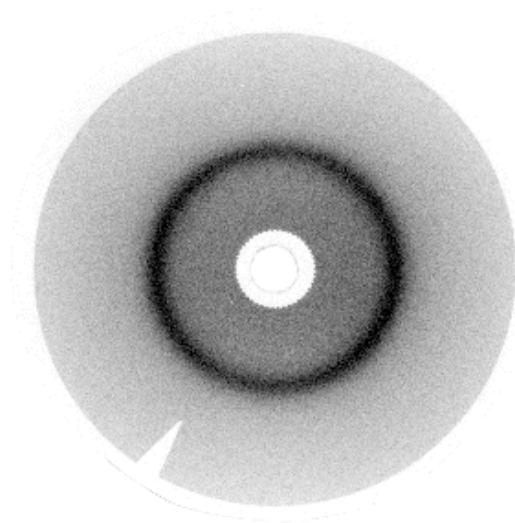
Laueho experiment spočívá v difrakci RTG záření na monokrystalu. Protože by bylo obtížné s monochromatickým zdrojem splnit difrakční podmínku danou Braggovou rovnicí, používá se při tomto experimentu bílá část spektra RTG zdroje. Díky tomu si může každá soustava atomových rovin „vybrat“ vhodné λ , pro které je Braggova rovnice splněna, díky čemuž dojde ke konstruktivní interferenci (která se projeví jako tečka na filmu). Kvůli použití bílého světla však neznáme přesnou hodnotu λ difraktovaného paprsku, proto praktickým výsledkem tohoto měření je jen fakt, že se jedná o monokrystal (viz obr. 2) nebo polykrystal (viz obr. 3): čím menší krystaly se v materiálu nachází, tím více se bude výsledný obraz podobat soustředným kružnicím.



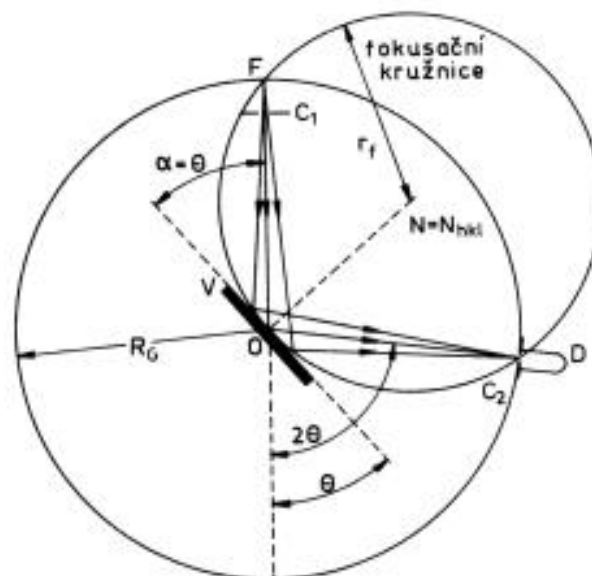
Obrázek 1: Odvození Braggovy rovnice



Obrázek 2: Lauegram monokrystalu. Střed je posunutý vlivem nepřesného nastavení RTG zdroje.



Obrázek 3: Lauegram polykrystalu



Obrázek 4: Braggovo-Bentánovo fokusační uspořádání

1.4 RTG fázová analýza

K určení fázového složení materiálu ve formě prášku se používá Braggovo-Bentánovo fokusační uspořádání práškového goniometru. Využívá se charakteristická část záření anody, která vytváří monochromatický zdroj. Bílá část spektra se ořezává pomocí beta filtru. Výsledkem tohoto měření je závislost intenzity difraktovaného záření na difrakčním úhlu 2θ . Po analýze difrakčních linií a přepočtu na meziorovinné vzdálenosti (pomocí Braggovy rovnice) lze pomocí databáze PDF[2] (Powder Diffraction Files) identifikovat neznámou krystalickou fázi vzorku.

