

FYS 2150.ØVELSE 17

BRAGGDIFFRAKSJON

Fysisk institutt, UiO

17.1 Røntgenstråling

17.1.1 Bremsestråling og karakteristisk stråling

Røntgenstråling er elektromagnetisk stråling med bølgelengde i området 10^{-8} – 10^{-12} m eller fotonenergi i området 0,1 keV–1 MeV. Røntgenstråling oppstår når elektroner bremses i et stoff. Strålingen oppstår ved to forskjellige prosesser.

Den første prosessen kalles *bremsestråling*, og oppstår når elektronene støter mot andre elektroner eller avbøyes i feltet rundt atomkjernene. Bremsestrålingsfotonene kan ha alle energier mindre enn elektronets kinetiske energi. Energispektret fra bremsestråling er med andre ord kontinuerlig. Siden den maksimale energien er avhengig av elektronets kinetiske energi, kan vi i prinsippet lage bremsestråling med så høy energi vi ønsker.

Den andre prosessen kalles *karakteristisk stråling*. Den oppstår når hurtige elektroner som går gjennom et stoff eksiterer eller ioniserer stoffets atomer eller molekyler. Atomene eller molekylene faller tilbake i sin laveste energitilstand igjen (deeksiteres) ved å sende ut elektromagnetisk stråling. Fotonene i denne strålingen har diskret energi, tilsvarende forskjellen mellom atomenes energinivåer. Energispektret blir et linjespektrum hvor linjene svarer til bestemte overganger i atomene i det stoffet som bremser elektronene. Disse helt bestemte energiene er karakteristiske for stoffet, og kan derfor brukes til å identifisere atomer i et stoff.

Bremsestrålingen og den karakteristiske strålingen kan inneholde både synlig lys og stråling utenfor det synlige spektret. Stråling med kortere bølgelengde enn lys kalles ultrafiolett stråling hvis den kan undersøkes med optiske metoder, f.eks. med mekanisk fremstilte strekgitre. Røntgenstråling er stråling med så kort bølgelengde at optiske metoder ikke kan benyttes. Denne strålingen studeres derfor vanligvis

med *krystalspektrometre*. Skillet mellom røntgenstråling og ultrafiolett stråling er ikke satt ved noen bestemt bølgelengde. Det er den adekvate målemetoden som avgjør om strålingen skal kalles optisk lys eller røntgenstråling. Optiske metoder kan benyttes for bølgelengder ned til omlag 10 nm, røntgenspektroskopiske metoder for bølgelengder opp til ca. 60 nm.

Røntgenstråling har som regel lavere energi (lengre bølgelengde) enn γ -stråling, men forskjellen mellom røntgen- og γ -stråling avgjøres av selve strålingsmekanismen. Røntgenstråling oppstår ved prosesser i elektronbanene, mens γ -stråling oppstår i atomkjerner eller ved desintegrasjon av elementærpartikler.

Røntgenstrålingen karakteriseres ved bølgelengden λ , frekvensen ν , eller fotonenergien $h\nu$. Energien gis vanligvis i elektronvolt, eV. For omregning gjelder:

$$\begin{aligned} E &= h\nu = \frac{hc}{\lambda} \\ 1 \text{ eV} &= 1,602 \cdot 10^{-19} \text{ J} \\ \lambda E &= hc = 1,241 \cdot 10^{-6} \text{ eV} \cdot \text{m} \end{aligned}$$

17.1.2 Energispektrum

Røntgenstrålingens energispektrum er utstrålt intensitet fremstilt som funksjon av bølgelengde, frekvens eller en annen størrelse som er en entydig funksjon av bølgelengden.

