

### Verwandte Begriffe

Röntgenröhren, Bremsstrahlung, charakteristische Röntgenstrahlung, Energieniveaus, Kristallstrukturen, Gitterkonstante, Absorption von Röntgenstrahlung, Absorptionskanten, Interferenz, Bragg-Gleichung.

### Prinzip

Eine Röntgenröhre mit einer Molybdänanode erzeugt Röntgenstrahlung, die mit Hilfe eines Einkristalls als Funktion des Bragg-Winkels selektiert wird. Ein Geiger-Müller-Zählrohr registriert die Intensität der Strahlung. Aus den Glanzwinkelwerten der charakteristischen Röntgenlinien bestimmt man deren Energie.

### Material

1 X-ray expert unit, Röntgengerät 35 kV	09057-99
1 X-ray Goniometer für Röntgengerät 35 kV	09057-10
1 X-ray Einschub mit Molybdän-Röntgenröhre	09057-60
1 Zählrohr Typ B	09005-00
1 X-ray LiF-Einkristall in Halter	09056-05
1 X-ray KBr-Einkristall in Halter	09056-01
1 X-ray Blendesntubus d = 2 mm	09057-02
1 XR measure 4.0 software	14414-61
1 Datenkabel USB Steckertyp A/B	14608-00

*Zusätzlich erforderlich*  
PC, Windows® XP oder höher

Dieser Versuch ist in dem Erweiterungsset „XRC 4.0 X-ray Charakterisierung“ enthalten.



Abb. 1: X-ray expert unit 09057-99

## Aufgaben

1. Analysieren Sie die Intensität der Molybdän-Röntgenstrahlung mit Hilfe eines LiF-Einkristalls als Funktion des Bragg-Winkels.
2. Aufgabe 1 ist mit dem KBr-Einkristall als Analysator zu wiederholen.
3. Bestimmen Sie die Energien der charakteristischen Molybdän-Röntgenstrahlen aus den Spektren und vergleichen Sie Ihre Werte mit den aus dem Termschema ermittelten Werten.

## Aufbau

Schließen Sie das Goniometer und das Geiger-Müller-Zählrohr an die entsprechenden Buchsen im Experimentierraum an (siehe Kennzeichnung in Abb. 2). Der Goniometerblock mit eingesetztem Analysatorkristall soll sich in der rechten Endposition befinden. Das Geiger-Müller-Zählrohr mit seiner Halterung wird am hinteren Anschlag der Führungsstangen arretiert. Vergessen Sie nicht, die Zählrohr-Blende vor dem Zählrohr zu montieren (Siehe Abb. 3). Der Blendentubus mit 2-mm-Durchmesser wird zur Kollimierung des Röntgenstrahls in den Strahlausgang des Röhreneinschubs eingesetzt (Abb. 3).

**Um den Aufbau zu kalibrieren**, stellen Sie zunächst sicher, dass der richtige Kristall in den Goniometer-Parametern eingegeben ist. Wählen Sie dann „Menü“, „Goniometer“, „Autokalibrierung“. Nun ermittelt das Gerät die optimale Stellung von Kristall und Goniometer zueinander und im Anschluss die Position des Peaks.

## Hinweis

Details zur Bedienung des Röntgengeräts und des Goniometers sowie zum Umgang mit den Einkristallen entnehmen Sie bitte den entsprechenden Bedienungsanleitungen.



