

# **Rentgenová strukturní analýza: Teorie a praxe studia polymerů**

Jana Krňanská

---

Bakalářská práce  
2014



Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně  
Fakulta technologická

---

---

Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně

Fakulta technologická

Ústav inženýrství polymerů

akademický rok: 2013/2014

## ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Jana Krňanská**

Osobní číslo: **T11199**

Studijní program: **B2808 Chemie a technologie materiálů**

Studijní obor: **Chemie a technologie materiálů**

Forma studia: **kombinovaná**

Téma práce: **Rentgenová strukturní analýza: Teorie a praxe studia polymerů**

Zásady pro vypracování:

**Vypracujte bakalářskou práci na téma rentgenové strukturní analýzy. V práci se zaměřte na vlastnosti a zdroje rentgenového záření. Popište princip rentgenové difrakce a pohlcení záření ve hmotě. Popište metody širokoúhlé a malouhlové difrakce a jejich výstup (difraktogram).**

Rozsah bakalářské práce:

Rozsah příloh:

Forma zpracování bakalářské práce: **tištěná/elektronická**

Seznam odborné literatury:

1) SLÁNSKÝ, Ervín, Zdeněk JOHAN a Robert ROTTER. Analýza látek rentgenovými paprsky. Praha: Státní nakladatelství technické literatury, 1970, 257 s.

2) ROE, Ryong-Joon. Methods of X-ray and Neutron Scattering in Polymer Science. Oxford University Press, 2000, 331 s.

Internetové zdroje např.:

International Union of Crystallography

[<http://www.iucr.org/education/teaching-resources>]

Crystallography [<http://www.xtal.iqfr.csic.es/Cristalografia/index-en.html>]

Vedoucí bakalářské práce:

**Ing. Miroslav Janíček**

Ústav inženýrství polymerů

Datum zadání bakalářské práce:

**10. ledna 2014**

Termín odevzdání bakalářské práce:

**28. května 2014**

Ve Zlíně dne 7. února 2014

  
doc. Ing. Roman Čermák, Ph.D.  
*děkan*



  
Ing. Lubomír Beníček, Ph.D.  
*ředitel ústavu*

Příjmení a jméno: KŘIVÁNSKÁ JANA

Obor: CHM

## PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že

- beru na vědomí, že odevzdáním diplomové/bakalářské práce souhlasím se zveřejněním své práce podle zákona č. 111/1998 Sb. o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších právních předpisů, bez ohledu na výsledek obhajoby <sup>1)</sup>;
- beru na vědomí, že diplomová/bakalářská práce bude uložena v elektronické podobě v univerzitním informačním systému dostupná k nahlédnutí, že jeden výtisk diplomové/bakalářské práce bude uložen na příslušném ústavu Fakulty technologické UTB ve Zlíně a jeden výtisk bude uložen u vedoucího práce;
- byl/a jsem seznámen/a s tím, že na moji diplomovou/bakalářskou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, zejm. § 35 odst. 3 <sup>2)</sup>;
- beru na vědomí, že podle § 60 <sup>3)</sup> odst. 1 autorského zákona má UTB ve Zlíně právo na uzavření licenční smlouvy o užití školního díla v rozsahu § 12 odst. 4 autorského zákona;
- beru na vědomí, že podle § 60 <sup>3)</sup> odst. 2 a 3 mohu užít své dílo – diplomovou/bakalářskou práci nebo poskytnout licenci k jejímu využití jen s předchozím písemným souhlasem Univerzity Tomáše Bati ve Zlíně, která je oprávněna v takovém případě ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které byly Univerzitou Tomáše Bati ve Zlíně na vytvoření díla vynaloženy (až do jejich skutečné výše);
- beru na vědomí, že pokud bylo k vypracování diplomové/bakalářské práce využito softwaru poskytnutého Univerzitou Tomáše Bati ve Zlíně nebo jinými subjekty pouze ke studijním a výzkumným účelům (tedy pouze k nekomerčnímu využití), nelze výsledky diplomové/bakalářské práce využít ke komerčním účelům;
- beru na vědomí, že pokud je výstupem diplomové/bakalářské práce jakýkoliv softwarový produkt, považuji se za součást práce rovněž i zdrojové kódy, popř. soubory, ze kterých se projekt skládá. Neodevzdání této součásti může být důvodem k neobhájení práce.

Ve Zlíně 24.5.2014



<sup>1)</sup> zákon č. 111/1998 Sb. o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších právních předpisů, § 47 Zveřejňování závěrečných prací:

(1) Vysoká škola nevydávalečně zveřejňuje disertační, diplomové, bakalářské a rigorózní práce, u kterých proběhla obhajoba, včetně posudků oponentů a výsledku obhajoby prostřednictvím databáze kvalifikačních prací, kterou spravuje. Způsob zveřejnění stanoví vnitřní předpis vysoké školy.

---

(2) Disertační, diplomové, bakalářské a rigorózní práce odevzdané uchazečem k obhajobě musí být též nejméně pět pracovních dnů před konáním obhajoby zveřejněny k nahlížení veřejnosti v místě určeném vnitřním předpisem vysoké školy nebo není-li tak určeno, v místě pracoviště vysoké školy, kde se má konat obhajoba práce. Každý si může ze zveřejněné práce pořizovat na své náklady výpisy, opisy nebo rozmnoženiny.

(3) Platí, že odevzdáním práce autor souhlasí se zveřejněním své práce podle tohoto zákona, bez ohledu na výsledek obhajoby.

<sup>1)</sup> zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, § 35 odst. 3:

(3) Do práva autorského také nezasahuje škola nebo školské či vzdělávací zařízení, užije-li nikoli za účelem přímého nebo nepřímého hospodářského nebo obchodního prospěchu k výuce nebo k vlastní potřebě dílo vytvořené žákem nebo studentem ke splnění školních nebo studijních povinností vyplývajících z jeho právního vztahu ke škole nebo školskému či vzdělávacímu zařízení (školní dílo).

<sup>3)</sup> zákon č. 121/2000 Sb. o právu autorském, o právech souvisejících s právem autorským a o změně některých zákonů (autorský zákon) ve znění pozdějších právních předpisů, § 60 Školní dílo:

(1) Škola nebo školské či vzdělávací zařízení mají za obvyklých podmínek právo na uzavření licenční smlouvy o užití školního díla (§ 35 odst. 3). Odpirá-li autor takového díla udělit svolení bez vážného důvodu, mohou se tyto osoby domáhat nahrazení chybějícího projevu jeho vůle u soudu. Ustanovení § 35 odst. 3 zůstává nedotčeno.

(2) Není-li sjednáno jinak, může autor školního díla své dílo užít či poskytnout jinému licenci, není-li to v rozporu s oprávněnými zájmy školy nebo školského či vzdělávacího zařízení.

(3) Škola nebo školské či vzdělávací zařízení jsou oprávněny požadovat, aby jim autor školního díla z výdělku jím dosaženého v souvislosti s užitím díla či poskytnutím licence podle odstavce 2 přiměřeně přispěl na úhradu nákladů, které na vytvoření díla vynaložily, a to podle okolností až do jejich skutečné výše; přitom se přihlídí k výši výdělku dosaženého školou nebo školským či vzdělávacím zařízením z užití školního díla podle odstavce 1.

## ABSTRAKT

Bakalářská práce „Rentgenová strukturní analýza: Teorie a praxe studia polymerů“ se zabývá problematikou rentgenové strukturní analýzy. V úvodní části jsou popisovány vlastnosti a zdroj rentgenového záření, princip rentgenové difrakce a pohlcení záření v hmotě. Část bakalářské práce se věnuje popisu metody širokouhlé difrakce (WAXD/WAXS), malouhlové difrakce (SAXS) a jejich výstupem, difraktogramem.

Klíčová slova: rentgenové záření, rentgenka, širokouhlá difrakce (WAXD / WAXS), malouhlové difrakce (SAXS)

## ABSTRACT

The Bachelor thesis "X-ray Structure Analysis: Theory and Practice study of polymers" deals with X-ray diffraction analysis. In the introductory part thesis describes the properties of x-ray and its source., the principle of X-ray diffraction and absorption of radiation in matter. Part of the thesis is devoted to the description of methods widescreen diffraction (WAXD / WAXS), small-angle diffraction (SAXS) and their output diffraction.

Keywords: X-rays, X-rays tube, widescreen diffraction (WAXD / WAXS), small-angle diffraction (SAXS)

Na tomto místě bych ráda poděkovala všem blízkým, kteří mě podpořili jak během studia, tak i během psaní bakalářské práce. Zároveň děkuji panu ing. Janíčkovi za jeho rady, připomínky a vstřícný přístup.

Prohlašuji, že odevzdaná verze bakalářské práce a verze elektronická nahraná do IS/STAG jsou totožné.

## OBSAH

<b>ÚVOD</b> .....	<b>9</b>
<b>1 RENTGENOVÉ ZÁŘENÍ</b> .....	<b>10</b>
1.1 HISTORIE RENTGENOVÉHO ZÁŘENÍ.....	10
1.2 VZNIK RENTGENOVÉHO ZÁŘENÍ .....	11
1.2.1 Anoda .....	12
1.2.1.1 Pevná anoda .....	13
1.2.1.2 Rotační anoda .....	14
1.2.2 Katoda .....	14
1.3 VLASTNOSTI RENTGENOVÉHO ZÁŘENÍ.....	15
1.4 MECHANISMUS VZNIKU RENTGENOVÉHO ZÁŘENÍ.....	15
<b>2 SPEKTRUM RENTGENOVÉHO ZÁŘENÍ</b> .....	<b>17</b>
2.1 BRZDNÉ ZÁŘENÍ .....	17
2.2 CHARAKTERISTICKÉ ZÁŘENÍ.....	17
<b>3 DIFRAKCE RENTGENOVÉHO ZÁŘENÍ</b> .....	<b>19</b>
3.1 LAUEHO ROVNICE .....	19
3.2 BRAGGOVA ROVNICE.....	20
<b>4 ŠIROKOUHLÁ DIFRAKCE WAXS/WAXD</b> .....	<b>22</b>
<b>5 MALOÚHLOVÁ DIFRAKCE SAXS</b> .....	<b>27</b>
5.1 APLIKACE MALOÚHLOVÉ DIFRAKCE SAXS.....	27
5.2 NÁSTROJE MALOÚHLOVÉ DIFRAKCE SAXS.....	27
5.2.1 Bodové kolimační nástroje.....	28
5.2.2 Čárové kolimační nástroje.....	29
<b>6 APLIKACE ZÁŘENÍ</b> .....	<b>30</b>
6.1 MEDICÍNA .....	30
6.1.1 Diagnostika – klasický rentgen .....	30
6.1.2 Diagnostika – počítačový tomograf CT .....	31
6.2 PRŮMYSL .....	32
6.2.1 Kontrola materiálu (defektoskopie) .....	32
6.2.2 Bezpečnostní rentgeny .....	34
6.3 DALŠÍ OBLASTI .....	35
6.3.1 Studium a struktura látek .....	35
6.3.2 Umění .....	35
<b>7 RENTGENOVÉ PRACoviŠTĚ</b> .....	<b>37</b>
<b>ZÁVĚR</b> .....	<b>38</b>
<b>SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY</b> .....	<b>39</b>
<b>SEZNAM OBRÁZKŮ</b> .....	<b>41</b>



## ÚVOD

Rentgenové záření od doby svého objevu W.C.Röntgen v roce 1895 nalezlo rozličná uplatnění jak v lékařství, tak i průmyslu a dopravě. Kromě obecně známého využití k prosvětlení předmětů a zobrazení jejich obsahu, lze sestavit zařízení pro měření rozptylu a odhalení vnitřní struktury materiálů.

