

## Verwandte Begriffe

Charakteristische Röntgenstrahlung, Energieniveaus, Bragg-Gleichung, Intensität charakteristischer Röntgenlinien.

## Prinzip

Das Röntgenspektrum einer Röntgenröhre mit Kupferanode wird mit Hilfe eines LiF-Einkristalls als Analysator nach der Wellenlänge selektiert und mit einem Geiger-Müller-Zählrohr registriert. Die Intensität der charakteristischen  $K_{\alpha}$ - und  $K_{\beta}$ -Röntgenlinien wird als Funktion von Anodenstrom und Anodenspannung bestimmt.

## Material

1 X-ray expert unit, Röntgengerät 35 kV	09057-99
1 X-ray Goniometer	09057-10
1 X-ray Einschub mit Kupfer-Röntgenröhre	09057-50
1 Zählrohr Typ B	09005-00
1 X-ray Lithiumfluorid (LiF)-Einkristall in Halter	09056-05
1 X-ray Blendentubus 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 den Erweiterungssets „XRP 4.0 X-ray Festkörper“, „XRS 4.0 X-ray Strukturanalyse Erweiterungsset“ und „XRC 4.0 X-ray Charakterisierung“ enthalten.

**Hinweis:** Optional kann der Versuch auch mit einer Wolfram-Röntgenröhre (09057-80) durchgeführt werden.



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

**Aufgaben**

1. Analysieren Sie die Intensität der Röntgenstrahlung mit Hilfe eines LiF-Einkristalls als Funktion des Bragg-Winkels.
2. Bestimmen Sie die Intensität charakteristischer Röntgenlinien als Funktion von Anodenspannung und Anodenstrom.
3. Vergleichen Sie die experimentell gewonnenen Ergebnisse mit den theoretisch zu erwartenden.

**Die Parameter für die Durchführung mit einer Wolfram-Röhre entnehmen Sie bitte dem Anhang.**

**Aufbau**

Schließen Sie das Goniometer und das Geiger-Müller-Zählrohr an die entsprechenden Buchsen im Experimenterraum 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.