Abb. 2: Anschlüsse im Experimentierraum

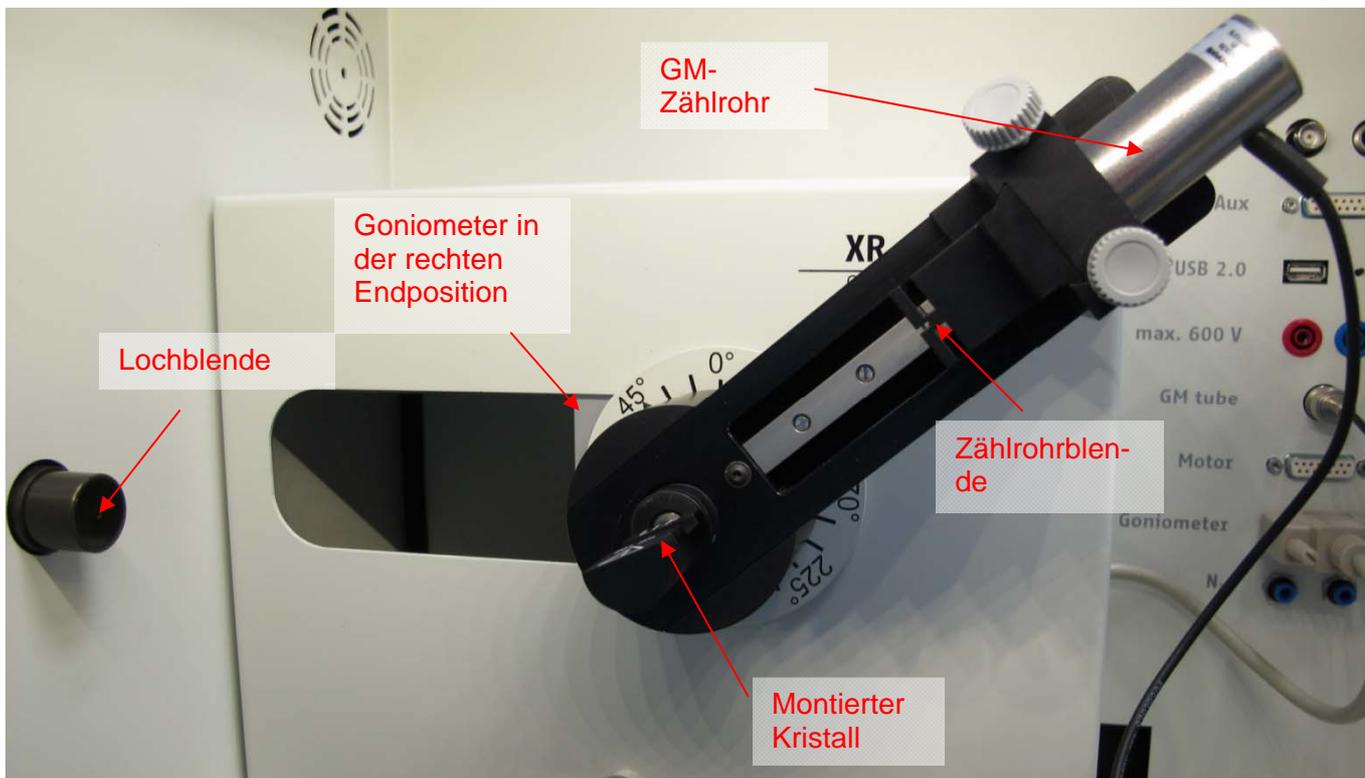


Abb. 3: Aufbau am Goniometer

## Durchführung

- Der PC und das Röntgengerät werden mit Hilfe des Datenkabels über die USB Buchse verbunden (der entsprechende Anschluss am Röntgengerät ist in Abb. 4 gekennzeichnet).
- Starten Sie nun das „Measure“-Programm: das Röntgengerät erscheint auf dem Bildschirm.
- Indem Sie die verschiedenen Funktionen auf und unter dem abgebildeten Gerät anklicken, können Sie nun das Gerät vom Computer aus bedienen. Alternativ können die Parameter auch am Gerät geändert werden – das Programm übernimmt die entsprechenden Einstellungen automatisch.
- Wenn Sie auf den Experimentierraum klicken, können Sie die Parameter für das Experiment verändern. Wählen Sie die Einstellungen im Falle des Lithiumfluorid-Einkristalls wie in Abb. 6 angegeben. Wenn Sie den KBr-Einkristall vermessen, wählen Sie Startwinkel: 3° und Stoppwinkel: 30°.
- Wenn Sie auf die Röntgenröhre klicken, können Sie Spannung und Strom der Röntgenröhre ändern. Wählen Sie die Einstellungen wie in Abb. 7 angegeben.
- Starten Sie das Experiment, indem Sie auf den roten Kreis drücken:
- Nach der Messung erscheint die Abfrage:



Abb. 4: Anschluss des Computers

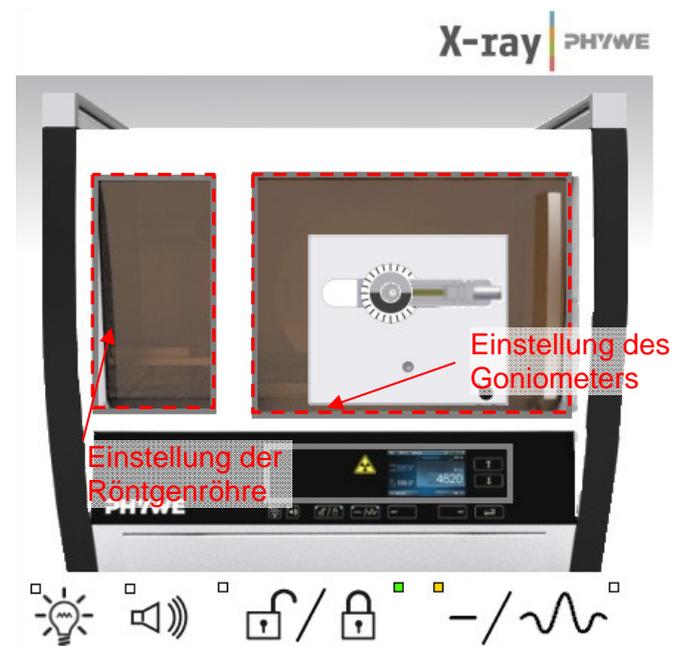


Abb. 5: Teil der Bedienoberfläche in der Software



Markieren Sie den ersten Punkt und bestätigen Sie mit OK. Die Messwerte werden nun direkt an die Software measure übertragen.

- Am Ende dieser Versuchsanleitung ist eine kurze Einführung in die Auswertung der erhaltenen Spektren angefügt.

### Übersicht Einstellungen am Goniometer und Röntgengerät:

- 2:1-Kopplungsmodus
- Integrationszeit 2 s (Gate-Timer); Winkelschrittweite 0,1°
- Winkelbereich: 3°-65° (LiF-Einkristall) und 3°-30° (KBr-Einkristall)
- Anodenspannung  $U_A = 35$  kV; Anodenstrom  $I_A = 1$  mA

## Hinweis

Eine Bestrahlung des Geiger-Müller-Zählrohres durch den primären Röntgenstrahl sollte über einen längeren Zeitraum vermieden werden.

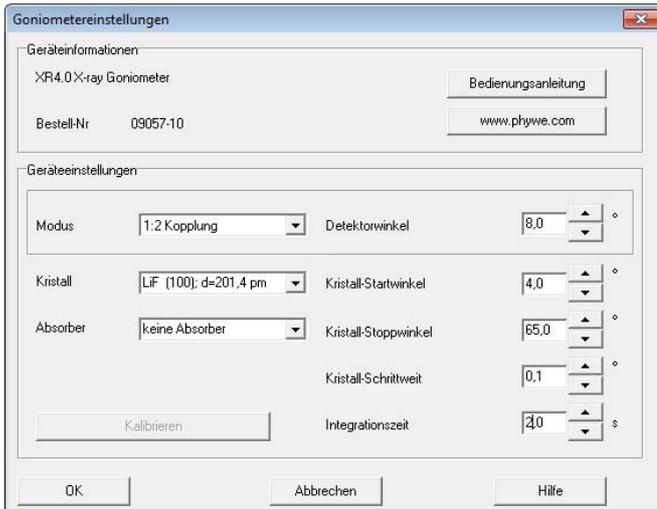


Abb 6: Einstellungen für das Goniometer; LiF-Kristall

Abb 7: Einstellung der Spannung der Stromstärke

### Theorie

Wenn Elektronen mit hoher kinetischer Energie auf die metallische Anode der Röntgenröhre treffen, werden Röntgenstrahlen mit einer kontinuierlichen Energieverteilung (Bremsstrahlung) erzeugt. Dem Spektrum der Bremsstrahlung sind zusätzlich diskrete Linien überlagert. Wird nämlich ein Atom des Anodenmaterials durch Elektronenstoß z.B. in der  $K$ -Schale ionisiert, so kann ein Elektron aus einer höheren Schale den freigewordenen Platz unter Aussendung eines Röntgenquants einnehmen. Die Energie dieses Röntgenquants entspricht der Energiedifferenz der beiden am Prozess beteiligten Schalen. Da diese Energiedifferenz atomspezifisch ist, nennt man die so erzeugte Strahlung auch charakteristi-