Rentgenové záření je elektromagnetické vlnění s krátkými vlnovými délkami, které vzniká při přeměně energie rychle se pohybujících elektronů na energii elektromagnetického záření. Rentgenové záření se šíř rychlostí světla a je neviditelné. Ve hmotě, kterou projde a částečně v ní absorbuje, vyvolá ionizaci a excitaci atomů. Při dopadu na materiál způsobí fotochemický efekt, nebo-li zčernání materiálu a zároveň vyvolá luminiscenční efekt, nebo-li světélkování.

Rentgenové záření dělíme na měkké a tvrdé, dle vlnové délky, kdy tvrdé má vyšší vlnovou délku než měkké. Podle způsobu vzniku jej dělíme na brzdné a charakteristické. Spektrum brzdného záření je spojité, kdežto u charakteristického záření je spektrum čárové. Difrakci rentgenového záření dělíme buďto na metodu maloúhlovou SAXS a nebo na metodu širokoúhlovou WAXS/WAXD. SAXS přináší informaci o celkové velikosti a tvaru částic, kdežto WAXS/WAXD nás informuje o fázových stavech, krystalové symetrii a molekulové struktuře. Výstupem těchto metod je difraktogram.

V rámci této bakalářské práce budou uvedeny jak vlastnosti rentgenového záření, jeho zdroje, využití, tak i metody analýzy látek s jejich pomocí.

Při zpracování práce jsem použila, dle mého názoru nejvhodnější metodu analyticko-syntetickou. Sloučení informací z různých zdrojů je doplněno obrázky, pro lepší představivost.

# 1 RENTGENOVÉ ZÁŘENÍ

Rentgenové paprsky byly objeveny roku 1895, kdy byla také vydána první vědecká zpráva. Röntgen, který byl objevitelem tohoto záření, nazval objevené záření paprsky X. Röntgenovi vědečtí kolegové navrhli, aby byly paprsky nazvány jeho jménem. V dnešní době jsou paprsky v Evropě označovány jako rentgenové záření, v anglosaských zemích se používá původní název X-ray.

Rentgenové paprsky nám umožňují nahlédnout do struktury látek a krystalů, významné uplatnění našly v lékařství, průmyslu a řadě dalších oborů. Spolu s objevem radioaktivity otevřelo rentgenové záření cestu ke vzniku moderní fyziky. [1]

## 1.1 Historie rentgenového záření

Jedním z prvních vědců, který se podílel na vzniku rentgenového záření byl fyzik Johann Wilhelm Hittorf. Hittorf pozoroval vakuovou trubici vyzářující záření na záporné elektrodě, což způsobovalo světélkování. Eugene Goldstein jej roku 1876 pojmenoval katodové záření. Později anglický fyzik William Crookes zkonstruoval skleněnou trubici s elektrodami naplněnou zředěným plynem, v němž při přiložení vysokého stejnosměrného napětí dojde k výboji doprovázenému zářením. Když umístil neexponované fotografické desky nedaleko od trubice, na desce se objevily šmouhy.

Roku 1892 Heinrich Hertz ukázal, že katodové záření může procházet velmi slabou kovovou překážkou. Philip Lenard vyvinul vlastní verzi katodové trubice a zkoumal průchod katodového záření různými materiály. Přesto nezjistil, že se jedná o rentgenové záření.

8. listopadu 1895 Wilhelm Conrad Rentgen (Obrázek 1), začal provádět a zaznamenávat experimenty s katodovým zářením ve vakuové trubici.

Toto záření po dopadu na kovovou elektrodu vyvolává vznik nového elektromagnetického, rentgenového záření, které má velkou energii a je proto schopné procházet také neprůhlednými předměty. [2]

10. prosince 1901 byl Röntgen oceněn Nobelovou cenou za fyziku, za objev paprsků rentgenového záření. Röntgen se stal prvním nositelem této ceny. Všechny své objevy si nechal patentovat, ale dal je k volnému využívání.

Röntgen zemřel 10. února 1923 v Mnichově na rakovinu. [1]

Roku 1906 fyzik Charles Glover Barkla objevil rozptyl rentgenového záření v plynech a použil ho při zkoumání vlastností látek. Mohl proto určit počet elektronů v atomu uhlíku. Rovněž dokázal polarizovat rentgenové záření, a tím potvrdil, že má stejné vlastnosti jako viditelné světlo. Za své objevy získal roku 1917 Nobelovu cenu za fyziku.

V roce 1914 obdržel Max von Laue Nobelovu cenu za fyziku za objev rozptylu rentgenového záření na krystalech. Laueho rovnice daly základ pro moderní rentgenovou difraktoometrii. William Henry Bragg se svým synem William Lawrence Braggem roku 1913 vyvinuli Braggovu metodu určování krystalické struktury materiálů pomocí rentgenového záření.

Lékařské využití rentgenového záření rozšířil John Hall-Edwards. V padesátých letech 20. století byl sestrojen rentgenový mikroskop. [2]



Obrázek 1: Wilhelm Conrad Röntgen [1]

## 1.2 Vznik rentgenového záření

Základním zdrojem rentgenového záření je vakuová elektroda, kterou nazýváme rentgenka, rentgenová trubice či lampa. Jeden z druhů rentgenky můžeme vidět na obrázku 2. [3] V elektrodě je anoda, která přitahuje elektrony vysílané žhavenou katodou. Elektrony jsou zároveň urychlovány silným elektrickým polem na kinetickou energii  $E = U \cdot e$ , kdy napětí  $U$  mezi katodou a anodou, je velmi vysoké. Těsně před dopadem na anodu získají elektrony vysokou rychlost, přibližně 150 000 km/s, což je poloviční rychlost světla. Po dopadu na anodu se prudce zabrzdí. Část jejich kinetické energie se přemění na tvrdé elektromagnetické záření. Rentgenové záření rozdělujeme na brzdné záření a charakteristické záření.

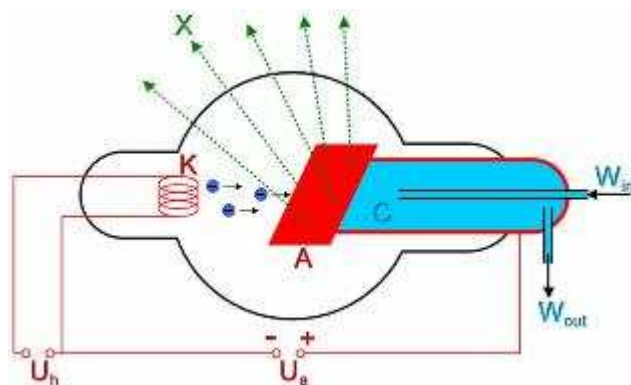
Toto rentgenové záření opouští anodu a vylétá z trubice ven. [4] Intenzita rentgenového záření závisí na počtu elektronů, které dopadají na anodu. Počet dopadajících elektronů regulujeme změnou proudu, kterým se žhaví vlákno katody. Změnou velikosti napětí mezi katodou a anodou regulujeme pronikavost záření. Záření je tím pronikavější, čím větší je napětí. Málo pronikavému záření říkáme měkké a velmi pronikavému záření říkáme tvrdé. [1]



Obrázek 2: Rentgenka [1]

### 1.2.1 Anoda

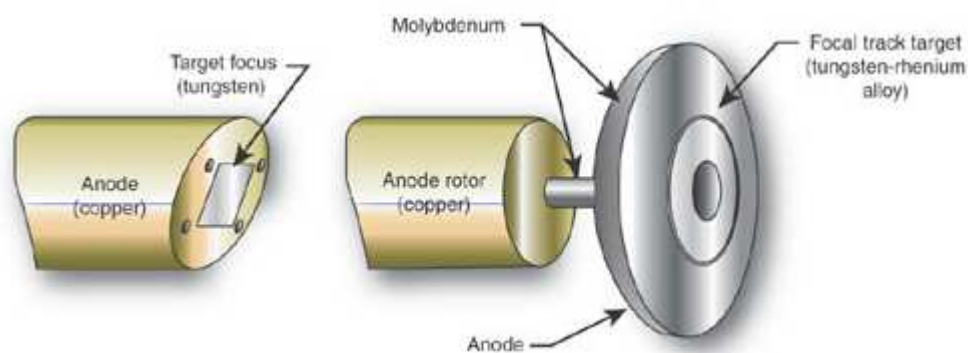
Anoda je tvořena kovovým materiálem. Pokud na ni dopadají elektrony, dochází k uvolnění velkého množství kinetické energie. Pouze 1 % z této uvolněné energie elektronů se přemění na rentgenové záření. Zbývajících 99 % této energie se přemění na teplo a tím dochází k zahřátí anody. Aby se zabránilo jejímu tepelnému zničení, je potřeba zvolit vhodný materiál a zároveň dostatečně odvádět nepotřebné teplo. Nepotřebné teplo odvádíme za pomoci chlazení vodou (Obrázek 3), vzduchem a-nebo rotací. Anoda je nejčastěji vyrobena z wolframu, protože wolfram má vysoký bod tání a vyšší atomové číslo, díky kterému se zvyšuje produkce fotonů rentgenového záření. [5] Anoda může být pevná nebo rotační. [3]