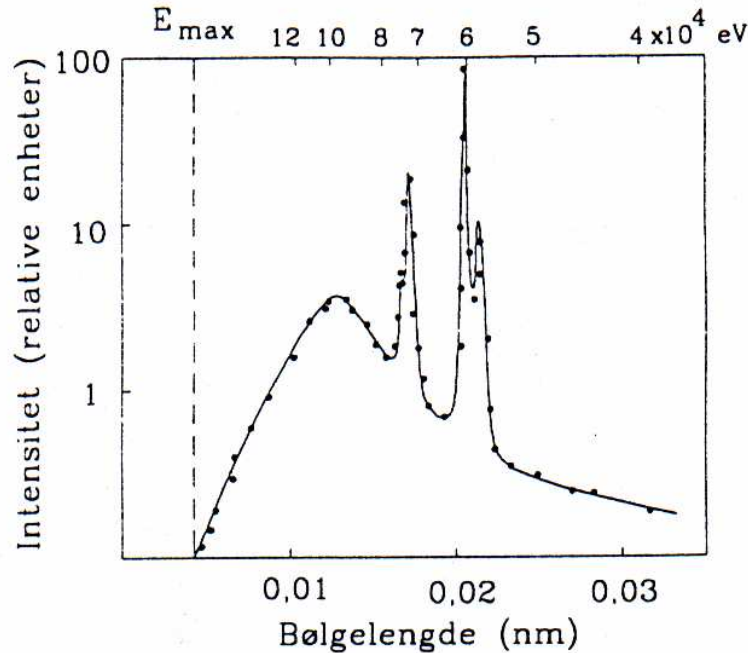
Bølgelengde og frekvens er omvendt proporsjonale, og det grafiske bildet vi får ved å benytte en bølgelengdeskala blir derfor forskjellig fra det vi får når vi benytter en frekvensskala. Intensiteten angis enten som utstrålt effekt pr. romvinkel i en bestemt retning, eller som antall utsendte fotoner pr. tidsenhet (tellerate) i en bestemt retning. Siden fotonenergien øker med økende frekvens eller avtagende bølgelengde, avhenger det grafiske bildet også av om vi avbilder strålingsstyrken eller fotontelleraten. Et typisk røntgenspektrum er vist i Fig. 17.1.

17.1.3 Nomenklatur for den karakteristiske strålingen

Hvis elektroner i de ytre elektronshellene blir eksitert, vil strålingen som følger ligge i den infrarøde, synlige eller ultrafiolette del av spektret. Etter eksitasjon av de indre skallene i tyngre atomer, får vi stråling i røntgenområdet.

Røntgenstråling gis betegnelsen etter det elektronshallet som har mistet et elektron og som et atomært elektron faller ned i, dvs. slutttilstanden for overgangen. Vi kaller den K-stråling hvis slutttilstanden er i K-skallet, L-stråling hvis slutttilstanden er i L-skallet osv.

Fotonenergien avhenger selvfølgelig også av hvilket energinivå elektronet kommer fra. Dette angis ved indeksene α for overgang fra det nærmestliggende skall, fra det neste osv. K_α -stråling betyr altså stråling ved elektronovergang fra L-skallet til K-skallet og L_β -stråling er stråling ved overgang fra N-skallet til L-skallet. Fordi



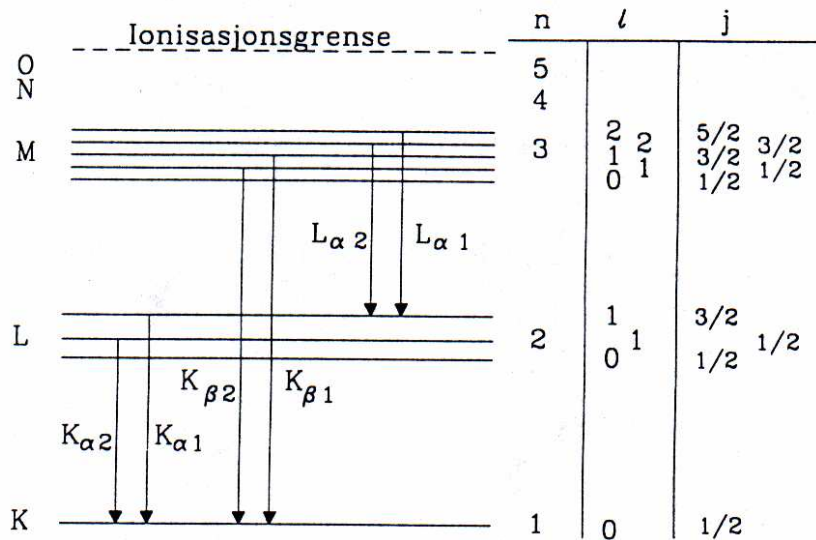
Figur 17.1: Røntgenspektrum. Strålekilden er wolfram bombardert med 170 keV elektroner. Spektret viser intensitet som funksjon av bølgelengde. Energiskala (ikke lineær) er vist øverst på figuren.