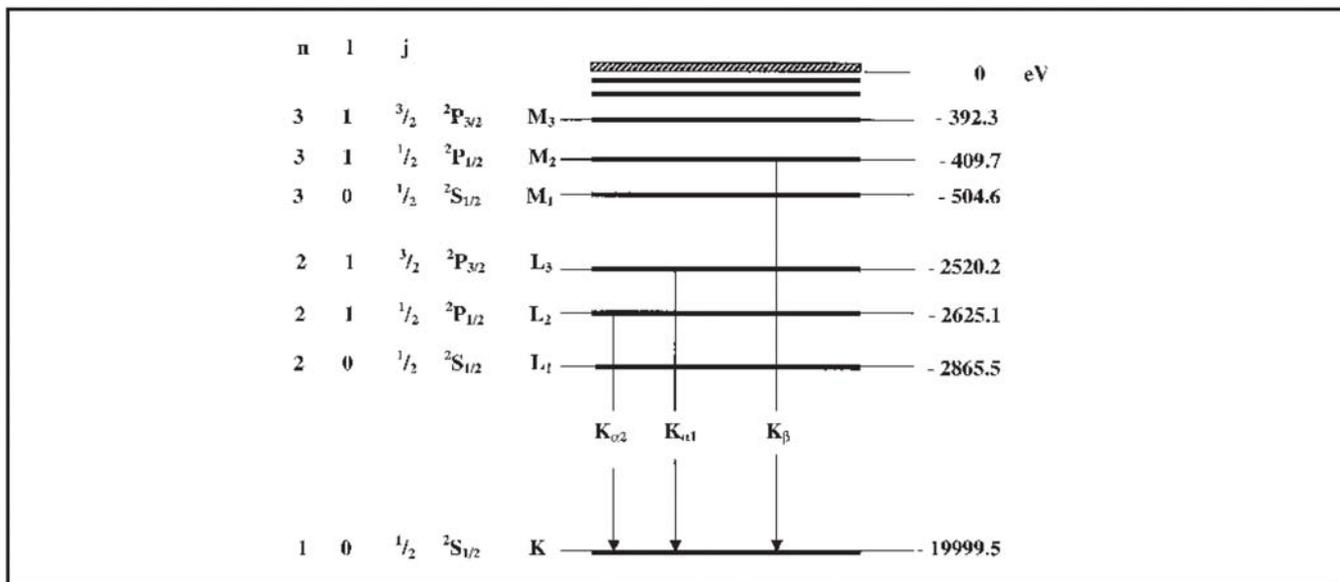


Abb. 8: Energieniveauschema von Molybdän (Z = 42)

sche Röntgenstrahlung.

Abb. 8 zeigt das Energieniveauschema eines Molybdänatoms. Charakteristische Röntgenstrahlung, die durch den Übergang von der  $L$ -Schale zur  $K$ -Schale erzeugt wird, nennt man  $K_\alpha$ -Strahlung, und solche, die durch den Übergang von der  $M$ - zur  $K$ -Schale entsteht, heißt  $K_\beta$ -Strahlung (Übergänge  $M_1 \rightarrow K$  oder  $L_1 \rightarrow K$  sind aufgrund quantenmechanischer Auswahlregeln nicht erlaubt).

Auswahlregeln für die Dipolstrahlung:  $\Delta l = \pm 1$  und  $\Delta j = 0, \pm 1$

( $l$  = Bahndrehimpuls,  $j$  = Gesamtdrehimpuls)

Die charakteristischen Mo-Röntgenlinien haben folgende Energien (Abb. 8):

$$E_{K\alpha^*} = E_K - \frac{1}{2}(E_{L2} + E_{L3}) = 17,427 \text{ keV} \quad (1)$$

$$E_{K\beta} = E_K - E_{M2,3} = 19,590 \text{ keV}$$

Mit  $E_{K\alpha^*}$  ist der energetische Mittelwert der  $K_{\alpha1}$ - und  $K_{\alpha2}$ -Linien gemeint.

Zur Energieanalyse polychromatischer Röntgenstrahlung verwendet man unter anderem Einkristalle. Wenn ein Röntgenstrahl der Wellenlänge  $\lambda$  auf die einzelnen Netzebenen eines Einkristalls unter dem Glanzwinkel  $\vartheta$  trifft, so interferieren die an den Netzebenen reflektierten Strahlen konstruktiv miteinander, wenn ihr Gangunterschied  $\Delta$  einem Ganzzahligen der Wellenlänge entspricht.