Obrázek 3: Schéma vodou chlazené rentgenky [6]

### 1.2.1.1 Pevná anoda

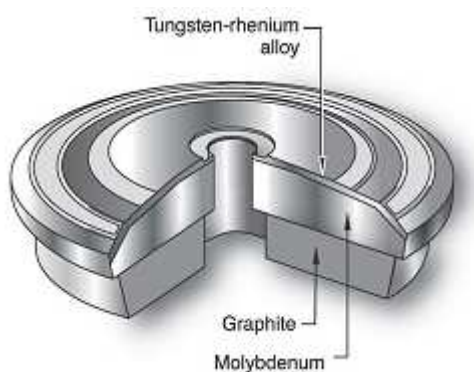
Pevná anoda se nejčastěji skládá z wolframové části připevněné na měděný blok, jak je vidět na obrázku 4. Měď zde slouží jako opora wolframového terčíku a zároveň velmi významně odvádí teplo z anody. Díky proudu urychlených, dopadajících elektronů je nutné dostatečně rychle odvádět teplo, aby nedošlo ke zničení terčíku. Tím je výrazně omezen maximální použitelný proud rentgenky a zároveň množství produkovaných rentgenových fotonů. Pevnou anodu používají některé dentální rentgenové systémy a taktéž některé po-  
jízdné rentgeny. [5]



Obrázek 4: Pevná anoda a rotační anoda [5]

### 1.2.1.2 Rotační anoda

Rotační anoda se nejčastěji skládá z terčíku ze slitiny wolframu a rhenia, který je připevněn na molybdenovou podstavu s grafitovým základem, což můžeme vidět na obrázku 4 a 5. Celý tento terčík je molybdenovou osou spojen s měděným blokem, který tvoří část rotoru rentgenky. Svazek elektronů dopadá na plošinku terčíku, který však stále rotuje a teplo je proto rozloženo na větší plochu. To umožňuje větší zatížení rentgenky. Rotační anody jsou používány ve většině diagnostických aplikací, protože efektivněji odvádějí teplo a umožňují tak produkci většího množství fotonů potřebných pro prozáření větších objemů, aniž by došlo ke zničení terčíku. [5]



Obrázek 5: Terčík rotační anody. [5]

### 1.2.2 Katoda

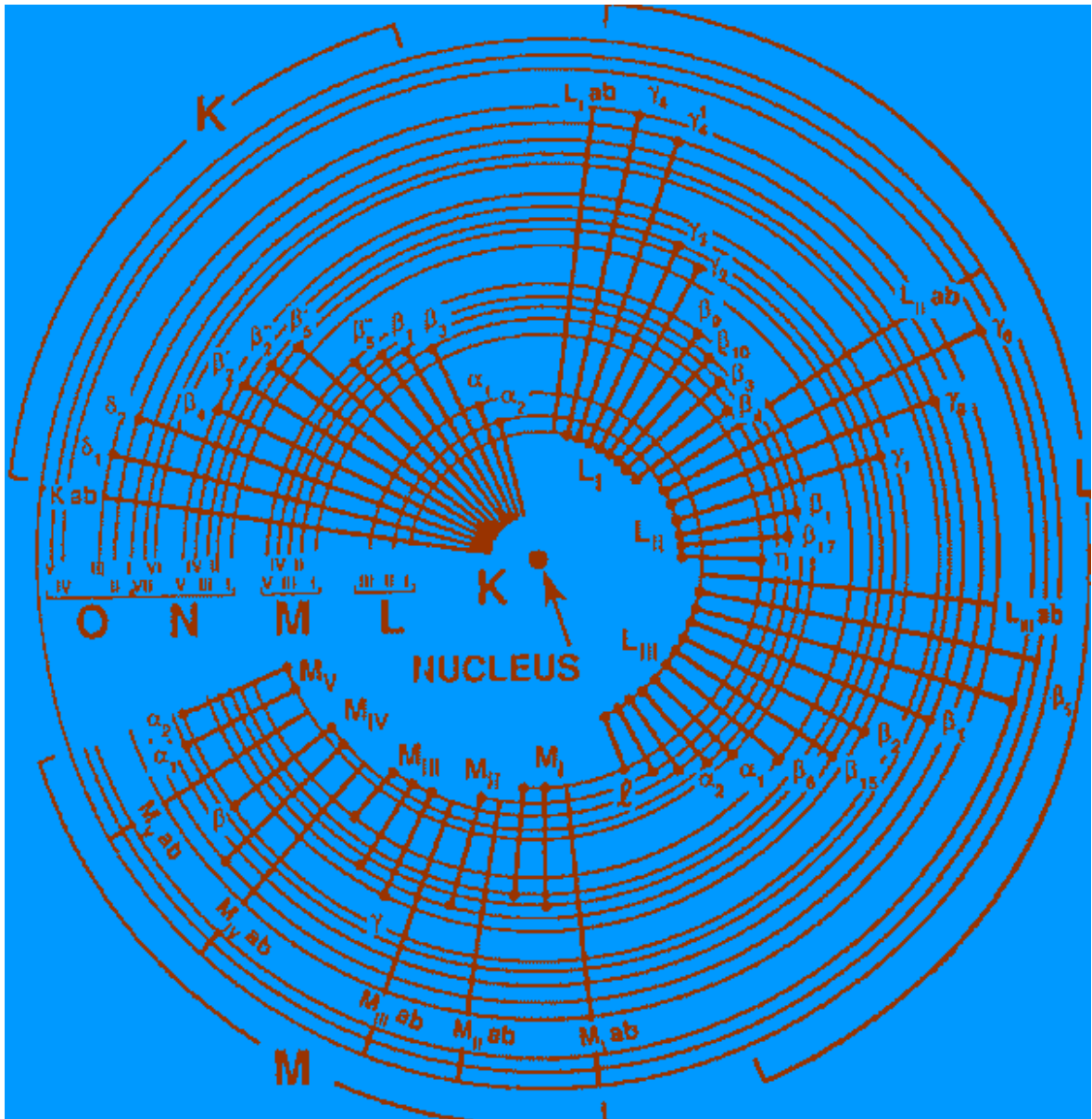
Katoda má tvar spirály. Při rozžhavení katody dojde k uvolnění elektronů a vzniku elektronového mraku, jehož hustota závisí na žhavicím proudu katody. Díky připojenému vysoko stejnosměrnému napětí začnou záporně nabitě elektrony vylétávat z oblaku směrem k anodě, kdy jsou současně urychlovány silným elektrickým polem. Při zbrzdění na anodě vzniká RTG záření pouze z 1 % pohybové energie elektronů. [3]

### 1.3 Vlastnosti rentgenového záření

Rentgenové záření je elektromagnetické vlnění s vlnovou délkou v rozmezí  $10^{-12}$  až  $10^{-8}$  m, které ionizuje vzduch a jiné plyny. Pronikavost záření závisí na velikosti napětí mezi anodou a katodou rentgenky. V živých organismech vyvolává genetické změny. [1] Pohlcování rentgenového záření závisí například na protonovém čísle prvků, tloušťce vrstvy. Jeho fotochemické účinky způsobují zčernání fotografické desky či filmu. Luminiscenční účinky, nebo-li světélkování, vyvolává vznik viditelného záření při dopadu na některé materiály. Rentgenové záření se šíří do prostoru na všechny strany a intenzita ubývá se čtvercem vzdálenosti. Jednou z vlastností je také rozptyl záření, který má negativní vlastnost pro diagnostiku, protože snižuje kontrast, při interakci fotonu s elektronem dojde k vychýlení paprsku a snížení energie (zvětší se vlnová délka). [7]

### 1.4 Mechanismus vzniku rentgenového záření

Elektron pronikající elektronovými vrstvami se sráží s elektronem ve vnitřní vrstvě a předá mu svou energii. Jestliže dojde k předání vyšší energie, než je energie kritická (pro danou vrstvu K,L atd.), elektron opouští svoji energetickou vrstvu a zanechává po sobě díru. Nyní je ionizovaný atom v excitovaném stavu a může se vrátit do základního stavu, v němž má nejnižší energii, zaplněním díry elektronem z některé vnější vrstvy. Elektron, který opouští vnější vrstvu a zaplňuje díru, má větší energii, než příslušná vrstva, ve které je díra. Tato energie se může vyzářit jako charakteristické rentgenové záření. Rentgenové paprsky jsou značeny podle toho, z které vrstvy do jaké přechází elektron při zaplňování díry. Jestliže zaplní elektron díru ve vrstvě K z vrstvy L, vyzáří se rentgenové záření  $K_{\alpha}$ , pokud ji zaplníme z vrstvy M, vyzáří se rentgenové záření  $K_{\beta}$ . Bude-li díra ve vrstvě L a zaplní ji elektron z vrstvy M, pak se vyzáří rentgenové záření  $L_{\alpha}$  atd. Číslem se označují jednotlivé podvrstvy. Nejbližší podvrstva je značena indexem 1. Například rentgenové záření je  $K_{\alpha 1}$  a  $K_{\alpha 2}$ , což můžeme vidět na obrázku 6, kde jsou nejčastější případy RTG charakteristického záření. [8]



Obrázek 6: Značení rentgenového záření pro hladiny K,L,M. [8]



## **2 SPEKTRUM RENTGENOVÉHO ZÁŘENÍ**

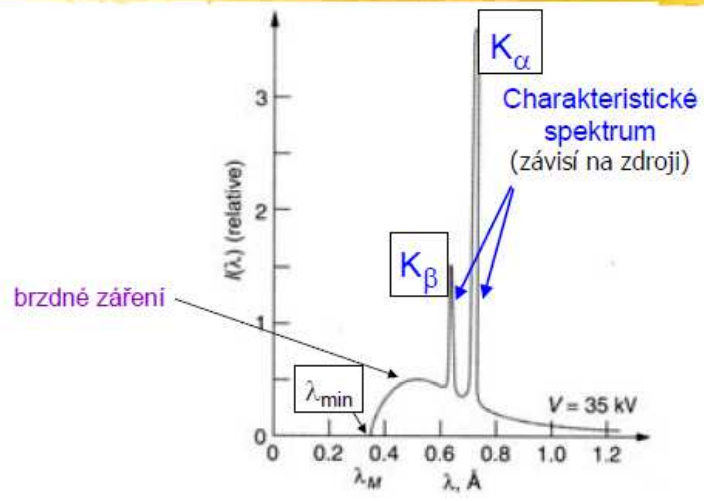
### **2.1 BRZDNÉ ZÁŘENÍ**

Rychle letící elektrony se po dopadu na terč brzdí a dojde ke změně jejich dráhy. Energie, kterou elektrony ztratily při průchodu terčem, se vyzáří ve formě tzv. brzdného rentgenového záření. Brzdné rentgenové záření je charakteristické širokým, spojitým energetickým spektrem. Čím je větší rychlost (energie) elektronů, tím tvrdší záření vzniká. Energie brzdného rentgenového záření závisí na rychlosti elektronů, ale nezávisí na materiálu terče. Elektrony mohou být urychleny také v urychlovačích částic např. v tzv. lineárním urychlovači, betatronu, mikrotronu, u nichž se dosahuje výrazně vyšších energií než u rentgenovy trubice. Energie záření se udává v elektronvoltech (eV). Brzdné záření se používá v lékařské diagnostice, v radioterapii a v průmyslu v defektoskopii. [2]