Abb. 2: Anschlüsse im Experimenterraum

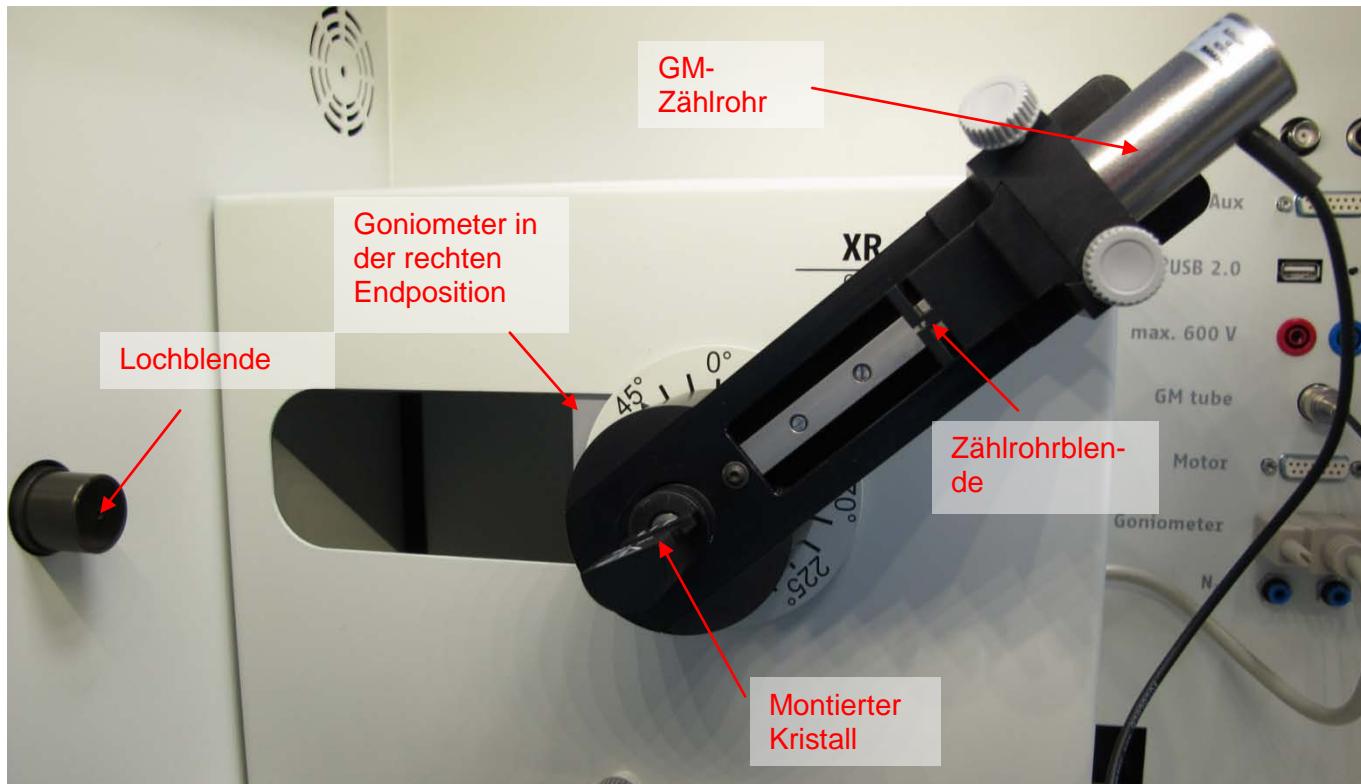


Abb. 3: Aufbau am Goniometer

## Hinweis

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

## 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.

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

- Wenn Sie auf den Experimentierraum klicken (siehe rote Kennzeichnung in Abb. 5), können Sie die Parameter für das Experiment verändern. Wählen Sie die Einstellungen wie in Abb. 6 angegeben (Winkelbereich:  $4^\circ$ - $55^\circ$ ).
- Wenn Sie auf die Röntgenröhre klicken, können Sie Spannung und Strom der Röntgenröhre ändern. Wählen Sie Anodenspannung:  $U_A = 35$  kV; Anodenstrom  $I_A = 1$  mA .
- Starten Sie das Experiment, indem Sie auf den roten Kreis drücken:



Abb. 4: Anschluss des Computers

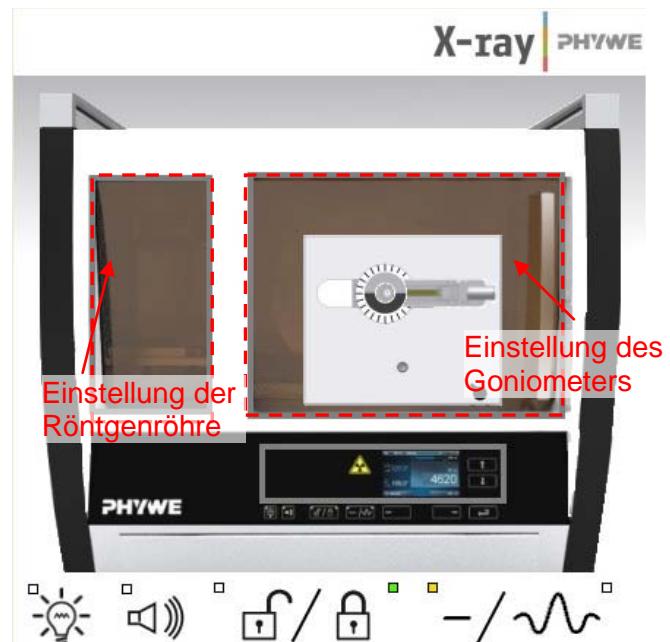
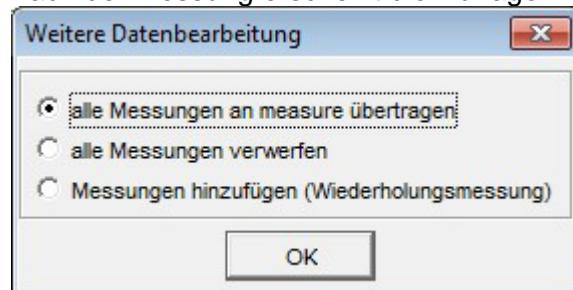


Abb. 5: Teil der Bedienoberfläche in der Software



Nach der Messung erscheint die Abfrage:



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.

