

Braggdiffraksjon

Ole Ivar Ulven, Carsten Lutken, Alexander Read, mfl.*

Sist endret 22. februar 2018

Fysisk institutt, UiO

Målene i denne oppgaven er å lære om egenskapene til elektromagnetisk stråling, herunder bremsestråling og karakteristisk stråling, og å lære om elektrondiffraksjon. I tillegg møter man på en del eksperimentelle teknikker vi ikke har sett i tidligere oppgaver.

I. BAKGRUNN

A. Røntgenstråling

Røntgenstråling er elektromagnetisk stråling med bølgelengde i området $10^{-8} - 10^{-12}$ m eller fotonenergi i området 0,1 keV–1 MeV. Denne strålingen oppstår når elektroner bremses i et stoff.

1. Bremsestråling og karakteristisk stråling

Røntgenstråling 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 strekgitte-re. Røntgenstråling er stråling med så kort bølgelengde at optiske metoder ikke kan benyttes. Denne strålingen

studeres derfor vanligvis med *krystallspektrometre*. 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 $h\nu$, hvor h er Planck-konstanten. Energien gis vanligvis i elektronvolt, eV. For omregning gjelder:

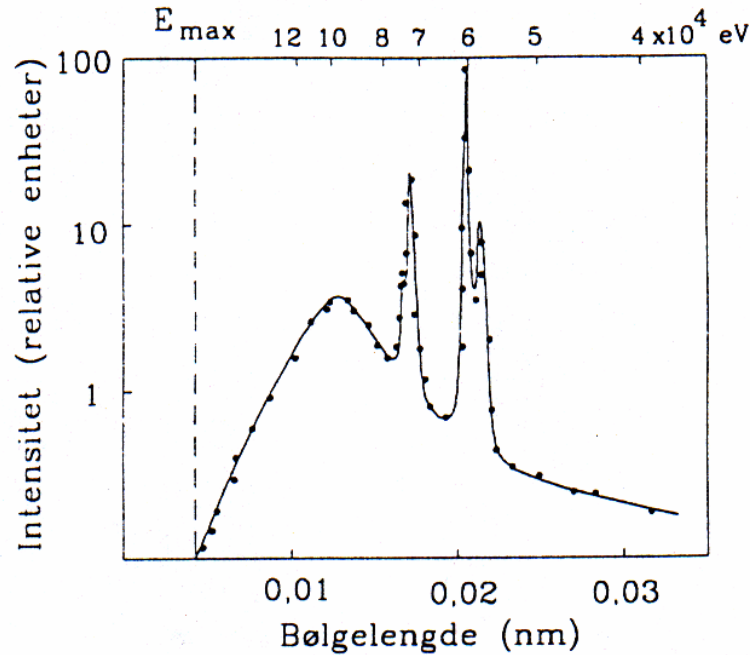
$$E = h\nu = \frac{hc}{\lambda}$$
$$1 \text{ eV} = 1,602 \cdot 10^{-19} \text{ J}$$
$$\lambda E = hc = 1,241 \cdot 10^{-6} \text{ eV} \cdot \text{m}$$

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 fotonelleraten. Et typisk røntgenspektrum er vist i figur 1.

*Denne oppgaveteksten er i stor grad basert på en oppgave som har vært i bruk på instituttet siden tidlig nittital. Deler av oppgavene kan trolig spores tilbake til femtitallet, i følge muntlige kilder. Opprinnelig forfatter er ukjent.



Figur 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.

3. Nomenklatur for den karakteristiske strålingen

Hvis elektroner i de ytre elektronskallene 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 elektronskallet som har mistet et elektron og som et atomært elektron faller ned i, det vil si 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 indeksen α for overgang fra det nærmestliggende skall, β fra det neste og så videre. 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 hvert elektronskall inneholder flere energinivåer med meget liten innbyrdes energiforskjell, avhengig av kvantetalene 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 figur 2.