hvert elektronskall inneholder flere energinivåer med meget liten innbyrdes energiforskjell, avhengig av kvantetallene l og j , får vi en tilsvarende finstruktur i spektrene. Linjene karakteriseres da i henhold til styrken med en ekstra indeks, f. eks. $K_{\alpha 1}$, $K_{\alpha 2}$. Disse overgangene og de tilsvarende energinivåene er vist i Fig. 17.2.

17.1.4 Røntgenspektroskopi. Braggs lov

For å måle bølgelengder benytter vi i optikken forskjellige typer gitter som er mekanisk fremstilt. Gitterkonstanten må være av samme størrelsesorden som strålingens bølgelengde. Røntgenstråling har så kort bølgelengde at den ikke lar seg undersøke ved optiske gitter. Isteden benytter vi de naturlige gitter som atomene i krystaller er ordnet i.

Vi betrakter en krystall hvor atomene er ordnet i et enkelt kubisk gitter og hvor overflaten er et gitterplan. Når strålingen treffer et gitterplan, virker dette som et speil. Stråling som spres mot de enkelte atomer i et plan interfererer konstruktivt, uansett bølgelengde, hvis refleksjonsvinkelen er lik innfallsvinkelen (Speilbetingelsen).



Figur 17.2: Karakteristisk røntgenstråling. Figuren viser energinivåer som svarer til de forskjellige elektronskall i et atom (K, L, M...-skallet). Oppsplittingen i flere innbyrdes nærliggende energinivåer (finstruktur) er vist meget overdrevet (se teksten for nærmere forklaring). De vertikale strekene mellom energinivåene representerer overganger fra et skall til et annet. Spektrometeret som benyttes i denne oppgaven har ikke så stor oppløsningsevne at vi kan observere finstrukturen i spektrene.

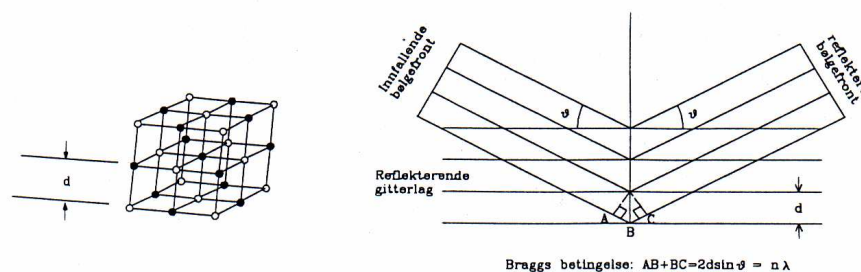
Stråling som reflekteres fra to forskjellige gitterplan vil også interferere. Vi får konstruktiv interferens hvis gangforskjellen mellom den reflekterte strålingen fra de to planene er et helt antall bølgelengder. Av Fig. 17.3 ser vi at gangforskjellen mellom stråling som reflekteres fra to gitterplan i avstanden d fra hverandre er $2d \sin \theta$ der θ er vinkelen mellom den innfallende (eller reflekterte) stråling og gitterplanene.