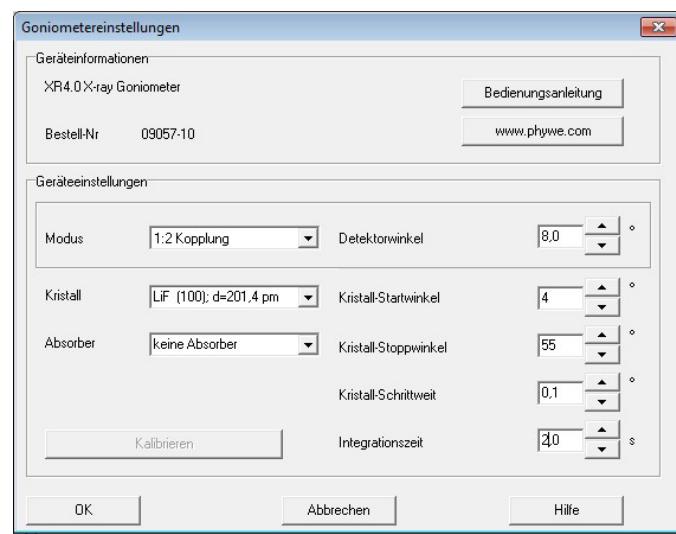


Abb. 6: Einstellungen für das Goniometer; LiF-Kristall

**Aufgabe 2: Bestimmen Sie die Intensität der charakteristischen Cu-Röntgenlinien  $K_\alpha$  und  $K_\beta$  als Funktion von Anodenspannung und Anodenstrom.**

- Wenn Sie auf den Experimenterraum klicken (siehe rote Kennzeichnung in Abb. 5), können Sie die Parameter für das Experiment verändern. Wählen Sie einen Winkelbereich von  $19^\circ$ - $24^\circ$ .
- Wenn Sie die Abhängigkeit der Intensität vom Anodenstrom bestimmen wollen, nehmen Sie bei verschiedenen Anodenstromstärken jeweils ein Spektrum auf. Einstellungen:  $U_A = 35 \text{ kV} = \text{konst.}$ ;  $I_A = 1 \text{ mA} \dots 0,1 \text{ mA}$  in  $0,1 \text{ mA}$ -Schritten.
- Wenn Sie die Abhängigkeit der Intensität von der Anodenspannung bestimmen wollen, nehmen Sie bei verschiedenen Anodenspannungen jeweils ein Spektrum auf. Einstellungen:  $I_A = 1 \text{ mA} = \text{konst.}$ ;  $U_A = 35 \text{ kV} \dots 11 \text{ kV}$  in  $2$ - $3 \text{ kV}$ -Schritten.
- Die weitere Auswertung erfolgt wie in Aufgabe 1 beschrieben.

#### Übersicht Einstellungen am Goniometer und Röntgengerät:

- 2:1-Kopplungsmodus
- Integrationszeit (Gate-Timer) 2 s; Winkel-Schrittweite  $0,1^\circ$

#### Registrierung des ganzen Spektrums:

- Winkelbereich:  $4^\circ$ - $55^\circ$
- Anodenspannung:  $U_A = 35 \text{ kV}$ ; Anodenstrom  $I_A = 1 \text{ mA}$

#### Zur Bestimmung der Intensität der charakteristischen Linien als Funktion von $U_A$ und $I_A$ :

- Winkelbereich:  $19^\circ$ - $24^\circ$
- $U_A = 35 \text{ kV} = \text{konst.}$ ;  $I_A = 1 \text{ mA} \dots 0,1 \text{ mA}$  in  $0,1 \text{ mA}$ -Schritten
- $I_A = 1 \text{ mA} = \text{konst.}$ ;  $U_A = 35 \text{ kV} \dots 11 \text{ kV}$  in  $2$ - $3 \text{ kV}$ -Schritten

#### Hinweis

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

Im Handbuch und unter der Hilfe-Funktion der Software sind detaillierte Informationen für die Bedienung der Software hinterlegt.