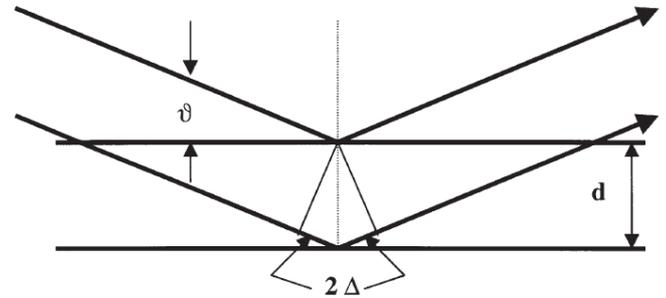


Abb. 9: Bragg-Streuung an einem Netzebenenpaar

Nach Abb. 9 gilt für konstruktive Interferenz die sog. Bragg-Gleichung:

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

( $d$ =Netzebenenabstand;  $n = 1, 2, 3, \dots$ )

Ist der Netzebenenabstand  $d$  bekannt, kann die Wellenlänge  $\lambda$  aus dem Glanzwinkel  $\vartheta$  ermittelt werden. Die Energie der Strahlung ergibt sich dann aus:

$$E = h \cdot f = \frac{hc}{\lambda} \quad (3)$$

Mit (2) und (3) erhält man schließlich:

$$E = \frac{(n \cdot h \cdot c)}{(2d \sin \vartheta)} \quad (4)$$

Planck-Konstante	$h$	$= 6,6256 \cdot 10^{-34} \text{ Js}$
Lichtgeschwindigkeit	$c$	$= 2,9979 \cdot 10^8 \text{ m/s}$
Netzebenenabstand LiF (200)	$d$	$= 2,014 \cdot 10^{-10} \text{ m}$
Netzebenenabstand KBr (200)	$d$	$= 3,290 \cdot 10^{-10} \text{ m}$
Äquivalent	1 eV	$= 1,6021 \cdot 10^{-19} \text{ J}$

### Hinweis

Die Daten des Energieniveaudiagramms wurden dem "Handbook of Chemistry and Physics", CRC Press Inc., Florida, entnommen.

## Auswertung

Im Folgenden ist die Auswertung der erhaltenen Daten anhand von Beispielergebnissen beschrieben. Ihre Ergebnisse können von den unten angegebenen abweichen.

*Aufgabe 1: Analysieren Sie die Intensität der Molybdän-Röntgenstrahlung mit Hilfe eines LiF-Einkristalls als Funktion des Bragg-Winkels.*

In Abb. 10 ist das mit einem LiF-Einkristall analysierte Röntgenspektrum von Molybdän dargestellt. Dem kontinuierlichen Bremsspektrum sind scharf ausgeprägte Linien überlagert, deren Glanzwinkellagen bei Variation der Anodenspannung unverändert bleiben. Dieses deutet darauf hin, dass es sich hierbei um charakteristische Röntgenlinien handelt. Die ersten drei Linienpaare sind den Interferenzen erster, zweiter und dritter Ordnung ( $n = 1, 2, 3$ ) zuzuordnen. Wegen der abnehmenden Intensität des Spektrums zu größeren Glanzwinkeln sind Interferenzen der 4. und 5. Ordnung (sehr schwach) nur noch für die  $K_{\alpha}$ -Linie zu erkennen.

Die Trennung des  $K_{\alpha}$ -Dubletts kann bei  $n = 4$  und  $n = 5$  (sehr schwach) bereits beobachtet werden (siehe auch Experimente P2540701 und P2540801).