4. Røntgenspektroskopi. Braggs lov

For å måle bølgelengder, benytter vi i optikken forskjellige typer gitre som er mekanisk fremstilt. Gitterkonstan-

ten må være av samme størrelsesorden som strålingens bølgelengde. Røntgenstråling har så kort bølgelengde at den ikke lar seg undersøke ved optiske gitre. Isteden benytter vi de naturlige gitre 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).

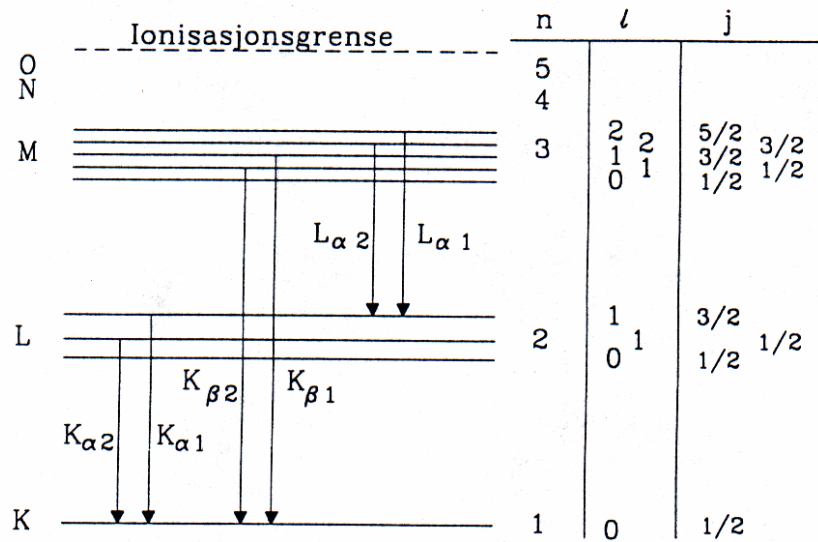
Stråling som reflekteres fra to forskjellige gitterplan vil også interferere. Vi får konstruktiv interferens hvis gangforskjellen mellom den reflekterte strålingen fra de to planene er et helt antall bølgelengder. Av figur 3 ser vi at gangforskjellen mellom stråling som reflekteres fra to gitterplan i avstanden d fra hverandre er $2d \sin \vartheta$ der ϑ er vinkelen mellom den innfallende (eller reflekterte) stråling og gitterplanene.

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

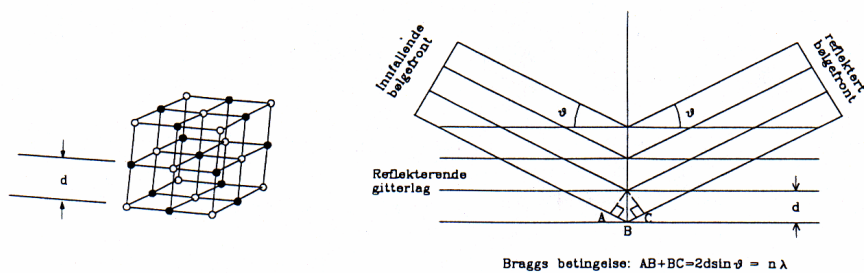
$$2d \sin \vartheta = n\lambda, \quad (1)$$

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



Figur 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 oppløsningssevne at vi kan observere finstrukturen i spektrene.



Figur 3: Refleksjon fra krystall med gitterplanavstand d

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.

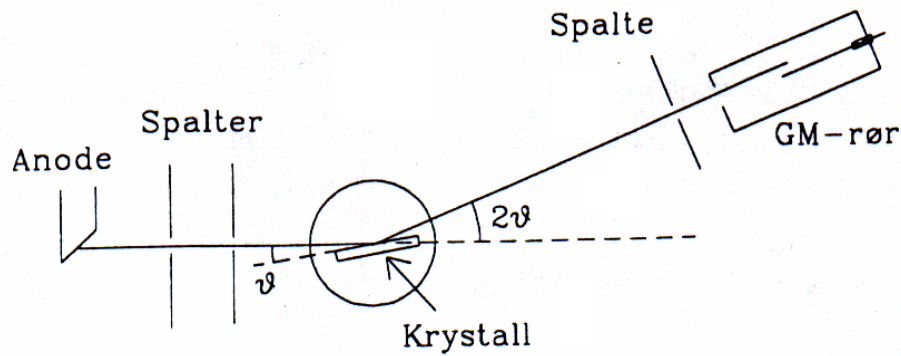
5. Røntgenspektrometeret

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 figurene 4 og 5.

