

## Verwandte Themen

Charakteristische Röntgenstrahlung, Energieniveaus, Auswahlregeln für Röntgenstrahlung, Termsymbole, Bragg-Gleichung.

## Prinzip

Die von einer Röntgenröhre mit einer Molybdänanode erzeugte Röntgenstrahlung wird mit Hilfe eines Einkristalls als Funktion des Bragg-Winkels selektiert und mit einem Geiger-Müller-Zählrohr registriert. Aus den erhaltenen Röntgenlinien ermittelt man die Trennung der Linien des  $K_{\alpha}$ -Dubletts und deren Intensitäten.

## 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 Lithiumfluorid (LiF)-Einkristall in Halter	09056-05
1 XR measure 4.0 software	14414-61
1 X-ray Blendentubus d = 1 mm	09057-01
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: P2540701

## Aufgaben

1. Analysieren Sie die Intensität der Molybdän-Röntgenstrahlung mit Hilfe eines LiF-Einkristalls als Funktion des Bragg-Winkels.
2. Bestimmen Sie die Wellenlängen und die Intensität der  $K_{\alpha 1}$ - und  $K_{\alpha 2}$ -Linien und vergleichen Sie ihre Werte mit den theoretischen.

## 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 1-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

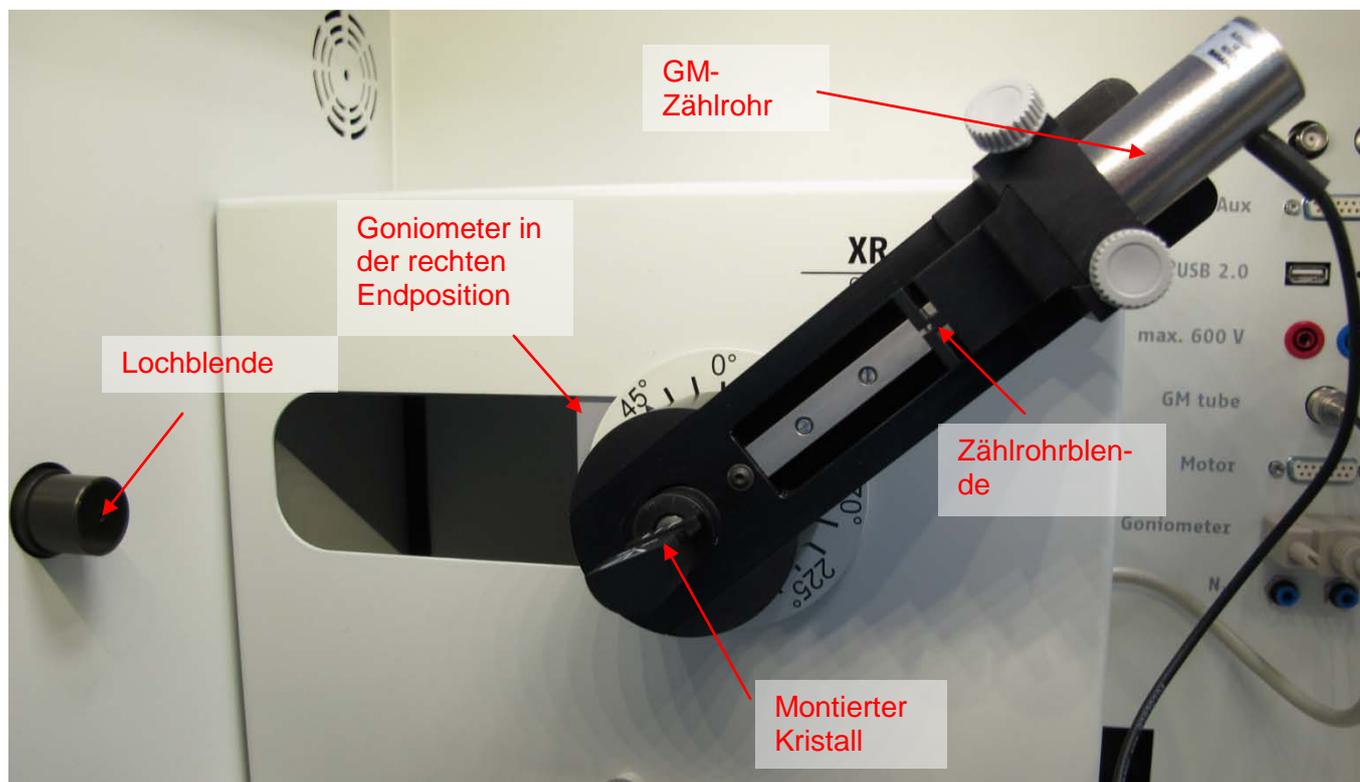


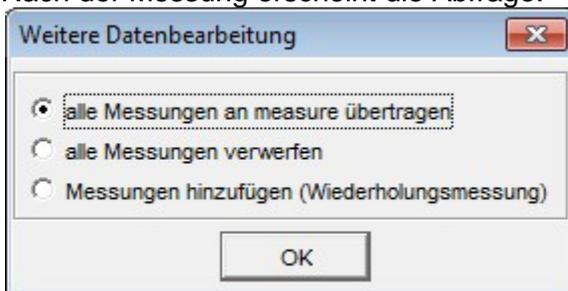
Abb. 3: Aufbau am Goniometer

## Durchführung

- Der PC und das Röntengerät werden mit Hilfe des Datenkabels über die USB Buchse verbunden (der entsprechende Anschluss am Röntengerät ist in Abb. 4 gekennzeichnet).