#### Theorie

Die von der Kathode ausgehenden Elektronen werden durch die zwischen Kathode und Anode liegende Spannung  $U_A$  zur Anode beschleunigt. Durch die dabei aufgenommene hohe kinetische Energie sind die Elektronen in der Lage, von den inneren Schalen der Atome des Anodenmaterials Elektronen herauszuschlagen. Geschieht dieses in der  $K$ -Schale der Atome, so kann ein Elektron aus einer höheren Schale, z.B. aus der  $L$ - oder  $M$ -Schale, den freigewordenen Platz u.a. 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 charakteristische Röntgenstrahlung. Röntgenstrahlen, die durch den Übergang  $L \rightarrow K$  entstehen, bezeichnet man als  $K_\alpha$ -Strahlung, der Übergang  $M \rightarrow K$  erzeugt die sog.  $K_\beta$ -Strahlung.

Für die Intensität  $I_K$  der  $K$ -Strahlung gilt:

$$I_K = B \cdot I_A \cdot (U_A - U_K)^{1.5} \quad (1)$$

( $I_A$  = Anodenstrom,  $U_A$  = Anodenspannung,  $B$  = konst. und  $U_K$  = Ionisierungspotential der  $K$ -Schale)

Sowohl die Eindringtiefe der ionisierenden Elektronen in das Anodenmaterial als auch die Austrittstiefe der erzeugten Röntgenstrahlen sind begrenzt. Haben beide ihren maximalen Wert erreicht, verliert die Beziehung aus (1) ihre Gültigkeit.

Mit Hilfe der Bragg-Beziehung

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (n = 1, 2, 3, \dots) \quad (2)$$

und dem bekannten Netzebenenabstand  $d = 201,4 \text{ pm}$  des LiF-Kristalls kann die Wellenlänge  $\lambda$  der charakteristischen  $K_\alpha$ -und  $K_\beta$ -Linien aus den experimentell bestimmten Glanzwinkeln  $\vartheta$  bestimmt werden. Aus der Beziehung  $c = \lambda \cdot f$  (Lichtgeschwindigkeit  $c = 2,9979 \cdot 10^8 \text{ m/s}$ ) berechnet sich die Frequenz  $f$  der Linien. Aus  $E = h \cdot f$  ergibt sich schließlich die Energie  $E$  der Linien (Planck-Konstante  $h = 6,626 \cdot 10^{-34} \text{ Js}$ ).

$$E = \frac{(n \cdot h \cdot c)}{(2d \sin \vartheta)} \quad (3)$$

### Auswertung und Ergebnisse

Im Folgenden ist die Auswertung der erhaltenen Daten anhand von Beispieldaten beschrieben. Ihre Ergebnisse können von den unten angegebenen abweichen. Die Auswertung der Ergebnisse, die mit der Wolframröhre erzielt wurden, ist im Anhang beschrieben.

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

Abb. 7 zeigt das Röntgenspektrum von Kupfer bis zur Interferenz 2. Ordnung. Die Tabelle enthält die daraus ermittelten Glanzwinkel  $\vartheta$  der charakteristischen Linien und die mit Hilfe von (2) berechneten zugehörigen Werte für die Wellenlängen.

Tabelle 1

	$n = 1$		$n = 2$	
	$\vartheta/^\circ$	$\lambda/\text{pm}$	$\vartheta/^\circ$	$\lambda/\text{pm}$
<b>Cu (Z=29)<math>K_\alpha</math></b>	22,6	154,8	50,2	154,7
<b>Cu (Z=29)<math>K_\beta</math></b>	20,4	140,4	43,9	139,6

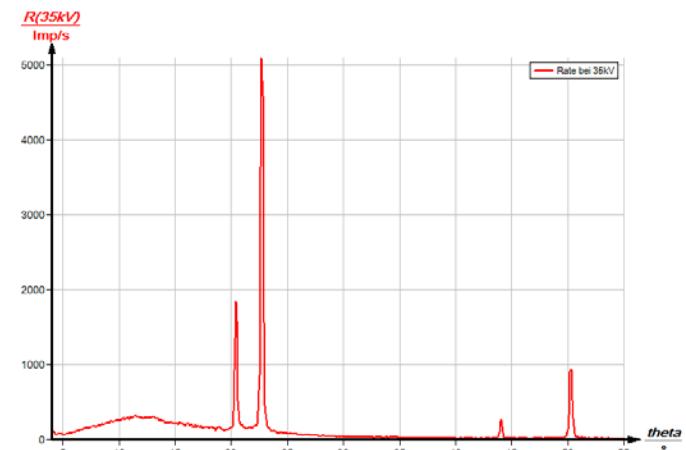


Abb. 7: Röntgenspektrum von Kupfer, LiF-Einkristall als Analysator.