### **2.2 CHARAKTERISTICKÉ ZÁŘENÍ**

Energie charakteristického rentgenového záření závisí pouze na materiálu anody, nikoliv na napětí anody. Charakteristické rentgenové záření se používá v analytické chemii. Toto rentgenové záření je charakteristické pro konkrétní prvek. Energie záření je tím vyšší, čím vyšší je protonové číslo materiálu anody. Rychle letící elektron tentokrát odevzdává svou kinetickou energii elektronu vnitřní slupky atomového obalu materiálu anody, až dojde k jeho excitaci nebo ionizaci. Následný návrat do základního energetického stavu je spojen s vyzářením fotonu charakteristického rentgenového záření. [2]

# X-Ray spektrum



Obrázek 7: Charakteristické a brzdne zarení [9]

### 3 DIFRAKCE RENTGENOVÉHO ZÁŘENÍ

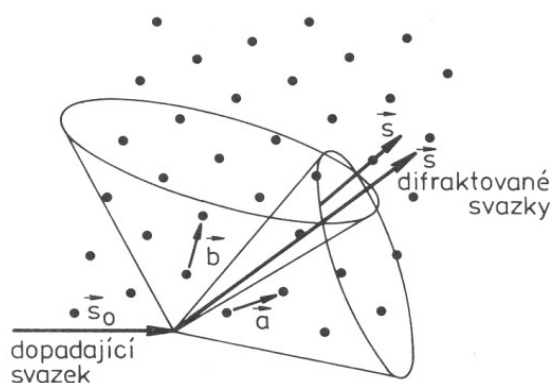
Difraktové rentgenové záření se používá především při studiu struktury materiálů. K difrakci nebo-li ohybu rentgenového záření dochází na elektronech, které jsou obsaženy v atomových obalech jednotlivých prvků struktury. Difrakce rentgenového záření je fyzikální jev, který lze popsat jako konstruktivní interferenci rentgenových vln po ohybu primárního rentgenového záření na elektronech difraktujícího atomu a dochází k němu pouze při splnění přesně definovaných podmínek podle Laueho nebo Braggovy rovnice. [10]

#### 3.1 Laueho rovnice

Laueho rovnice je nejstarší rentgenometrická metoda. Naproti všem ostatním používaným monokrystalovým metodám používá polychromatické záření. V dopadajícím paprsku je proto přítomno spojité spektrum vlnových délek v určitém intervalu  $\langle \lambda_1, \lambda_2 \rangle$ . Neohybný vzorek je pak ozařován tímto tzv. bílým zářením.

V Laueho metodě je krystal nehybný a mřížková rovina tedy svírá s dopadajícím paprskem konstantní úhel, na rozdíl od ostatních metod, kdy vlnová délka byla konstantní a mřížkovou rovinu bylo nutné natočit tak, aby svírala s dopadajícím paprskem Braggův úhel  $\Theta$ . Braggova rovnice je potom splněna pro určitou vlnovou délku  $\lambda$ . K difrakci na dané rovině dojde, pokud leží tato vlnová délka v intervalu vlnových délek přítomných v dopadajícím paprsku.

Obraz difrakce se zaznamenává plošně, nejčastěji na film. Ze souboru lauegramů, výsledných obrazů, je možno určit mřížkové parametry krystalu a jeho symetrii na úrovni Laueho grup. Laueho metoda se dnes v praxi používá jen výjimečně, významná byla spíše v historii, kdy díky ní byla poprvé dokázána nespojitá stavba hmoty a rozluštěny první krystalové struktury (NaCl a KCl – W.H. a W.L. Braggové v letech 1912 a 1913). [11]



Obrázek 8: Difraktované záření ležící na povrchu tzv. Laueho kužele [10]

### 3.2 Braggova rovnice

Podle Braggovy rovnice popisujeme difrakci jako odraz rentgenového záření na strukturálních rovinách krystalu. Pro představu, máme svazek rovnoběžných paprsků rentgenového záření o vlnové délce  $\lambda$ , který dopadá pod úhlem  $\Theta$  (theta) na osnovu mřížkových rovin vzdálených od sebe o hodnotu  $d$  (Obrázek 9). Difraktované záření se odráží pod stejným úhlem  $\Theta$  od osnovy rovin. K difrakci dojde v ten moment, když se paprsek odražený od jedné roviny zpozdí vůči paprsku odraženému od vedlejší roviny o celý násobek jeho vlnové délky  $l$ . To je splněno tehdy, když platí Braggova rovnice:

$$2d \cdot \sin\Theta = n\lambda$$

kde:

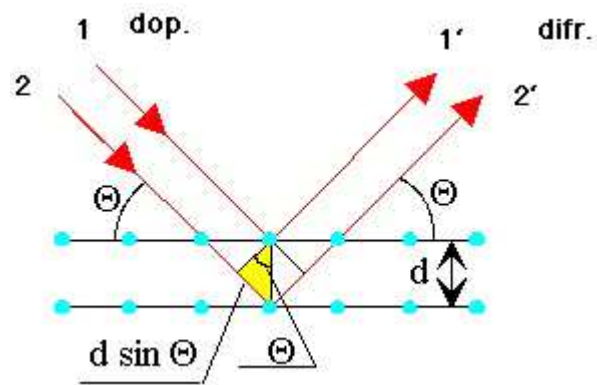
$d$  je mezivrstevná vzdálenost (v  $\text{\AA}$ ),

$\Theta$  je difrakční úhel (theta),

$n$  je celé číslo vyjadřující, o kolik násobků vlnové délky je jeden paprsek vůči druhému zpožděn (řád interference resp. difrakce),

$\lambda$  je vlnová délka rentgenového záření (v  $\text{\AA}$ ).

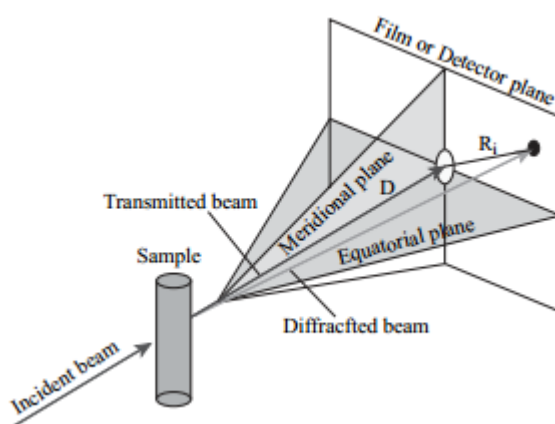
Při rentgenometrickém studiu krystalů se obvykle používá monochromatické záření, proto  $\lambda$  je konstanta. Mezivrstevné vzdálenosti  $d$  ve strukturách krystalů jsou také konstantní. Při otáčení krystalem dochází k difrakci na jednotlivých souborech strukturálních rovin pod příslušným úhlem  $\Theta$ . Známe-li tento úhel, můžeme z Braggovy rovnice snadno vypočítat mezivrstevnou vzdálenost příslušné osnovy rovin. [11]



Obrázek 9: Odvození Braggovi rovnice [12]

## 4 ŠIROKOÚHLÁ DIFRAKCE WAXS/WAXD

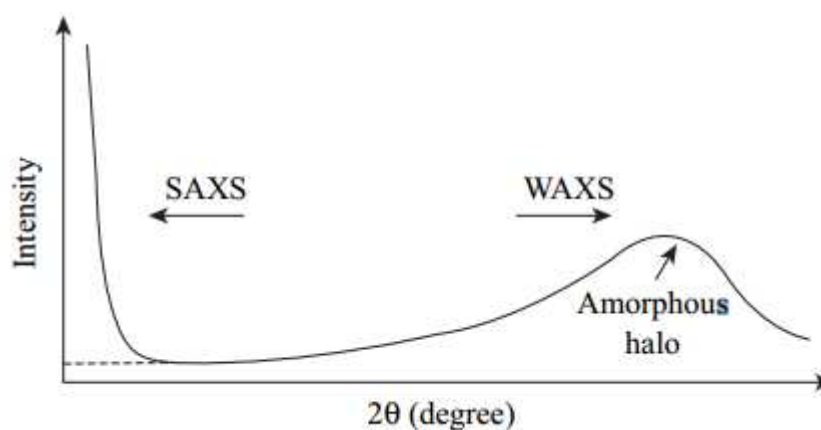
Široký úhel rentgenové difrakce (WAXD), nebo širokoúhlý rentgenový rozptyl (WAXS) je technika, která se běžně používá pro charakterizaci krystalické struktury polymerů a vláken. Tato technika používá monochromatické rentgenové záření k vytvoření přenosu difrakčního vzoru vzorku, který silně absorbuje rentgenové záření. Širokoúhlá difrakce i rozptyl se vztahuje na rentgenové difrakce v difrakčním úhlu  $2\theta > 5^\circ$ , která se liší od techniky maléhoúhlového rozptylu rentgenového záření (SAXS) s  $2\theta < 5^\circ$ .