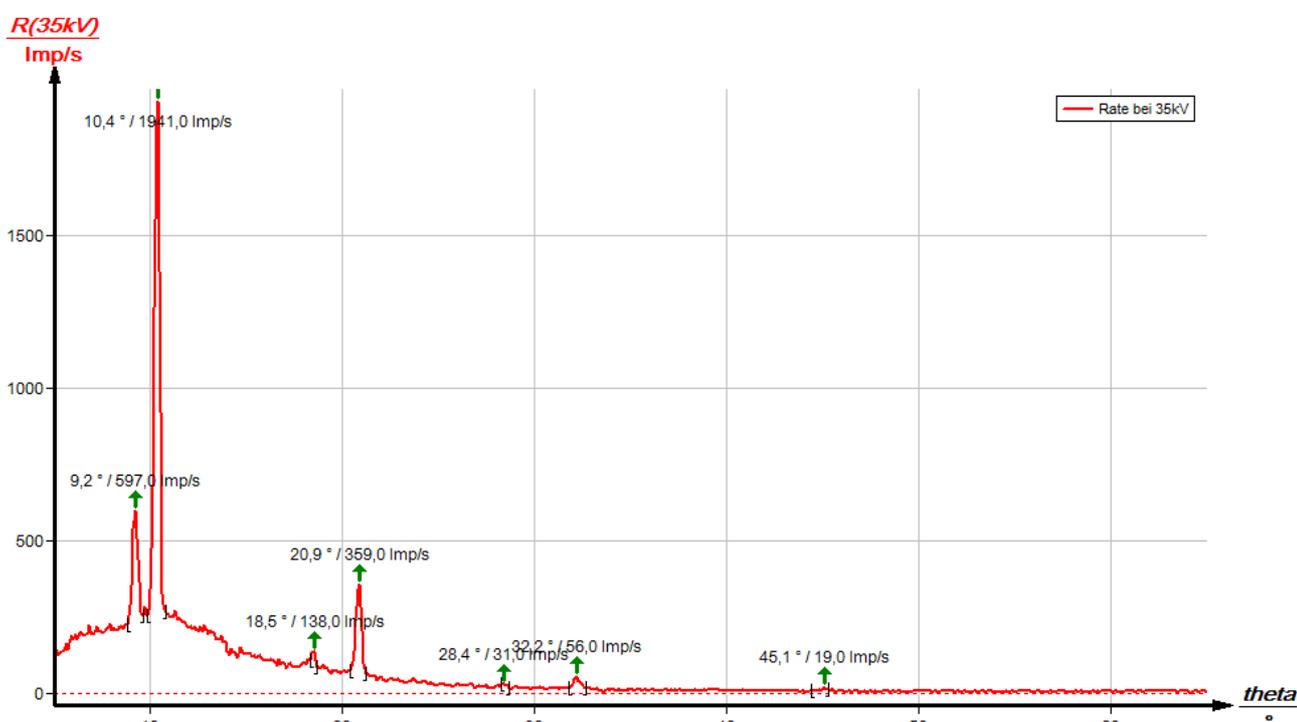


Abb. 10: Die Intensität der Mo-Röntgenstrahlung als Funktion des Glanzwinkels  $\vartheta$ ; Analysatorkristall: LiF

*Aufgabe 2: Analysieren Sie die Intensität der Molybdän-Röntgenstrahlung mit Hilfe eines KBr-Einkristalls als Funktion des Bragg-Winkels.*

Ersetzt man den LiF-Analysatorkristall durch einen KBr-Kristall (Abb. 11), so sind Interferenzen bis zur 4. Ordnung zu beobachten.

Das Spektrum der Bremsstrahlung in Abb. 11 zeigt deutliche Intensitätsstufen bei  $\vartheta = 8,2^\circ$  und  $\vartheta = 16,5^\circ$ . Diese stimmen mit dem theoretisch zu erwartenden Wert für die  $K$ -Kantenabsorption von Brom ( $E_K = 13,474$  keV) mit  $n = 1$  bzw.  $n = 2$  überein.  $K$ -Kantenabsorptionen für Kalium, Lithium und Fluor können wegen der zu geringen Intensität in diesem Bereich des Bremsspektrums nicht beobachtet werden (Experimente zu  $K$ - und  $L$ -Kantenabsorption siehe Experiment P2541201).