Det oppstår altså konstruktiv interferens mellom stråling fra de to gitterplanene hvis

$$2d \sin \theta = n\lambda, \quad (17.1)$$

der n er et helt tall og λ er bølgelengden for strålingen. Dette er Braggs lov eller Braggs betingelse for refleksjon av røntgenstråler.

Hvis vi benytter monoenergetisk røntgenstråling, varierer vinkelen θ mellom den innfallende strålen og gitterplanet, og observerer den reflekterte strålen i retning 2θ i forhold til den innfallende, vil vi se skarpe maksima i bestemte retninger, altså for bestemte verdier av θ . Vi kaller det maksimum som svarer til at gangforskjellen mellom bølger fra to naboplan er λ , for første ordens maksimum. Gangforskjell 2λ gir annen ordens maksimum osv.

Figur 17.3: Refleksjon fra krystall med gitterplanavstand d

linje	bølgelengde (pm)
$K_{\alpha 1}$	154,4
$K_{\alpha 2}$	154,0
$K_{\beta 1}$	139,2
$K_{\beta 2}$	138,1

Tabell 17.1: Karakteriske linjer for kopper (i vårt måleområdet).

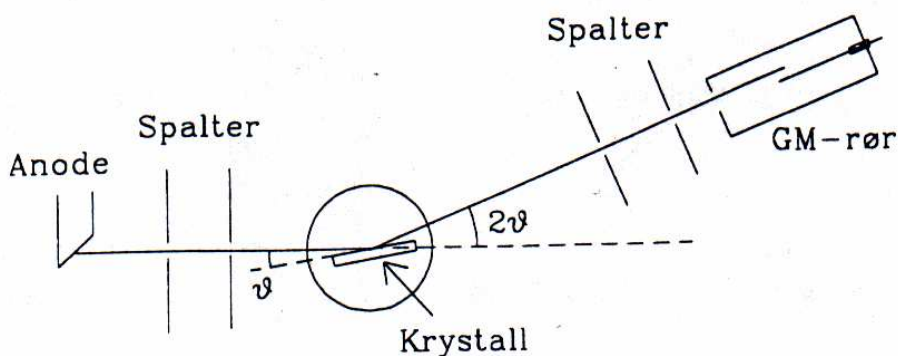
17.1.5 Røntgenspektrometeret

Et røntgenspektrometer har tre hoveddeler: Et røntgenrør, en krystall og en detektor for røntgenstråling. Dessuten må spektrometeret inneholde spalter eller blendere for avgrensning av strålingen. Krystallen og røntgendektoren er montert på et dreiebord med vinkelavlesning. Dreiebordet beveger krystall og detektor slik at innfallsvinkel og reflektert vinkel er like stor. Vi skal gi en kort beskrivelse av delene i spektrometeret som blir benyttet i denne oppgave. Se Fig. 17.4.

Et røntgenrør er et vakuumrør med en glødekatode. Elektroner fra katoden akselereres i feltet mellom anoden og katoden og treffer anoden med en energi eU , hvor U er spenningen over røret. Når elektronene treffer anoden, bremses de, og det produseres røntgenstråling, både bremsestråling og karakteristisk stråling. Den minste bølgelengden eller maksimale frekvensen i spektret svarer til at hele elektronenergien eU er overført til et enkelt foton.

Energien til den karakteristiske strålingen er kun bestemt av anodematerialet og er derved uavhengig av spenningen U over røret. Det røntgenrøret som benyttes i denne øvelsen har en anode av kopper. Spenningen over røret skal holdes på 20 kV. Den karakteristiske strålingen fra kopperanoden i vårt måleområde består av 4 linjer, listet i Tab. 17.1.

Strålingen fra røntgenrøret er skadelig, men absorberes fullstendig av det gjennomsiktige plastdekslet som omslutter apparatet. Et relé sørger for at høyspenningen til røret frakobles når dekslet åpnes. For å få løftet opp dekslet må det først



Figur 17.4: Bragg-type røntgenspektrometer med GM-detektor. Røntgenstråling fra anoden A passerer to spalter, og treffer krystallen i vinkelen θ . Den reflekterte strålen som danner vinkelen 2θ med den innfallende, går inn i GM-røret. Foran GM-røret er det to spalter som skjerner mot spredt stråling fra veggene i spektrometeret.

skyves forsiktig til den ene siden. For å få spenning på røret må en senke dekslet og skyve det forsiktig tilbake til midtstillingen slik at reléet slår inn.