Obrázek 10: Širokoúhlá difrakce WAXD. Incident beam - svazek dopadajících světelných paprsků, Sample – vzorek, Transmitted beam - vyslaný paprsek, Diffracted beam – difrakce paprsku, Meridional plane – rovina poledníku, Equatorial plane – rovina rovníku, Film or Detector plane - film nebo detektor roviny [13]

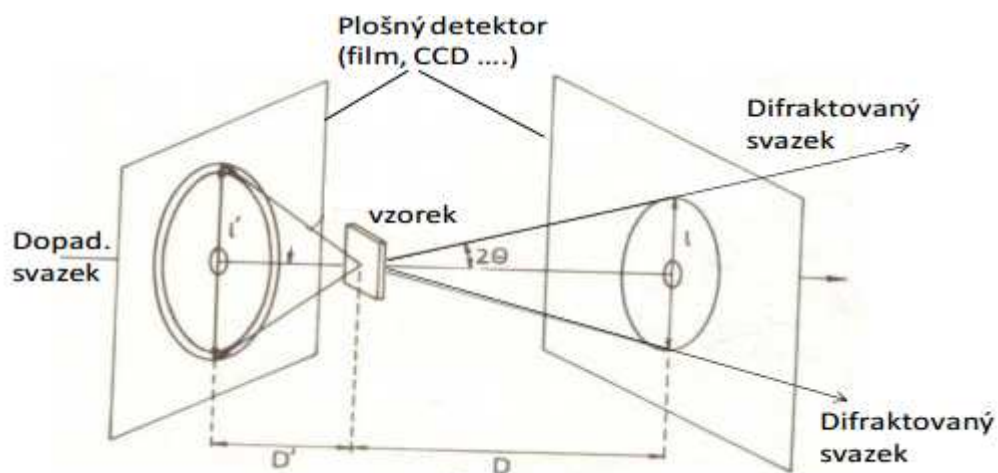
Obrázek 10 znázorňuje optické uspořádání WAXD. Dopadající svazek rentgenových paprsků prochází monochromátorem a kolimátorem, který není znázorněn na obrázku. Vysoce monochromatické, paralelní rentgenové paprsky dopadají na vzorek a vytváří odražené světlo v úhlu  $2\theta$  vyslaného paprsku. Difraktované paprsky jsou zaznamenány jako obraz na filmu nebo detektoru plochy, který je umístěn ve vzdálenosti D od vzorku a je kolmý na směr dopadu paprsku. Obvykle existuje doraz paprsku, umístěný v přední části filmu nebo detektoru centra, aby se zabránilo vyslaného paprsku přímo na plochu.

Širokouhlá difrakce (WAXS) je považována za vhodnou pro posouzení krystalické a amorfní materiály. WAXS je zvláště užitečná pro polymery, protože amorfní struktura je společná pro většinu polymerů, a to i pro krystalické polymery, protože nejsou zcela krystalické. Amorfní materiál může generovat difrakčním spektrem v  $2\theta$  rozsahu, jak je uvedeno na schématickém obrázku 11. Pro amorfní polymery chybí ostré difrakční píky, pouze ukazují široký vrchol halo. Amorfní polymery mohou vykazovat rozptyl změny intenzity z důvodu kolísání hustoty elektronů přes určité délky stupnice. [13]

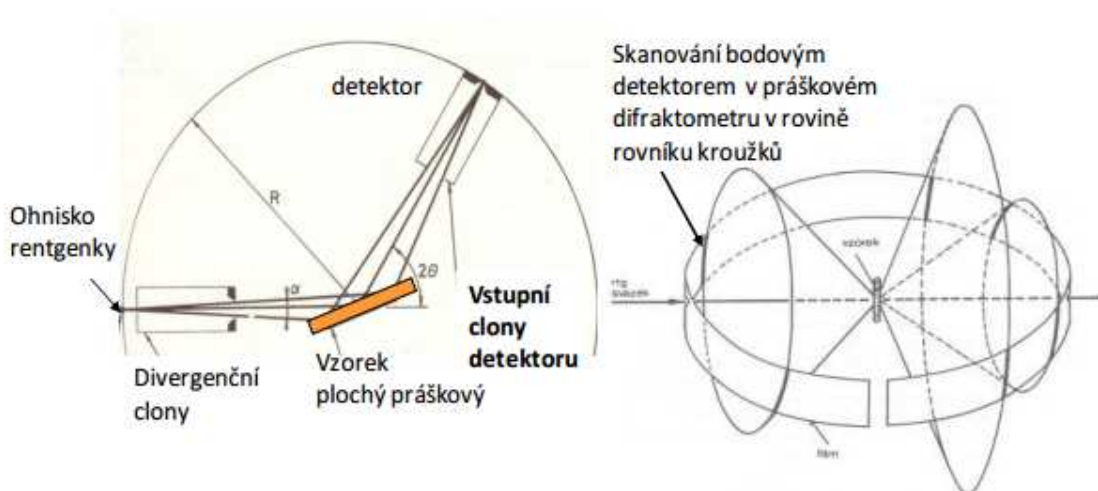


Obrázek 11: Rentgenový rozptyl amorfních materiálů, které ukazují rozdíl v rozsahu malého úhlu a široký úhel rozptylu. Intensity – intenzita, Degree – stupeň, Amorphous halo – amorfní halo [13]

Difraktogramem pro polykrystalické práškové vzorky je tzv. Debyeogram, který je zaznamenán na plošném zobrazovacím zařízení. Jedná se pak o soustavu soustředných kroužků, kterou můžeme vidět na obrázku 12. Nejběžnějším uspořádáním je práškový difraktometr s bodovým detektorem, skenující difrakční kroužky v rovině „rovníku“, jak můžeme vidět na obrázku 13. Výstupem z práškového difraktometru je pak difraktogram jako na obrázku 14 a. Tento způsob difraktovaného záření předpokládá homogenní rozdělení intenzity po obvodu Debyeových kroužků. Takové rozdělení je případem ideálního polykrystalu, kdy všechny roviny hkl jsou se stejnou pravděpodobností orientovány do všech směrů. [14]



Obrázek 12: Vznik rentgenového práškového difraktogramu (Debyeogramu) při detekci na rovinný plošný detektor. [14]



Obrázek 13: Schéma práškového difraktometru. [14]

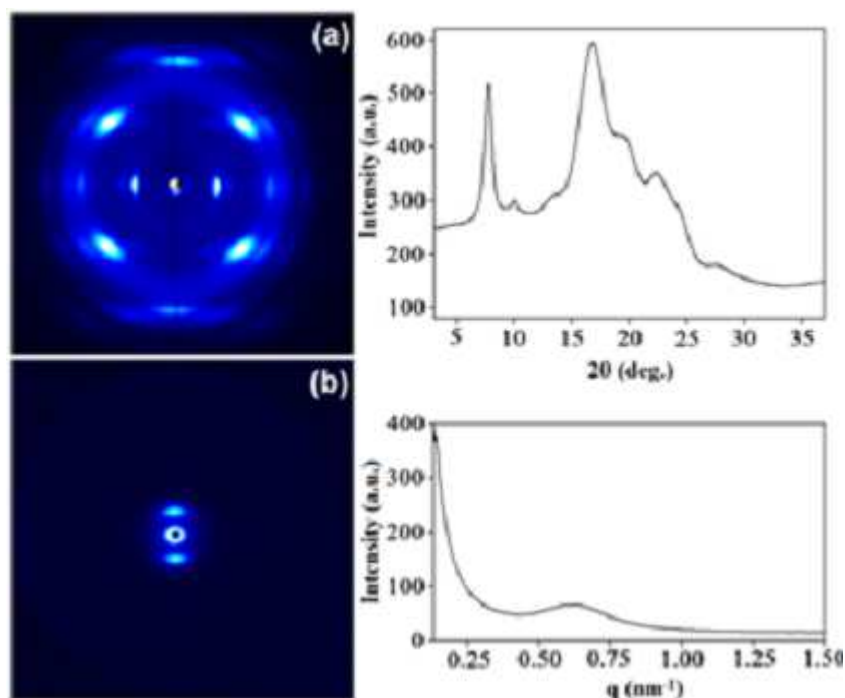
Díky širokoúhlé difrakci lze získat tyto informace:

- uložení atomů v základní krystalické buňce a její rozměry (z poloh reflexních stop)
- obsah krystalického podílu  $X_c$  (z intenzity krystalických a amorfních reflexí)
- hustotu krystalické fáze (z rozměrů základní krystalické jednotky)

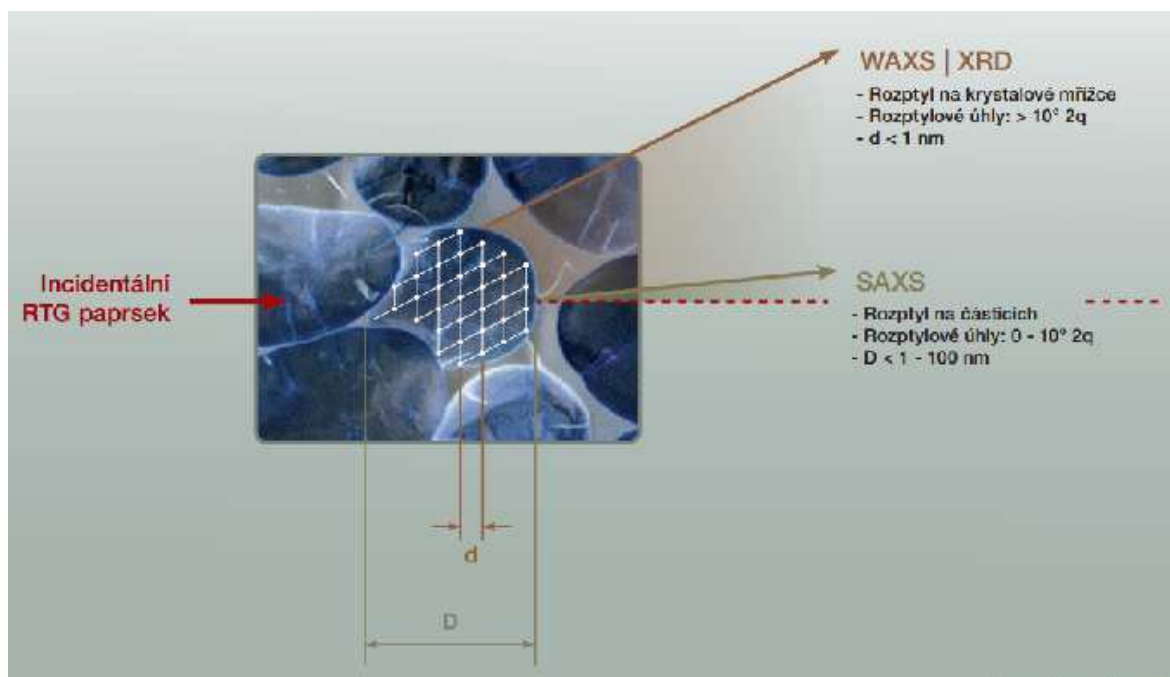


- velikost krystalitů (z rozšíření reflexních čar), resp. jejich odhad
- stupeň orientace (ze způsobu rozložení intenzity rozptýleného záření po obvodu reflexních kruhů) [15]