2 Experiment

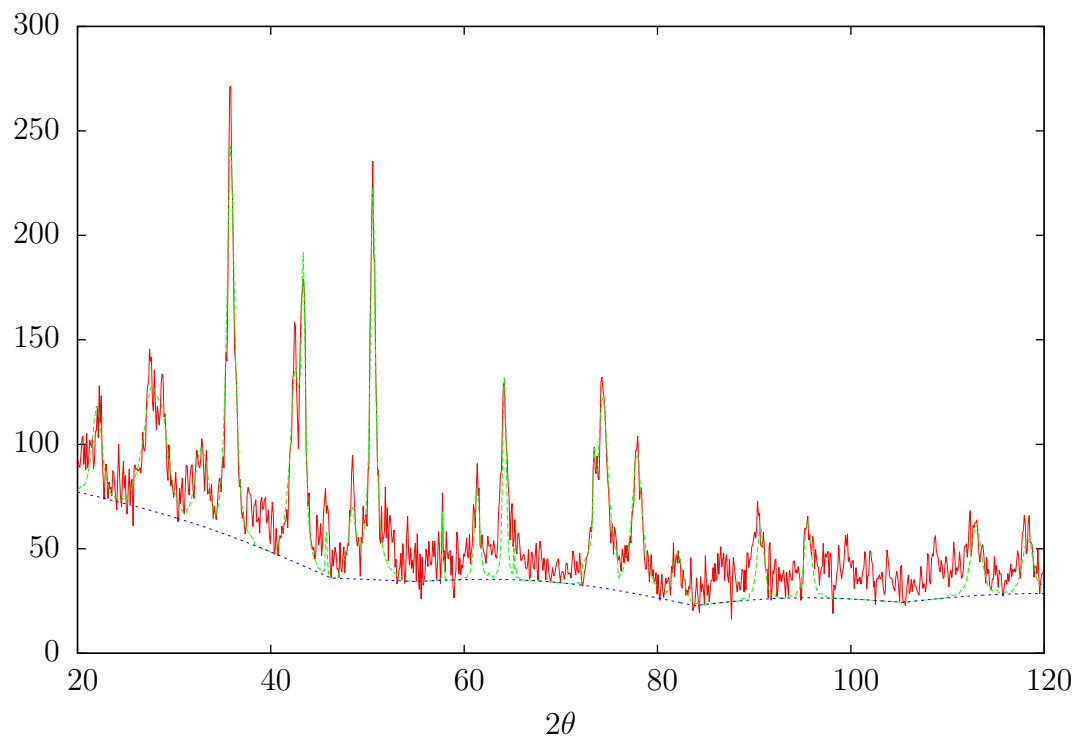
RTG fázovou analýzou jsme zjišťovali fázové složení neznámého práškového vzorku.

2.1 Parametry měření

Použité záření	Co $K\alpha$
Napájecí napětí rengenky	40 kV
Proud v rengenke	10 mA
Byl použit beta filtr.	
Úhlový rozsah 2θ	15 - 120°
Úhlový krok	0,06°
Doba expozice	10 s
Celková doba měření	4 min

2.2 Výsledky

Výsledný difraktogram neznámého prášku je zobrazen na obr. 5.



Obrázek 5: Difraktogram neznámého vzorku

Peaky byly nejprve identifikovány pomocí programu High Score Plus, a poté ve stejném programu byly k daným identifikovaným liniím přiřazeny záznamy z PDF databáze, které nejlépe odpovídaly naměřenému difraktogramu. Výslednou analýzou byly identifikovány 2 fáze: kubická NiO a monoklinická Ni(WO₄) (viz obr. 6).

3 Závěr

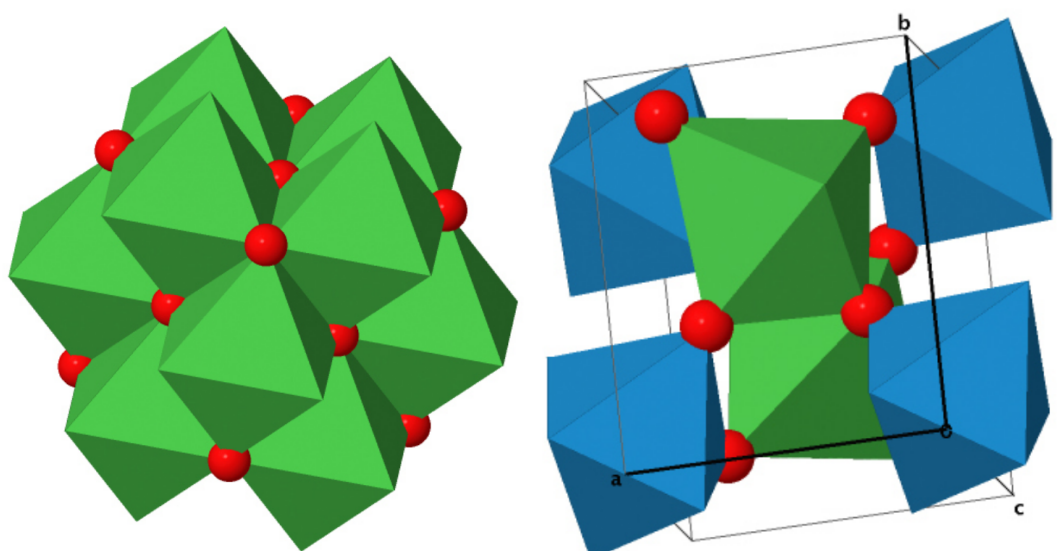
RTG fázová analýza byla úspěšně aplikována na určení fázového složení neznámého práškového vzorku.

4 Poděkování

Děkujeme organizačnímu týmu Týdne vědy na Jaderce 2012 za zorganizování miniprojektu a našemu supervizorovi Ing. Petru Sedlákoví, Ph.D. za zajímavé uvedení do tématu RTG fázové analýzy.

Reference

- [1] V. Valvoda, M. Polcarová, P. Lukáč, *Základy strukturní analýzy*, 1992
- [2] Databáze PDF, <http://www.icdd.com>



Obrázek 6: Kubická fáze NiO, monoklinická fáze Ni(WO₄)