#### Aufgabe 2: Bestimmen Sie die Intensität der charakteristischen Cu-Röntgenlinien $K_\alpha$ und $K_\beta$ als Funktion von Anodenspannung und Anodenstrom.

##### Die Intensität als Funktion der Anodenspannung

In Abb. 8 ist der für die Messung relevante Ausschnitt mit den Impulsraten für verschiedene ausgewählte Anodenspannungen zu sehen.

In Abb. 9 zeigen jeweils die unteren Kurven die gemessene Intensität (Impulsrate) der charakteristischen Linien (Intensitätsmaximum der Linien) als Funktion des Anodenstrom  $I_A$  bei konstanter Anodenspannung  $U_A = 35 \text{ kV}$ . Zu hohe Impulsraten führen jedoch in den Sättigungsbereich des GM-Zählrohres. Die Abweichung der Messkurven von der zu erwartenden Linearität wird beseitigt, wenn man bei hohen Ratenwerten die Totzeit des Geiger-Müller-Zählrohres berücksichtigt. Diese korrigierten Werte zeigen die jeweils oberen Kurven in

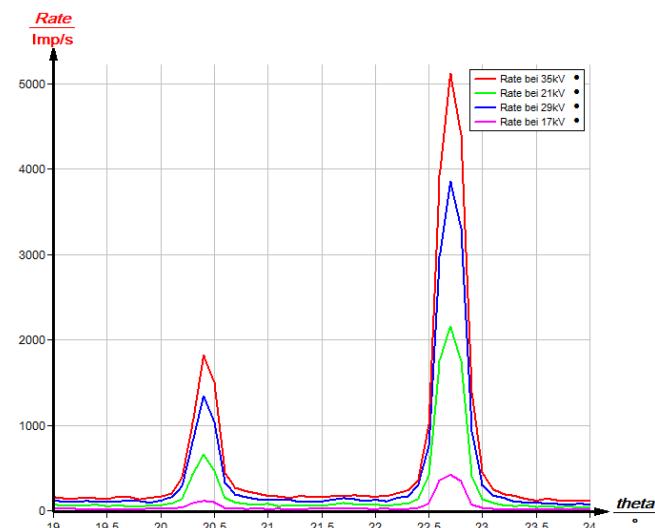


Abb. 8: Ausschnitt  $19^\circ < \vartheta < 24^\circ$  bei verschiedenen Anodenspannungen.

Abb. 9.

Ist  $\tau$  ( $\tau \approx 90 \mu\text{s}$ ) die Totzeit des GM-Zählrohres und  $N_0$  die gemessene Impulsrate, so gilt für die wahre Impulsrate  $N$ :

$$N = \frac{N_0}{1 - \tau \cdot N_0} \quad (4)$$

*Die Intensität als Funktion der Anodenstromstärke*

In Abb. 10 ist der für die Messung relevante Ausschnitt mit den Impulsraten für verschiedene ausgewählte Anodenstromstärken zu sehen.

In Abb. 11 ist der Intensitätsverlauf der beiden charakteristischen Linien als Funktion der Anodenspannung

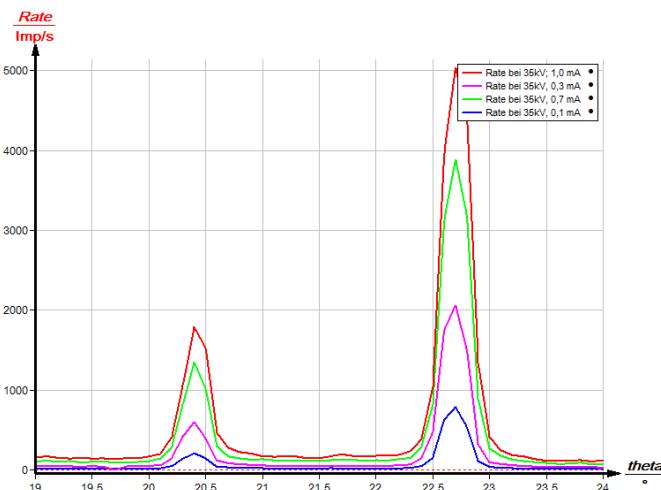


Abb. 10: Ausschnitt  $19^\circ < \theta < 24^\circ$  bei verschiedenen Anodenstromstärken