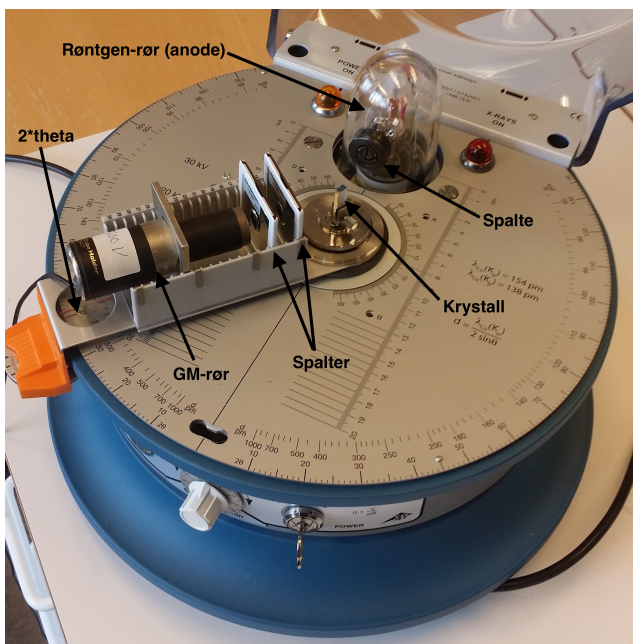
Et røntgenrør er et vakuurrør med en glødekathode. Elektroner fra katoden akselereres i feltet mellom anoden og katoden og treffer anoden med en energi eU , hvor U er spenningen over røret. Når elektronene treffer anoden, bremser de, og det produseres røntgenstråling, både bremsestråling og karakteristisk 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, skapt av overganger mellom kvantiserte energinivåer, som vist i figur 2, 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 tabell I.

Strålingen fra røntgenrøret er skadelig, men absorberes fullstendig av det gjennomsiktige plastdekslet som om-



Figur 4: Bragg-type røntgenspektrometer med GM-detektor. Røntgenstråling fra anoden passerer en spalte, 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 skjermer mot spredt stråling fra veggene i spektrometeret.



Figur 5: Bilde av Bragg-type røntgenspektrometer med GM-detektor. Røntgenstråling fra anoden passerer en spalte, 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 skjermer mot spredt stråling fra veggene i spektrometeret.

slutter apparatet. Et relé sørger for at høyspenningen til røret frakobles når dekslet åpnes. For å få løftet opp dekslet må det først 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 releet 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.

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

Tabell I: Karakteriske linjer for kopper (i vårt måleområde).

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

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

Siden stråling som reflekteres fra to forskjellige gitterplan også vil interferere, er gitterplanavstanden $d = 200,5 \text{ pm}$ i ligning (1).

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 dreiarmeren. 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 (1)). 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 $2\vartheta_{min}$ som svarer til den maksimale energien i bremsestrålespektret. Ved vinkelen $2\vartheta_2$ som er gitt ved $\sin \vartheta_2 = 2 \sin \vartheta_{min}$ begynner andre ordens spekteret.

B. Elektrondiffraksjon

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

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:

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

hvor e er elementærladningen, m er elektronets masse og c er lyshastigheten. Herav følger

$$\lambda = \frac{h}{p} = \lambda_C \sqrt{\frac{mc^2}{2eU}} f(U), \quad (2)$$

der

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

og

$$f(U) = \frac{1}{\sqrt{1 + \frac{eU}{2mc^2}}}. \quad (3)$$

2. Braggspredning

På samme måte som ved røntgendiffraksjon, får vi Braggrelasjonen for første ordens spredning:

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

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 figur 7 og et bilde av elektronrøret er vist i figur 8.