Den hvite hovedbryteren foran på apparatet kobler til glødespenningen, og en liten hvit lampe lyser opp. Hvis røret er kaldt, venter en ca. 5 min før den røde knappen merket "X-rays" trykkes inn. Den røde lampen indikerer da at røret er på og sender ut røntgenstråler.

Krystallen monteres i en holder i apparatets sentrum. Den må plasseres midt i holderen, med den lengste siden nøyaktig vertikalt. De brede sidene skal ligge an mot klemmene til holderen. Krystallen holdes mellom to fingre og festes forsiktig ved hjelp av skruen. **NB! Den må bare berøres på de smale sidene, ikke på de reflekterende brede sidene.**

Krystallen har en matt og en blank flate. For å oppnå størst mulig intensitet i den reflekterte stråle, skal krystallen monteres med den blanke flaten ut, men hvis krystallen ikke er helt nøyaktig innstilt, kan man da risikere at den reflekterte strålen ikke treffer GM-røret.

For å bli kjent med apparaturen og kontrollere den, benyttes en LiF-krystall. Denne er merket med en blå flekk i den ene enden. Gitterkonstanten for LiF er

$$2d = 401 \text{ pm.}$$

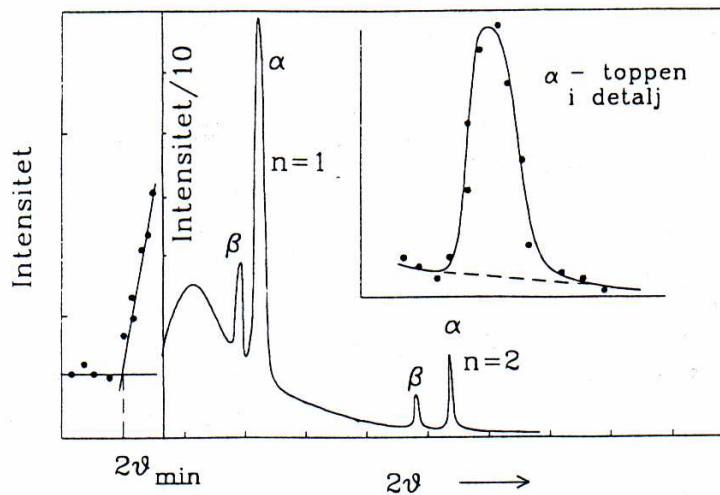
Merk: Gitterplanavstanden d er avstanden mellom to gitterplan, her et plan med Li-atomer og et plan med F-atomer. Gitterkonstanten er avstanden mellom to identiske gitterplan, her to plan med Li-atomer eller to plan med F-atomer, altså lik $2d$.

Som detektor for røntgenstrålingen benytter vi en Geiger-Müller-teller. Tellerørets platå ligger mellom 400 og 600 V. Tellehastigheten kan registreres med ratemeter eller ved å måle antall tellinger i en på forhånd innstilt tid.

Telleren plasseres i spor 27 på dreiearmen. Spaltene foran telleren plasseres slik: i spor nr. 18 settes en plate med en spalt på 1 mm og i spor nr. 13 settes en plate med spalt på 3 mm. Røret kan likevel registrere litt av all stråling som spres fra veggene i kammeret. Det vil derfor alltid være en viss bakgrunnsstråling, og denne vil øke når røntgenrøret slås på. Intensiteten av bakgrunnsstrålingen kan observeres ved å måle telleraten når krystallen er fjernet og røret står på.