Rozptýlené rentgenové paprsky mohou být zaznamenány v různých úhlech. Použitím WAXS můžeme analyzovat struktury pod velikostí nanometrů, jako atomy a meziatomové vzdálenosti rozptýlit na širší. V SAXS můžeme analyzovat rozptýl vzorků v malých úhlech, zkoumat částice o nano-velikostech, v rozmezí velikostí od 1 nm do 100 nm. Srovnání můžeme vidět na obrázku 15. [16]



Obrázek 14: (a) 2D-WAXD vzor syndiotaktického polystyrenu / toluen komplexu a odpovídající 1D vzorek získaný kruhovým integrací (b) 2D-SAXS vzor stejného vzorku a odpovídající 1D vzor. [17]



Obrázek 15: Porovnání metody SAXS a WAXS [18]

## **5 MALOÚHLOVÁ DIFRAKCE SAXS**

Maloúhlová difrakce rentgenového záření, kterou značíme jako SAXS, je nedestruktivní metoda pro analýzu vzorků o velikosti nanostruktur v rozsahu od 1nm do 200 nm. [18] Metoda SAXS je zaznamenán při velmi nízkých úhlech (obvykle 0,1 až 10°). Díky tomuto úhlovému rozsahu zjistíme informace o tvaru a velikosti makromolekul, charakteristické vzdálenosti částečně uspořádaných materiálů, velikosti pórů a další data. Maloúhlová difrakce je schopná dodávat informace o struktuře makromolekul mezi pěti a dvaceti-pěti nanometry, opakovaných vzdálenostech v částečně uspořádaných systémech až do 150 nanometrů. Ultra maloúhlová difrakce, kterou značíme USAXS, může zanalyzovat i větší rozměry. [19]

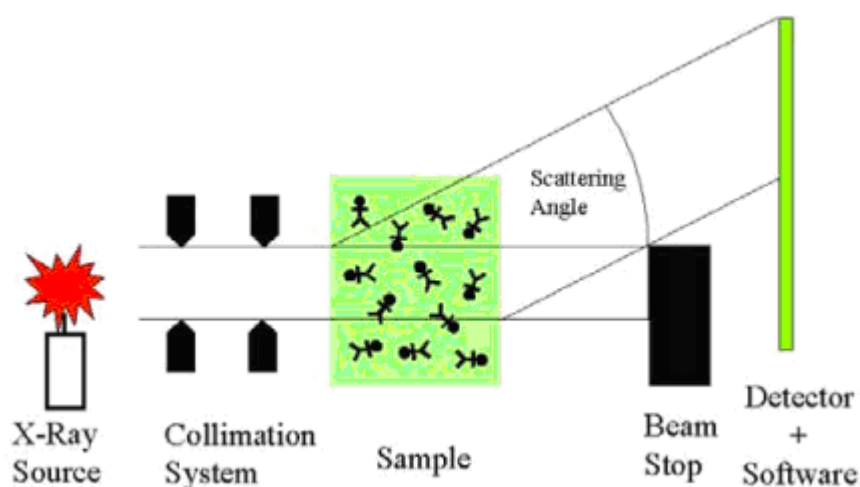
### **5.1 Aplikace maloúhlové difrakce SAXS**

Maloúhlová difrakce SAXS se používá pro stanovení mikroměřítko nebo nanostruktury částicových systémů, pokud jde o takové parametry, jako je velikost průměru částic, tvary, distribuce a poměr povrchu k objemu. Materiály mohou být pevné nebo kapalné a mohou obsahovat pevné, kapalné nebo plynné částice stejného nebo jiného materiálu v libovolné kombinaci. Tato metoda je přesná, nedestruktivní a často vyžaduje pouze minimální přípravu vzorku. Aplikace je velmi široká a zahrnuje koloidy všech typů, kovů, cementu, oleje, polymery, plasty, bílkoviny, potraviny, léčiva a lze je nalézt v oblasti výzkumu, stejně jako v oblasti kontroly kvality. [19]

### **5.2 Nástroje maloúhlové difrakce SAXS**

V nástroji SAXS se monochromatický paprsek rentgenového záření přenesse na vzorek. Některé z rentgenových paprsků se rozptýlí, zatímco většina projde vzorkem bez interakce se vzorkem. Rozptýlené rentgenové záření tvoří vzor rozptylu, který je pak detekován v detektoru. Detektor je typicky dvourozměrnou plochou rentgenových paprsků, které se nachází za vzorkem kolmo ke směru primárního svazku, který nejprve narazí na vzorek. Rozptyl obsahuje informace o struktuře vzorku. Hlavním problémem, který je třeba překonat u vybavení SAXS, je oddělení slabé intenzity rozptýleného záření od silného hlavního svazku. Čím menší je požadovaný úhel, tím obtížnější to bude. Proto nerozptýlené světlo, které pouze prochází vzorkem, musí být zablokováno, bez blokování rozptýlené

ho záření. Většina dostupných zdrojů rentgenového záření produkuje rozdílně záření, a to zhoršuje problém. Problém by mohl být vyřešen zaostřením paprsku, ale to není snadné. Laboratorní SAXS nástroje lze rozdělit do dvou hlavních skupin: bodové kolimační a čárové kolimační nástroje. [19] Kolimace je proces, kdy jsou rentgenové paprsky před rozptylem transformovány do dobře definovaných čárově nebo bodově uspořádaných paprsků. [17]



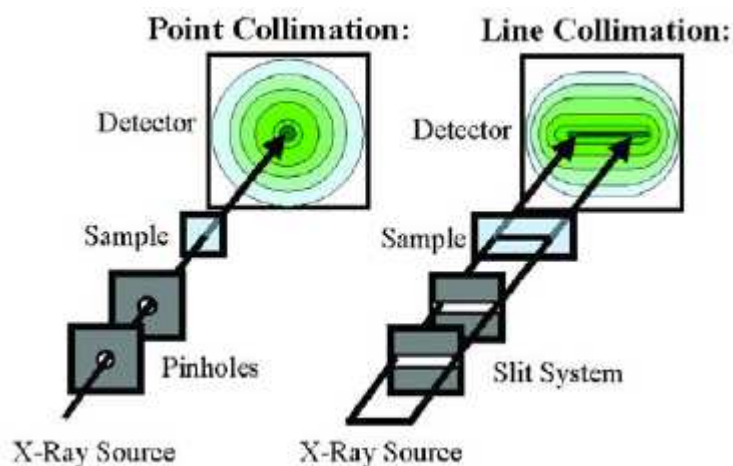
Obrázek 16: Komponenty pro nástroj SAXS [20]

### 5.2.1 Bodové kolimační nástroje

Bodové kolimační nástroje mají dírký, které formují rentgenové paprsky na malé kruhové nebo eliptické místo, které osvětluje vzorek. Proto je rozptyl symetricky rozdělen kolem primárního rentgenového paprsku a rozptyl vzorku v detekční rovině se skládá z kruhů kolem primárního svazku. Vzhledem k malému osvětlenému objemu vzorku a plýtvání kolimačního procesu, mohou pouze tyto fotony létat ve správném směru. Intenzita rozptýlení je malá, a proto doba měření je v řádu hodin nebo dní. Čas můžeme snížit použitím ohýbaných zrcadel. Bodové kolimační nástroje umožňují orientaci neizotropních systémů (vlákna, rozdílné kapaliny), které mají být stanoveny. [19]

### 5.2.2 Čárové kolimační nástroje

Čárové kolimační nástroje omezují paprsek pouze v jedné dimenzi tak, že profilem paprsku je dlouhá, ale úzká linka. Osvětlený objem vzorku je mnohem větší v porovnání s bodovými kolimačními nástroji a rozptýlení intenzity v téže hustotě toku je úměrně větší. Proto měření doby s lineárním kolimačním nástrojem je mnohem kratší v porovnání s bodovým kolimačním nástrojem a jsou v rozsahu minut. Nevýhodou je, že zaznamenaný vzor je v podstatě integrovaná superpozice mnoha dírek sousedních dírkových vzorů. Výsledné rozmazání může být snadno odstraněno s použitím modelu bez algoritmů. Linka kolimace je velkým přínosem pro jakékoliv izotropní nano-materiály, jako jsou proteiny, povrchově aktivní látky, částic disperze a emulze. [19]



Obrázek 17: Zobrazení bodové a čárové kolimace [20]

## 6 APLIKACE ZÁŘENÍ

### 6.1 MEDICÍNA

#### 6.1.1 Diagnostika – klasický rentgen

Principem rentgenu v medicíně je, že rentgenové záření pohlcuje různé látky, různou měrou. Naproti paprskům, které prochází lidským tělem, stačí postavit do cesty desku citlivou na ozáření. Ve skutečnosti se jedná o podobný film jako u klasického fotografování. Film je uzavřen v neprůhledném obalu, protože nechceme, aby reagoval na světlo, ale aby reagoval pouze na rentgenové paprsky.