Ved små vinkler gjelder relasjonen:

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

som gir

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

Avstanden $L = 2R$ mellom punktet der strålen treffer krystallen og skjermen er (127 ± 3) mm for PHYWE 06721.00-røret og (140 ± 3) mm for TELTRON 555-røret. 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 figur 9.

II. LABORATORIEØVING

A. Røntgenspektrometri på LiF-krystall

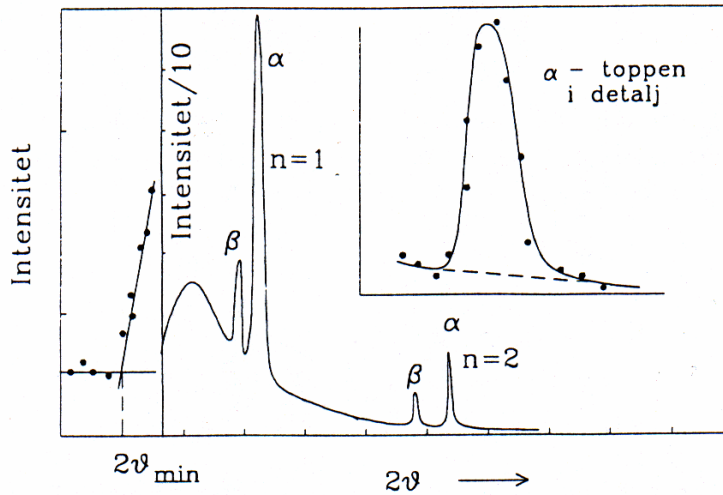
Benytt en LiF-krystall som har $2d = 401$ pm i røntgenspektrometeret. Velg den nominelle verdien for spenningen over røntgenrøret $U_R = 20$ kV.

1. Mål intensiteten for hver halve grad fra $2\vartheta = 12^\circ$ inntil intensiteten flater ut (før den faller igjen) ved ca. $2\vartheta = 20 - 22^\circ$. 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.

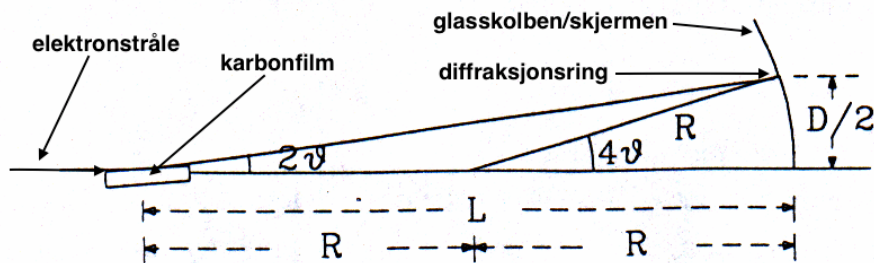
B. Røntgenspektrometri på RbCl-krystall

Bytt ut LiF-krystallen med en RbCl-krystall. **NB! Be en veileder om hjelp til å skifte krystall!** RbCl-krystallen har $2d = 655$ pm.

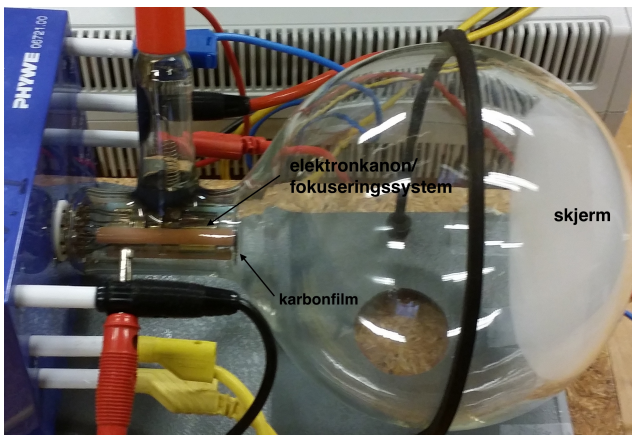
1. Beregn $2\vartheta_\alpha$ og $2\vartheta_\beta$ for $n = 1$ og 2 (4 topper).
2. Undersøk spektret fra RbCl-krystallen og se om du eksperimentelt kan påvise topper i nærheten av de vinklene du beregnet. Bruk måletid 10 s ved hver halve grad.