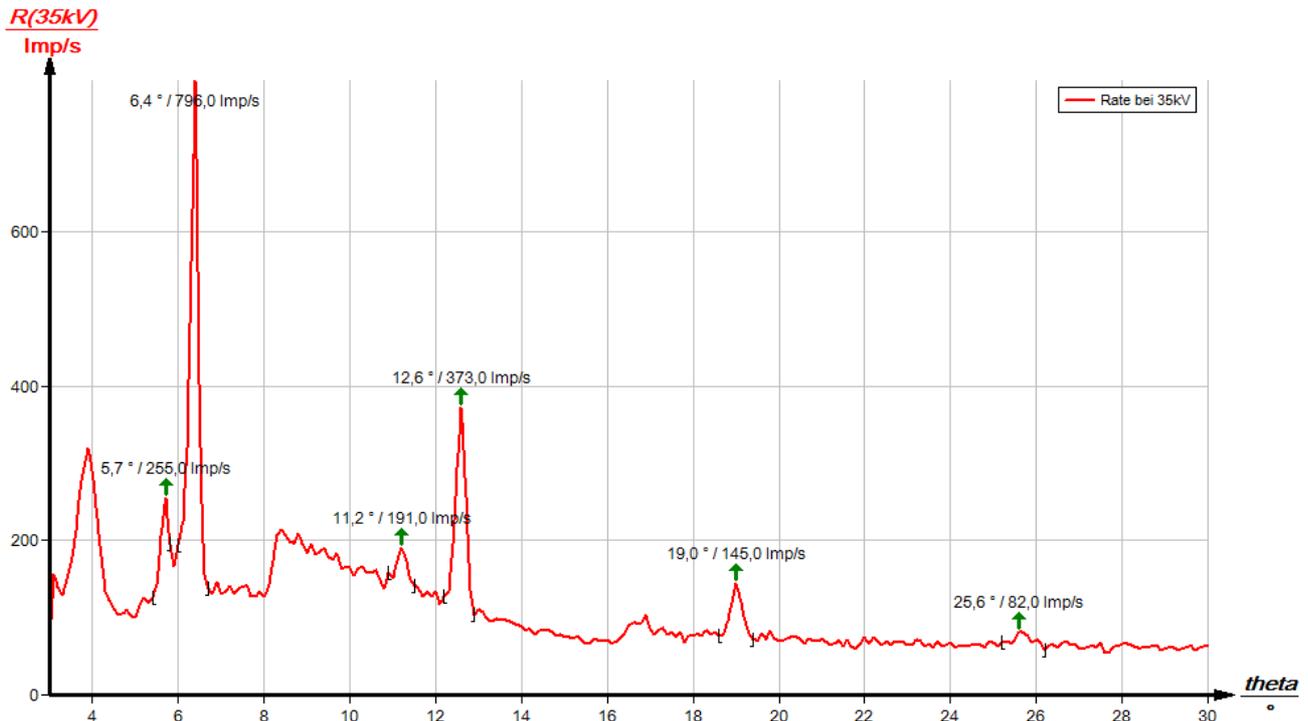


Abb. 11: Die Intensität der Mo-Röntgenstrahlung als Funktion des Glanzwinkels  $\vartheta$ ; Analysatorkristall: KBr

**Aufgabe 3:** Bestimmen Sie die Energien der charakteristischen Molybdän-Röntgenstrahlen aus den Spektren und vergleichen Sie Ihre Werte mit den aus dem Termschema ermittelten Werten.

Die Tabelle enthält die aus den Abb. 10 und 11 ermittelten Glanzwinkelwerte  $\vartheta$  und die daraus mit Hilfe von (4) berechneten Energiewerte für die charakteristischen Röntgenlinien von Molybdän.

Aus den einzelnen Energiewerten der charakteristischen Linien aus Aufgabe 1 und 2 ergeben sich folgende Mittelwerte:  $E_{K\alpha} = 17,244$  keV und  $E_{K\beta} = 19,338$  keV. Ein Vergleich mit den entsprechenden Werten aus (1) verdeutlicht die gute Übereinstimmung.

Tabelle 1: Ergebnisse

	$\vartheta/^\circ$	Linie	$E_{\text{exp}}/\text{keV}$
<b>LiF-Kristall</b>			
<b>n=1</b>	10,4	$K_\alpha$	17,100
	9,2	$K_\beta$	19,525
<b>n=2</b>	20,9	$K_\alpha$	17,244
	18,5	$K_\beta$	19,401
<b>n=3</b>	32,2	$K_\alpha$	17,324
	28,4	$K_\beta$	19,399
<b>n=4</b>	45,1	$K_\alpha$	17,390
<b>KBr-Kristall</b>			
<b>n=1</b>	6,4	$K_\alpha$	16,823
	5,7	$K_\beta$	18,942
<b>n=2</b>	12,6	$K_\alpha$	17,286
	11,2	$K_\beta$	19,425
<b>n=3</b>	19,0	$K_\alpha$	17,339
<b>n=4</b>	25,6	$K_\alpha$	17,446

**Note**

Folgende Variation in der Auswertung beider Spektren bietet sich an: Die aus einem Spektrum ermittelten Energiewerte der charakteristischen Linien werden genutzt, um den Netzebenenabstand  $d$  des Analysatorkristalls nach (4) zu bestimmen, der zur Analyse des anderen Spektrums verwendet worden ist.

**Measure**

Mit der Software „Measure“ können die Peaks aus dem Spektrum mit wenig Aufwand bestimmt werden:

- Klicken Sie auf den Button  und markieren Sie den Bereich, in dem Sie die Peaks bestimmen wollen.
- Klicken Sie dann auf das Zeichen  „Peakanalyse“.
- Es erscheint das Fenster „Peakanalyse“ (siehe Abb. 12).
- Klicken Sie nun auf „Berechnen“.
- Falls nicht alle gewünschten Peaks berechnet wurden (oder zu viele) stellen Sie die Fehlertoleranz entsprechend ein.
- Setzen Sie eine Haken in das Kästchen „Ergebnisse einzeichnen“, um die Daten der Peaks direkt im Spektrum anzuzeigen zu lassen.