Při ozařování části těla zdrojem rentgenového záření, je záření vždy částečně utlumeno. Kost utlumí průchod záření mnohem více než sval nebo jiná měkká tkáň. Také mezi měkkými tkáněmi jsou rozdíly. Různý útlum tedy zajistí, že na výsledném snímku budou různými odstíny šedi vyznačeny různé tkáně. Kosti jsou bílé, svaly šedé, plíce pak bývají velmi tmavé. [21]



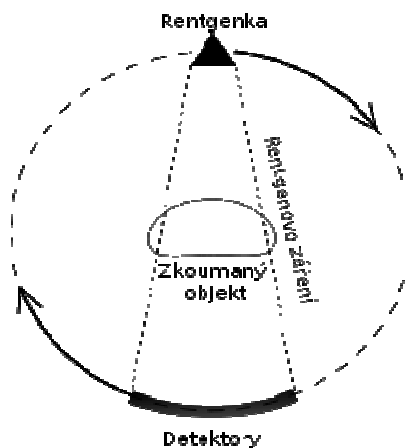
Obrázek 18: Rentgen chodidla [1]

## 6.1.2 Diagnostika – počítačový tomograf CT

Jedná se o vyšetření, kterému říkáváme „cétéčko“. Zkratka CT pochází z anglického „computed tomography“. Vnitřní část počítačového tomografu můžeme vidět na obrázku 19. Toto vyšetření dokáže zobrazit detailně vnitřní stavbu lidského těla. Jde o rentgenovou metodu, kdy různé tělesné struktury se zobrazují v různých stupních šedi na základě stupně zeslabení procházejícího paprsku rentgenového záření. Na rozdíl od klasického rentgenového snímku zde hraje důležitou roli výpočetní technika. Výsledkem vyšetření jsou obrazy mnoha vrstev (skenů) z vyšetřované oblasti o šířce 1 – 10 mm, které si lékař prohlíží a zpracovává na počítači. Princip počítačového tomografu můžeme vidět na obrázku 20. Nevýhodou vyšetření je nutnost použití rentgenového zařízení v daleko větší dávce než u běžného rentgenu. Vyšetření se provádí tak, že se pacientovi při vyšetření nepodává žádná látka, anebo se provádí CT s kontrastem, kdy se pacientovi podá roztok sloučeniny jódu. [22]



Obrázek 19: Vnitřek počítačového tomografu [23]



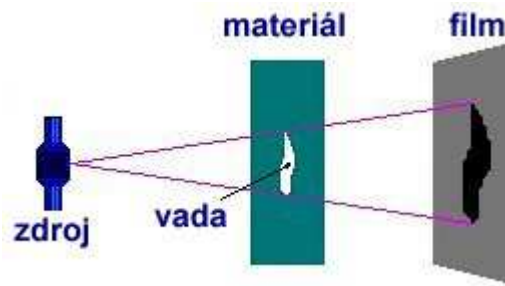
Obrázek 20: Princip počítačového tomografu [23]

## 6.2 PRŮMYSL

### 6.2.1 Kontrola materiálu (defektoskopie)

Kontrola výrobků rentgenovým zářením se využívá z toho důvodu, že nedochází k jejich poškození nebo porušení. Cílem kontroly je najít skryté vnitřní nebo povrchové vady, jak můžeme vidět na obrázku 21. Po této zkoušce zůstává výrobek ve stejném stavu jako před zkouškou. Defektoskopické metody jsou založeny na schopnosti některých druhů záření (rentgenové, radioaktivní, ultrazvuk) pronikat zkoumanými materiály. Při výskytu vnitřní vady dochází k zeslabení nebo změně struktury prozařovaného materiálu. V takovém místě se změní intenzita procházejícího záření. K indikaci se používají fluorescenční štíty, film nebo ionizační detektory. Na filmu se po ozáření a vyvolání vnitřní vada jeví jako tmavší místo. [1]

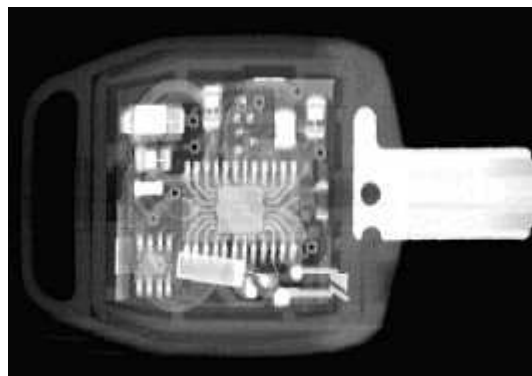




Obrázek 21: Zjištění vady za pomoci záření [1]

Jako zdroje rentgenového záření se používají aparatury vyzařující pronikavé (tvrdé) záření vznikající při napětí 60 až 450 kilovoltů.

Rentgenovou defektoskopii používáme všude tam, kde je vyžadována nejvyšší kvalita materiálů a svařovaných spojů: plynovody, lopatky plynových a parních turbín, písty spalovacích motorů, tlakové nádoby jaderných reaktorů apod. Obsluha defektoskopických zařízení musí být ochráněna před účinky záření. Součástky se kontrolují v odstíněných kabinách nebo kobkách. U přenosných zařízení se ochrana zajišťuje dostatečnou vzdáleností obsluhy od místa kontroly. Nejdokonalejší kontrolu poskytuje počítačový tomograf, který pracuje na stejném principu jako lékařský tomograf. Při technické kontrole se otáčí vyšetřovaný předmět mezi rentgenovým zdrojem a detektory. K prozařování oceli tloušťky větší než 100 mm už běžné rentgenky nestačí. Jako zdroj velmi pronikavého rentgenového záření se v tomto případě používá urychlovač elektronů - betatron. [1]



Obrázek 22: Dálkové ovládání v klíči od automobilu [1]

## 6.2.2 Bezpečnostní rentgeny

Bezpečnostní rentgeny používáme především na kontrolu zavazadel, zejména na letištích. Bezpečnostní rentgeny mají podobnou konstrukci jako defektoskopické přístroje. Pro detekci se obvykle používá polovodičový detektor. Při běžné rentgenové kontrole se používá především černobílé zobrazení s různými stupni šedi. U bezpečnostních rentgenů musí být především rozlišeny různé materiály. Proto se používají barevné monitory, kdy různým stupňům šedé barvy jsou přiřazeny barvy (pseudobarevné zobrazení). Tak můžeme rychle rozpoznat například kovové předměty, např. zbraně. Zařízení je možno doplnit i alarmem, který se spustí v případě podezřelých předmětů v zavazadle. Rentgeny pro kontrolu automobilů používají nejvýkonnější zdroje s napětím až 450 kV. Celý automobil se neprozařuje najednou, ale je prozařován postupně po "vrstvách" a teprve na monitoru se vytvoří jeho výsledný rentgenový obraz. Také v tomto případě se používá pseudobarevné zobrazení. [1]



Obrázek 23: Pracoviště pro kontrolu zavazadel [1]

## 6.3 DALŠÍ OBLASTI

### 6.3.1 Studium a struktura látek

Rentgenové záření má mnoho společných vlastností s viditelným světlem (rychlost, odraz, ohyb). Rozdíl mezi vlnovými délkami je však tak velký, že se pro jejich spektroskopické studium musí volit odlišné metody a prostředky. Zatímco u viditelného světla se používají optické mřížky, spektrum rentgenového záření se získává při průchodu nebo odrazu záření v krystalech.

Myšlenku využít rentgenových paprsků ke studiu struktury krystalu poprvé formuloval v roce 1912 Max von Laue. Na jejím základě se podařilo vyřešit dva problémy tehdejší doby a dokázat, že rentgenové záření je elektromagnetické vlnění velmi krátké vlnové délky, a že krystaly pevných látek jsou tvořeny částicemi, uspořádanými do pravidelné prostorové mřížky.

Ohybové (difrakční) obrazce umožňují s využitím moderní výpočetní techniky studovat vnitřní strukturu nejrůznějších látek, od jednoduchých anorganických sloučenin až po strukturu molekul DNA. Rentgenová difrakce se stala pro krystalografii základní metodou pro určení prostorového uspořádání atomů pevných látek. [1]

### 6.3.2 Umění

Rentgenové záření se používá také v umění, kde je významným pomocníkem pro restaurátory a historiky. Díky rentgenovému záření mohou odhalovat padělky uměleckých předmětů, bez poškození obrazů zjišťovat použité malířské techniky a pátrat po historických souvislostech jejich tvorby.

Ke zkoumání uměleckých děl se používá také rentgenové záření, které nevzniká v rentgenecce, ale dopadem urychlených protonů na materiál. Aplikace této metody však vyžaduje náročné technické vybavení (urychlovač). [1]



Obrázek 24: Rentgenový snímek portrétu od italského malíře Tintoretta (1518-1594) [1]

## 7 RENTGENOVÉ PRACOVÍŠTĚ

Jednou z nejdůležitějších součástí rentgenu je zabezpečení obsluhy proti ozáření. Některé rentgeny jsou dodávány již s rentgenovou kabinou (odstíněním). Jde především o průmyslové radioskopické a bezpečnostní rentgeny. Pokud není možné zajistit odstínění, zajišťuje se ochrana dostatečnou vzdáleností.

Rentgenové laboratoře a rentgenové kobky se stavějí podle velikosti energií. Kobky jsou konstruovány tak, aby se minimalizovalo ozáření obsluhujícího personálu.

Obsluha by měla být v oddělené místnosti. Rentgeny větších energií jsou umístěny v betonové kobce, která má dostatečné odstínění. Odstíněním rozumíme, že kromě zabezpečení klasickým betonem, nanese se navíc speciální barytovou omítku. Pro kobky s menšími zdroji jsou dveře dřevěné s olovnatou vložkou, pro velké energie ocelové s olovnatou vložkou. Konstrukce musí být taková, aby nedocházelo k průniku záření např. v místech zámku a kliky, případně u podlahy. Dveře jsou zabezpečeny kontakty, díky kterým se při otevření dveří rentgen automaticky vypne.

Pro největší rentgeny od 320 kV do 450 kV se dveře konstruují zavěšené, posuvné motorem. Všechna pracoviště podléhají schválení Státním úřadem pro jadernou bezpečnost.

Některé rentgeny se umísťují ve speciální kabině, která je z olovnatého plechu příslušné tloušťky plátované ocelovým plechem. Hlavní uplatnění je především v průmyslu, kde je možné rentgenovou kabinu umístit přímo v hale (např. slévárně). Později je možné rentgen podle potřeby přemístit. Pokud je nutné, aby bylo do místnosti s rentgenovým zařízením okno, musí být zhotoveno ze speciálního skla, jehož nejdůležitější parametr je ekvivalent stínění ve vztahu na tloušťku olova. [17]

## ZÁVĚR

Cílem mé práce bylo přiblížit rentgenovou strukturní analýzu ve studiu polymerů, což je metoda, která se zabývá studiem interakcí krystalických vzorků s rentgenovým zářením a která nám umožňuje určit strukturu analyzovaných molekul. Pokud nemáme k dispozici monokrystal, můžeme tento problém obejít metodou práškové difrakce.

Ve své práci jsem se věnovala vzniku rentgenového záření, které by se neobešlo bez zdroje. Zdrojem je rentgenka, jejíž součástí je anoda, přitahující elektrony vysílané katodou. Mechanismus vzniku souvisí s pronikavostí elektronu elektronovými vrstvami, kde se vysráží s elektronem ve vnitřní vrstvě a předá mu svou energii. K difrakci rentgenového záření dochází pouze po splnění Laueho a Braggovy rovnice.