For samme bølgelengde vil Braggs lov være oppfylt for flere verdier av θ svarende til forskjellige verdier av n (se ligning refeqn:bragg). Hver verdi av n gir et spektrum, et n 'te ordens spektrum.

I observasjonene kan vi ikke skille mellom første og høyere ordens spektra fra bremsestrålingen. Spektra av forskjellige ordener vil overlage hverandre. Første ordens spektret vil begynne ved en viss minste vinkel $2\theta_{min}$ som svarer til den maksimale energien i bremsestrålespektret. Ved vinkelen $2\theta_2$ som er gitt ved $\sin \theta_2 = 2 \sin \theta_{min}$ begynner 2.ordens spektret.



Figur 17.5: Skisse av observert spektrum, med detaljer. Vårt spektrometers oppløsningsevne er ikke tilstrekkelig for å se finstrukturen av toppene (sml. Fig. 17.1).

Oppgave 1.

Benytt en LiF-krystall som har $2d = 401$ pm. Velg den nominelle verdien for spenningen over røntgenrøret $U_R = 20$ kV.

1. Mål intensiteten for hver halve grad fra $2\theta = 12^\circ$ til $2\theta = 25^\circ$. Bruk måletid 60 s.
2. Fremstill måleresultatene grafisk.
3. Benytt grafen til å bestemme spenningen over røntgenrøret.
4. Sammenlikn den målte verdien for U_R med den nominelle verdien.

Oppgave 2.

Bytt ut LiF-krystallen med en RbCl-krystall. **NB! Be en veileder om hjelp til å skifte krystall!** RbCl-krystallen har $2d = 655$ pm. Beregn $2\theta_\alpha$ og $2\theta_\beta$ for $n = 1, 2$ og 3 (6 topper).

Oppgave 3.

1. Undersøk spektret fra RbCl-krystallen og se om du eksperimentelt kan påvise topper i nærheten av de vinklene du beregnet i oppgave 2. Bruk måletid 10 s ved hver halve grad.
2. Vil toppenes posisjoner på vinkelskalaen avhenge av den valgte spenning over røntgenrøret? Begrunn svaret.

17.2 Elektrondiffraksjon

Elektroner som blir spredt fra atomene i et krystallgitter vil danne diffraksjonsmønstre som kan beskrives ved elektronenes bølgeegenskaper. I denne oppgaven skal vi måle to gitteravstander i polykrystallinsk grafitt (karbon) ved bruk av denne effekten.

17.2.1 Elektronenes de Broglie bølgelengde

De Broglies berømte hypotese fra 1924 om at atomære partikler har bølgeegenskaper var en avgjørende utvikling av kvanteteorien. Han postulerte at en partikkel med en impuls p har en bølgelengde som kan skrives:

$$\lambda = \frac{h}{p}.$$

Vi akselererer elektroner gjennom en potensialforskjell U , slik at hastigheten v kan finnes fra:

$$eU = \frac{mc^2}{\sqrt{1 - \left(\frac{v}{c}\right)^2}} - mc^2.$$

Herav følger

$$\lambda = \frac{h}{p} = \frac{h}{mv\sqrt{1 - \left(\frac{v}{c}\right)^2}} = \lambda_C \sqrt{\frac{mc^2}{2eU}} f(U),$$

der

$$\lambda_C = \frac{h}{mc} = 2,426 \text{ pm}$$

og

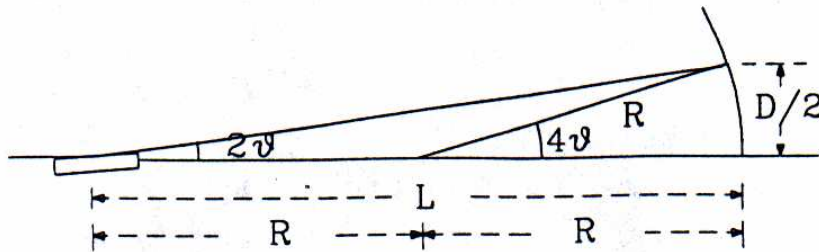
$$f(U) = \frac{1}{\sqrt{1 + \frac{eU}{2mc^2}}}.$$

17.2.2 Braggspredning

På samme måte som ved røntgendiffraksjon, får vi Braggrelasjonen for 1'ste ordens spredning:

$$2d \sin \theta = \lambda,$$

der d er gitterplanavstanden og θ er spredningsvinkelen. I denne øvelsen treffer de spredte elektronene en kuleformet skjerm med radius R . Geometrien er vist i Fig. 17.6.