Unter der Hilfe-Funktion der Software „Measure“ finden Sie weitere, detaillierte Erklärungen der vielen Funktionen des Programms.

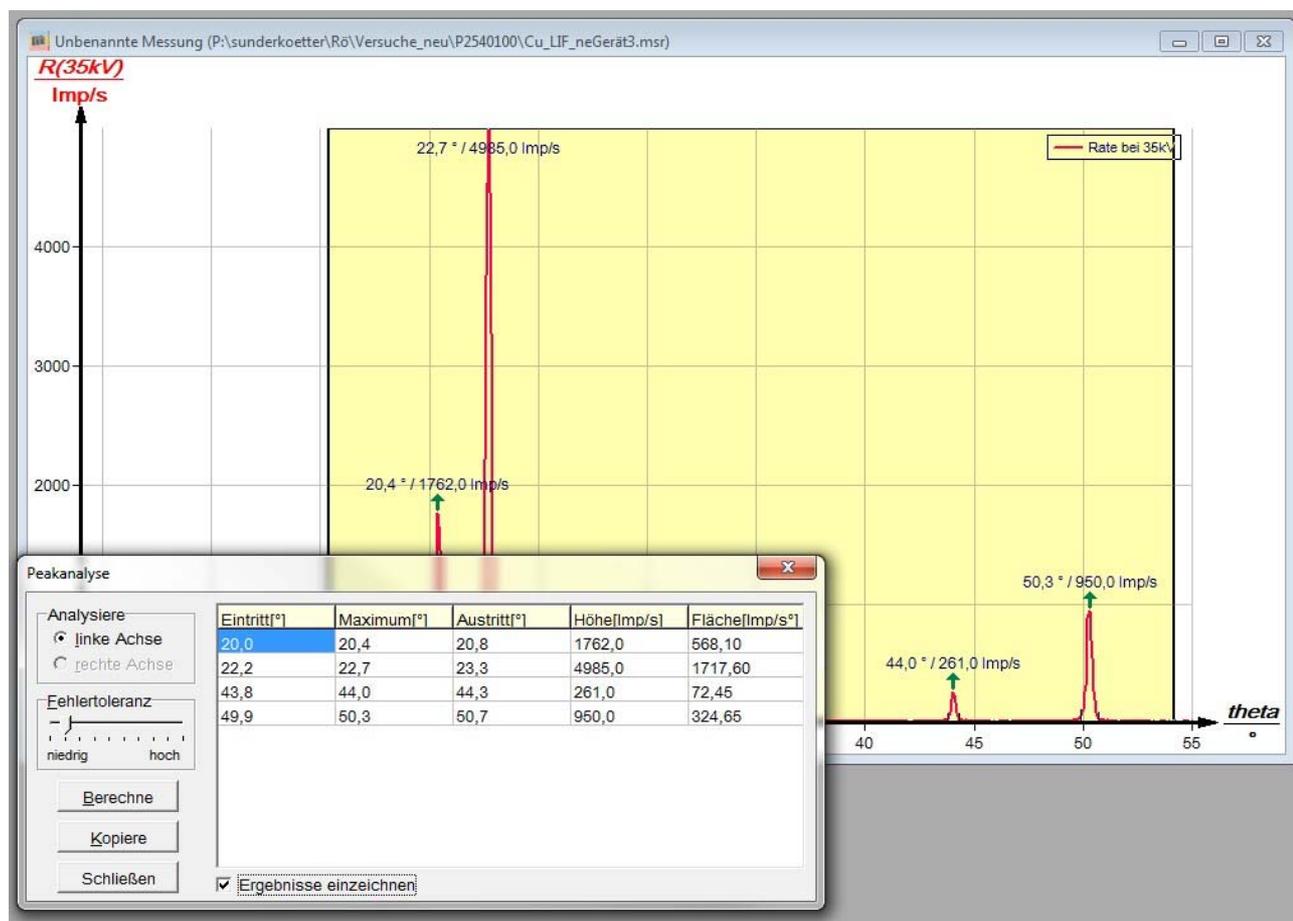


Abb. 12: Automatische Peakanalyse mit „Measure“