Figur 6: Skisse av observert spektrum, med detaljer. Vårt spektrometers oppløsningsevne er ikke tilstrekkelig for å se finstrukturen av toppene (sammenlign med figur 1).



Figur 7: Geometrien for måling av småvinkel elektrondiffraksjon fra en krystall.

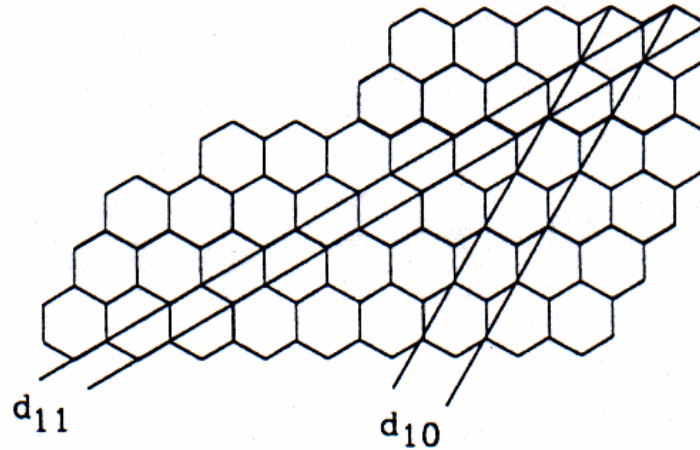


Figur 8: Bilde av elektronrør med innebygget blikk av karbonfilm.

C. Elektrondiffraksjon

Elektronkanonen, fokuseringssystemet og karbonfilmen er montert inne i en evakuert glassbeholder. Glødetråden koples til en spenningskilde på 6.3 V. Anodespenningen varieres mellom 6,0 og 8,0 kV for PHYWE 06721.00-røret og mellom 3,0 og 5,0 kV for TELTRON 555-røret. 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. NB! Ta hensyn til at det er en $10 \text{ M}\Omega$ motstand mellom høyspenningsforsyning og anoden.**

1. Beregn verdien av den relativistiske korreksjonsfaktoren $f(U)$ for $U = 1, 5, 20, 50$ og 100 kV .
2. 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 skyvelære av plast. Mål ringenes diameter for 11 verdier av U mellom $6,0$
3. Vil toppenes posisjoner på vinkelskalaen avhenge av den valgte spenningen over røntgenrøret? Begrunn svaret.



Figur 9: Skisse som viser de to spredningsretninger for ytre og indre ring.

og 8,0 kV for PHYWE-røret eller 3,0 og 5,0 kV for TELTRON-røret.

- Beregn d_{10} (svarende til indre ring) og d_{11} (svarende til ytre ring) med usikkerhet, basert på spredningen i de 11 målingene i forrige deloppgave. Vurder om det er nødvendig å regne relativistisk. Finn deretter de to middelværdiene med usikkerheter $\bar{d} \pm \delta d$. En kan utnytte at L er konstant (men usikker), slik at d kan skrives $\bar{d} = 2L\bar{\phi}$, der ϕ er en dimensjonsløs konstant $\phi = \lambda/D$ som måles 11 ganger. Finn $\bar{\phi}$ og estimer den statistiske usikkerheten $\delta\phi$ (se Squires avsnitt 3.4). Legg sammen den statistiske og den eksperimentelle feilen i d . Hadde det lønnet seg å ta flere målinger?
- Beregn forventet forhold mellom gitterplanavstandene (se figur 9) og sammenlign med det målte for-

holdet.

III. UTSTYRSLISTE

- Røntgenspektrometer med GM-detektor
- LiF-krystall
- RbCl-krystall
- Evakuert glassbeholder for elektrondiffraksjon
- Spenningskilde
- Skyvelære i plast