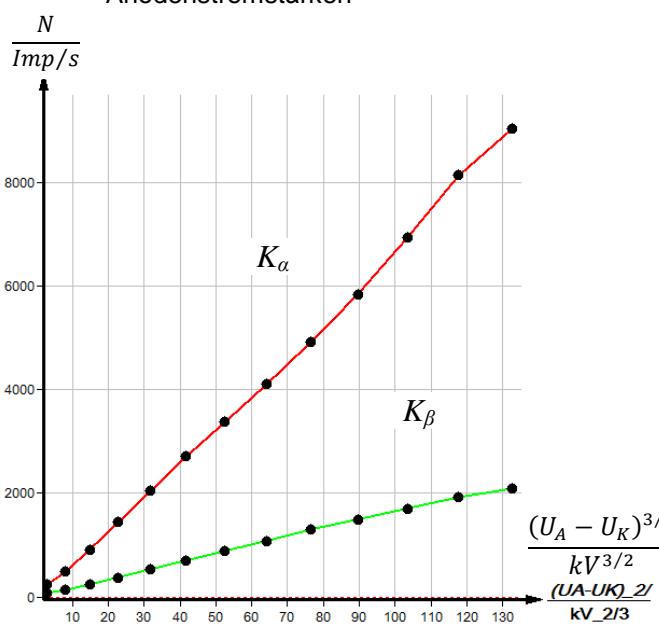


Abb. 12: Die wahren Funktionsraten der  $K_\alpha$ - und  $K_\beta$ -Linien als Funktion von  $(U_A - U_K)^{1.5}$ ; ( $I_A = \text{konst.} = 1 \text{ mA}$ )

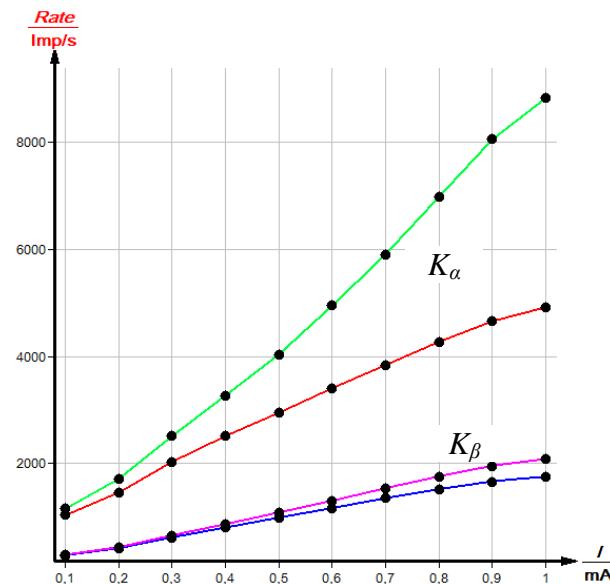


Abb. 9: Die Intensität der  $K_\alpha$ - und  $K_\beta$ -Linien ( $n = 1$ ) als Funktion des Anodenstroms  $I_A$ .

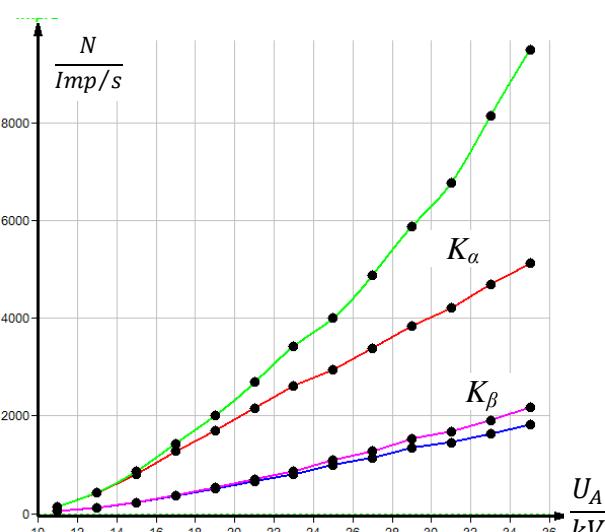


Abb. 11: Die Intensität der  $K_\alpha$ - und  $K_\beta$ -Linien ( $n = 1$ ) als Funktion der Anodenspannung  $U_A$ .