Maloúhlová difrakce SAXS je zaznamenávána při velmi malých úhlech. Analyzované vzorky mohou být pevné nebo kapalné a mohou obsahovat pevné, kapalné nebo plynné částice. Metoda SAXS nám poskytuje informace o velikosti pórů, průměru částic, tvaru, distribuci a poměru povrchu k objemu. Příprava vzorku bývá zpravidla minimální. Metoda Širokoúhlá difrakce WAXS se nejčastěji používá ke stanovení krystalické struktury polymerů. Informuje nás o velikosti krystalů, stupni orientace, hustotě krystalické fáze a v neposlední řadě o obsahu krystalického podílu.

Velkou výhodou rentgenové strukturní analýzy je její nedestruktivní chování k analyzovanému vzorku a schopnost určit absolutní strukturu molekul, což znamená polohy atomů, vazebné délky a úhly v krystalové mřížce.

## SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] *Rentgenové záření* [online]. ©2004 [cit. 2014-05-19]. Dostupné z: <http://www.cez.cz/edee/content/microsites/rtg/obsah.htm>
- [2] Rentgenové záření. *Wikipedie* [online]. 2014 [cit. 2014-05-19]. Dostupné z: [http://cs.wikipedia.org/wiki/Rentgenov%C3%A9\\_z%C3%A1r%C5%99en%C3%AD](http://cs.wikipedia.org/wiki/Rentgenov%C3%A9_z%C3%A1r%C5%99en%C3%AD)
- [3] Rentgenové záření. *WikiSkripta* [online]. 2012 [cit. 2014-05-19]. Dostupné z: [http://www.wikiskripta.eu/index.php/Rentgenov%C3%A9\\_z%C3%A1r%C5%99en%C3%AD](http://www.wikiskripta.eu/index.php/Rentgenov%C3%A9_z%C3%A1r%C5%99en%C3%AD)
- [4] Aplikace ionizujícího záření - jaderné a radiační metody. *Astro Nukl Fyzika* [online]. [cit. 2014-05-19]. Dostupné z: <http://www.astronuklfyzika.cz/JadRadMetody.htm>
- [5] Rentgenka – její stavba a funkce. *Lucie Sůkupová* [online]. 2013 [cit. 2014-05-19]. Dostupné z: <http://www.sukupova.cz/rentgenka-a-produkce-rentgenoveho-zareni/>
- [6] Historie rentgenu. *Fyzika v moderním lékařství* [online]. [cit. 2014-05-19]. Dostupné z: <http://cz7asm.wz.cz/fyz/index.php?page=histrent>
- [7] Charakteristika RTG záření. *WikiSkripta* [online]. [cit. 2014-05-19]. Dostupné z: [http://www.wikiskripta.eu/index.php/Charakteristika\\_RTG\\_z%C3%A1r%C5%99en%C3%AD](http://www.wikiskripta.eu/index.php/Charakteristika_RTG_z%C3%A1r%C5%99en%C3%AD)
- [8] Elektronová mikroskopie: Interakce. *Parazitologický ústav* [online]. [cit. 2014-05-19]. Dostupné z: [http://www.paru.cas.cz/lem/bak/2\\_3.htm](http://www.paru.cas.cz/lem/bak/2_3.htm)
- [9] RTG záření. *Katedra fyzikální chemie Univerzita Palackého v Olomouci* [online]. [cit. 2014-05-19]. Dostupné z: [http://fch.upol.cz/skripta/zfcm\\_pred/7\\_RTG.pdf](http://fch.upol.cz/skripta/zfcm_pred/7_RTG.pdf)
- [10] Metody výzkumu struktur minerálů. *Multimediální studijní texty z mineralogie pro bakalářské studium* [online]. 2013 [cit. 2014-05-19]. Dostupné z: [http://mineralogie.sci.muni.cz/kap\\_5\\_2\\_metody\\_strukt/kap\\_5\\_2\\_metody\\_strukt.htm](http://mineralogie.sci.muni.cz/kap_5_2_metody_strukt/kap_5_2_metody_strukt.htm)
- [11] Analytické metody v mineralogii. *INSTITUT GEOLOGICKÉHO INŽENÝRSTVÍ* [online]. [cit. 2014-05-19]. Dostupné z: <http://geologie.vsb.cz/malis/Analytick%E9%20metody.pdf>
- [12] Difrakce rentgenového záření. *Rentgenová difrakce - okno do materiálu* [online]. [cit. 2014-05-19]. Dostupné z: [http://vega.fjfi.cvut.cz/docs/sfbe/rtg\\_difrakce/4.html](http://vega.fjfi.cvut.cz/docs/sfbe/rtg_difrakce/4.html)

- [13] LENG, Y. *Materials characterization: introduction to microscopic and spectroscopic methods*. Hoboken, NJ: J. Wiley, c2008, xii, 337 p. ISBN 04-708-2298-8.
- [14] RTG DIFRAKCE V MATERIÁLOVÉM VÝZKUMU. *Katedra materiálu* [online]. 2011 [cit. 2014-05-19]. Dostupné z: [http://www.kmt.tul.cz/edu/podklady\\_kmt\\_magistri/MSS/Vyukove\\_texty\\_XRD.pdf](http://www.kmt.tul.cz/edu/podklady_kmt_magistri/MSS/Vyukove_texty_XRD.pdf)
- [15] Vlastnosti a inženýrské aplikace plastů. In: *Technomat* [online]. © 2014 [cit. 2014-05-19]. Dostupné z: [http://www.technomat.cz/data/katedry/ksp/KSP\\_VIP\\_PR\\_04\\_CZE\\_Behalek\\_Morfologie\\_polymeru.pdf](http://www.technomat.cz/data/katedry/ksp/KSP_VIP_PR_04_CZE_Behalek_Morfologie_polymeru.pdf)
- [16] A Crash Course on SAXS. *SAXSpace* [online]. [cit. 2014-05-19]. Dostupné z: <http://www.saxspace.com/crashcourse/>
- [17] Xeuss SAXS/WAXS System at CSIR-NIIST. *XENOCs* [online]. 2014 [cit. 2014-05-19]. Dostupné z: <http://www.xenocs.com/testimonials/253-xeuss-saxswaxs-system-at-csir-niist.html>
- [18] Základní informace k metodě SAXS. *Anton Paar* [online]. 2013 [cit. 2014-05-19]. Dostupné z: <http://www.antonpaar.com/?eID=documentsDownload&document=54451&L=0>
- [19] Small-angle X-ray scattering. *WIKIPEDIA* [online]. 2014 [cit. 2014-05-19]. Dostupné z: [http://en.wikipedia.org/wiki/Small-angle\\_X-ray\\_scattering](http://en.wikipedia.org/wiki/Small-angle_X-ray_scattering)
- [20] *The SAXS Guide: Getting acquainted with the principles*. Austria: Anton Paar GmbH, 2011. ISBN A-8054 Graz.
- [21] Rentgen: jak nahlédnout do hloubi těla. *VTM E15* [online]. [cit. 2014-05-19]. Dostupné z: <http://vtm.e15.cz/rentgen-jak-nahlednout-do-hloubi-tela>
- [22] Popis CT- výpočetní tomografie. *Vitalion* [online]. 2011 [cit. 2014-05-19]. Dostupné z: <http://vysetreni.vitalion.cz/ct/>
- [23] Počítačová tomografie. *WIKIPEDIE* [online]. 2013 [cit. 2014-05-19]. Dostupné z: [http://cs.wikipedia.org/wiki/Po%C4%8D%C3%ADta%C4%8Dov%C3%A1\\_tomografie](http://cs.wikipedia.org/wiki/Po%C4%8D%C3%ADta%C4%8Dov%C3%A1_tomografie)
- [24] Rentgenová pracoviště. *Rentgen* [online]. 2007 [cit. 2014-05-19]. Dostupné z: [http://www.rentgen.eu/prilohy/15/rtg\\_pracoviste.pdf](http://www.rentgen.eu/prilohy/15/rtg_pracoviste.pdf)



## SEZNAM OBRÁZKŮ

Obrázek 1: Wilhelm Conrad Röntgen [1].....	11
Obrázek 2: Rentgenka [1] .....	12
Obrázek 3: Schéma vodou chlazené rentgenky [6] .....	13
Obrázek 4: Pevná anoda a rotační anoda [5] .....	13
Obrázek 5: Terčik rotační anody. [5].....	14
Obrázek 6: Značení rentgenového záření pro hladiny K,L,M. [8] .....	16
Obrázek 7: Charakteristické a brzdné záření [9] .....	18
Obrázek 8: Difraktované záření ležící na povrchu tzv. Laueho kužele [10] .....	20
Obrázek 9: Odvození Braggovi rovnice [12].....	21
Obrázek 10: Širokouhlá difrakce WAXD. Incident beam - svazek dopadajících světelných paprsků, Sample – vzorek, Transmitted beam - vyslaný paprsek, Diffracted beam – difrakce paprsku, Meridional plane – rovina poledníku, Equatorial plane – rovina rovníku , Film or Detector plane - film nebo detektor roviny [13].....	22
Obrázek 11: Rentgenový rozptyl amorfních materiálů, které ukazují rozdíl v rozsahu malého úhlu a široký úhel rozptylu. Intensity – intenzita, Degree – stupeň, Amorphous halo – amorfní halo [13].....	23
Obrázek 12: Vznik rentgenového práškového difraktogramu (Debyeogramu ) při detekci na rovinný plošný detektor. [14].....	24
Obrázek 13: Schéma práškového difraktometru. [14] .....	24
Obrázek 14: (a) 2D-WAXD vzor syndiotaktického polystyrenu / toluen komplexu a odpovídající 1D vzorek získaný kruhovým integrací (b) 2D-SAXS vzor stejného vzorku a odpovídající 1D vzor. [17].....	25
Obrázek 15: Porovnání metody SAXS a WAXS [18].....	26
Obrázek 16: Komponenty pro nástroj SAXS [20].....	28
Obrázek 17: Zobrazení bodové a čárové kolimace [20].....	29
Obrázek 18: Rentgen chodidla [1] .....	30
Obrázek 19: Vnitřek počítačového tomografu [23].....	31
Obrázek 20: Princip počítačového tomografu [23].....	32
Obrázek 21: Zjištění vady za pomoci záření [1].....	33
Obrázek 22: Dálkové ovládání v klíči od automobilu [1] .....	33
Obrázek 23: Pracoviště pro kontrolu zavazadel [1].....	34

Obrázek 24: Rentgenový snímek portrétu od italského malíře Tintoretta (1518-1594)

[1] ..... 36