Figur 17.6: Geometrien for måling av småvinkel elektrondiffraksjon fra en krystall.

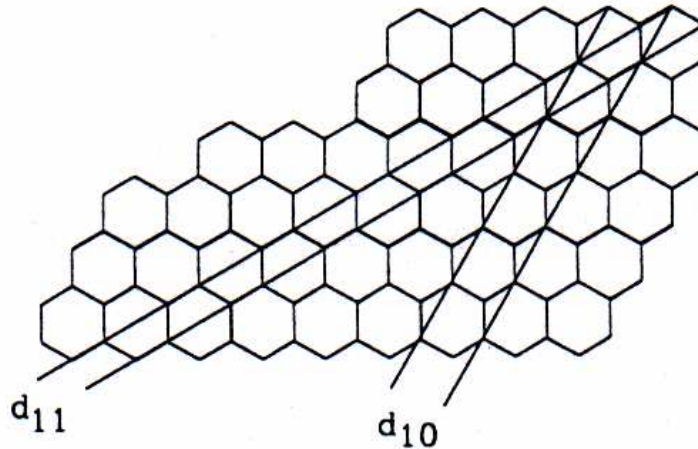
Ved små vinkler gjelder relasjonen:

$$\theta \equiv \frac{D}{8R}$$

som gir

$$d \equiv \frac{\lambda}{2\theta} = \frac{2\lambda L}{D}.$$

Avstanden $L = 2R$ mellom punktet der strålen treffer krystallen og skjermen er (140 ± 3) mm. Når prøven er polykrystallinsk vil vi se en lysende ring med diameter D på skjermen. Tar vi et lite snitt av en krystall, kan vi illustrere hvorledes "spredningsretningene" fremkommer, se Fig. 17.7.



Figur 17.7: Skisse som viser de to spredningsretninger for ytre og indre ring.

17.2.3 Apparat

Elektronkanonen, fokuseringssystemet og karbonfilmen er montert inne i en evakuert glassbeholder. Glødetråden koples til en spenningskilde på 6 V. Anodespenningen varieres mellom 3,0 og 5,0 kV. Pass på at anodestrømmen aldri blir høyere enn $170 \mu\text{A}$. **NB! La katoden varmes opp i minst ett minutt før anodespenningen settes på.**

Oppgave 4. Relativistisk korreksjon

Beregn verdien av den relativistiske korreksjonsfaktoren $f(U)$ for $U = 1, 5, 20, 50$ og 100 kV .

Oppgave 5. Måling av ringenes diametere

Når anodespenningen overstiger 3 kV sees to lysende ringer på skjermen. Ringene er imidlertid noe utflytende. Mål ytre og indre diameter for hver ring, og bruk middelverdien av de to diametre ved utregning av gitterplanavstandene. For ikke å forstyrre elektronstrålen benyttes et skyvemål av plast. Mål ringenes diametre for 10 verdier av U mellom 3,0 og 5,0 kV.

Oppgave 6. Gitterplanavstandene

Beregn d_{10} (svarende til indre ring) og d_{11} (svarende til ytre ring) for alle 10 målinger i oppgave 5. Vurder om det er nødvendig å regne relativistisk. Finn deretter de to veide middelveidene med usikkerheter $\bar{d} \pm \delta\bar{d}$ (statistisk og eksperimentell usikkerhet hver for seg). Legg sammen den statistiske og den eksperimentelle feilen i d . Hadde det lønt seg å ta flere målinger?