$U_A$  ( $I_A = \text{konst.} = 1 \text{ mA}$ ) dargestellt. Die jeweiligen unteren Kurven zeigen die gemessenen Impulsraten, die oberen, die um die Totzeit des GM-Zählrohres korrigierten Impulsraten.

*Aufgabe 3: Vergleichen Sie die experimentell gewonnenen Ergebnisse mit den theoretisch zu erwartenden.*

Im Vergleich der experimentell gewonnenen Ergebnisse mit den theoretisch zu erwartenden bestätigt sich der lineare Zusammenhang zwischen  $U_A - U_K$  und der Impulsrate aus (1).

Trägt man die wahren Impulsraten der charakteristischen Linien aus Abb. 12 als Funktion von  $(U_A - U_K)^{1.5}$  (mit  $U_K = 8,979 \text{ keV}$  für Kupfer, siehe Exp.

P2540101) auf, ergibt sich eine Gerade.

### 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. 13).
- 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 anzeigen zu lassen.

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

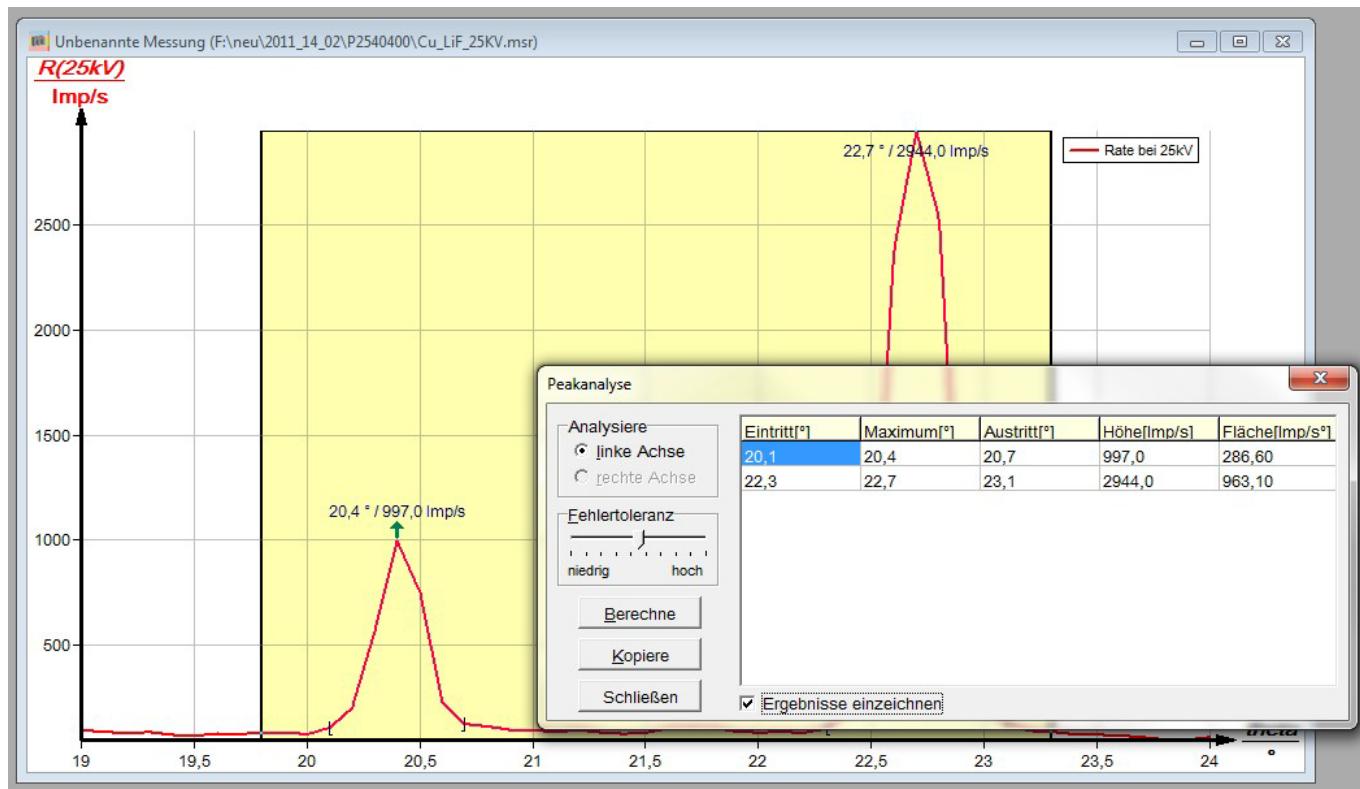


Abb. 13: Automatische Peakanalyse mit „Measure“

## Anhang

### Durchführung mit Wolfram:

Aufgabe 1: Aufnahme des gesamten Spektrums:

#### Übersicht Einstellungen am Goniometer und Röntgengerät:

- 2:1-Kopplungsmodus
- Integrationszeit 5-6 s (Gate-Timer); Winkelschrittweite  $0,1^\circ$
- Winkelbereich:  $4^\circ$ - $80^\circ$  ( LiF-Einkristall)
- Anodenspannung  $U_A = 35$  kV; Anodenstrom  $I_A = 1$  mA

Zur Auswertung des Spektrums: siehe P2542801.

Aufgabe 2: Bestimmung der Intensität einer einzelnen Linie:

Zur Auswertung soll die Linien  $\alpha_1$  und  $\alpha_2$  untersucht werden, die als eine Linie erscheinen.

Es empfehlen sich folgende Einstellungen:

#### Zur Bestimmung der Intensität der charakteristischen Linien als Funktion von $U_A$ und $I_A$ :

- Integrationszeit 3 s
- Winkelbereich:  $4^\circ$ - $25^\circ$
- $U_A = 35$  kV = konst. ;  $I_A = 1$  mA... $0,1$  mA in  $0,1$  mA-Schritten
- $I_A = 1$  mA = konst. ;  $U_A = 35$  kV... $11$  kV in 2-3 kV-Schritten

## Theorie und Auswertung

Da die Energie der K-Schale ungefähr 70 keV beträgt, die höchste Energie des primären Röntgenstrahls aber nur 35 keV ist, kann die K-Schale mit diesem Gerät nicht angeregt werden. Es kann nur das L-Level ionisiert werden. Das Energieniveaudiagramm ist in P2542801 angegeben.

Zur Auswertung soll die Linien  $\alpha_1$  und  $\alpha_2$  untersucht werden. Sie entstehen aus dem Übergang  $L_3M_5/L_3M_4$ . Die beiden Linien liegen so nah aneinander, dass sie nicht einzeln aufgelöst werden und als eine Linie erscheinen.

Die Auswertung geschieht in Analogie zu der mit Kupfer, allerdings nur mit einer Linie. Für Aufgabe drei wird das Ionisierungspotential der  $L_3$ -Schale  $U_K = 10,206$  keV eingesetzt, da der Übergang in diese Schale erfolgt (siehe Energieniveaudiagramm von Wolfram in P2542801).

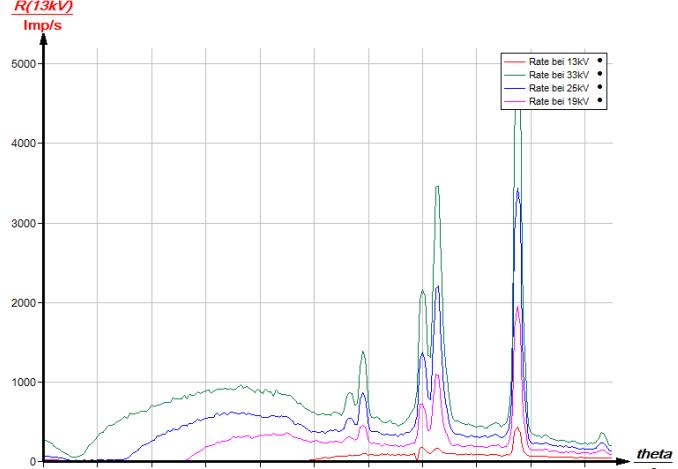


Abb. 14: Ausschnitt  $4^\circ < \theta < 25^\circ$  bei verschiedenen Anodenspannungen – Wolfram-Röhre