- Starten Sie nun das „Measure“-Programm: das Röntengerät 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 ganzen Spektrums wie in Abb. 6 angegeben. Wenn Sie den Ausschnitt für  $K_{\alpha 1}$ - und  $K_{\alpha 2}$ -Linien vermessen, wählen Sie den Winkelbereich:  $44^{\circ}$ - $46^{\circ}$  ( $n = 4$ ) und  $61^{\circ}$ - $63^{\circ}$  ( $n = 5$ ) und eine Integrationszeit von 30-60 s.
- 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:



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.

## Hinweis

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



Abb. 4: Anschluss des Computers



Abb. 5: Teil der Bedienoberfläche in der Software

### Übersicht Einstellungen am Goniometer und Röntengerät:

- 2:1-Kopplungsmodus
- Winkelschrittweite:  $0,1^{\circ}$
- Anodenspannung  $U_A = 35$  kV; Anodenstrom  $I_A = 1$  mA

### Aufgabe 1, Registrierung des ganzen Spektrums:

- Integrationszeit (Gate-Timer) 2 s
- Winkelbereich:  $3^{\circ}$ - $65^{\circ}$

### Aufgabe 2, Ausschnitt für $K_{\alpha 1}$ - und $K_{\alpha 2}$ -Linien

- Integrationszeit (Gate-Timer) 30-60 s
- Winkelbereich:  $44^{\circ}$ - $46^{\circ}$  ( $n=4$ ) und  $61^{\circ}$ - $63^{\circ}$  ( $n=5$ )

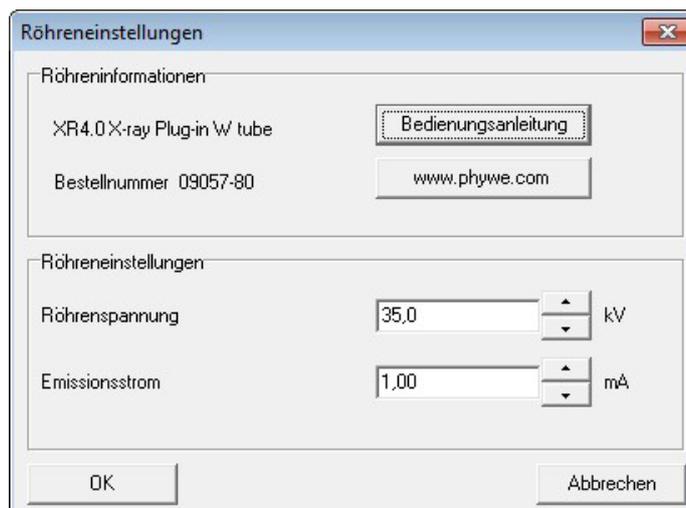
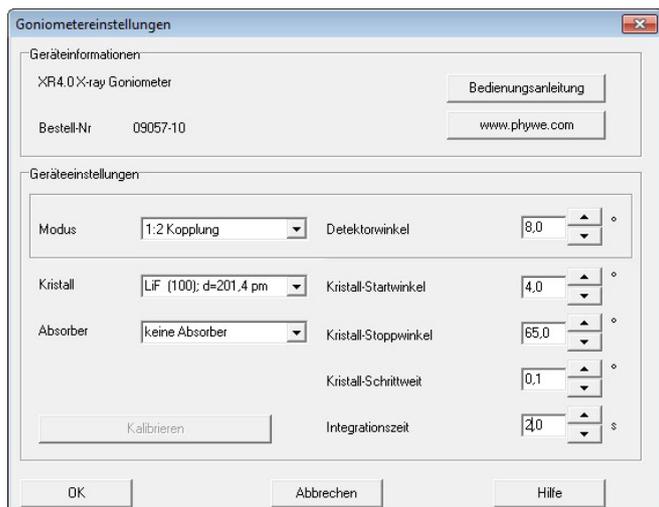


Abb. 6: Einstellungen für das Goniometer; Aufgabe 1.

Abb. 7: Einstellung der Spannung der Stromstärke.

## Theorie

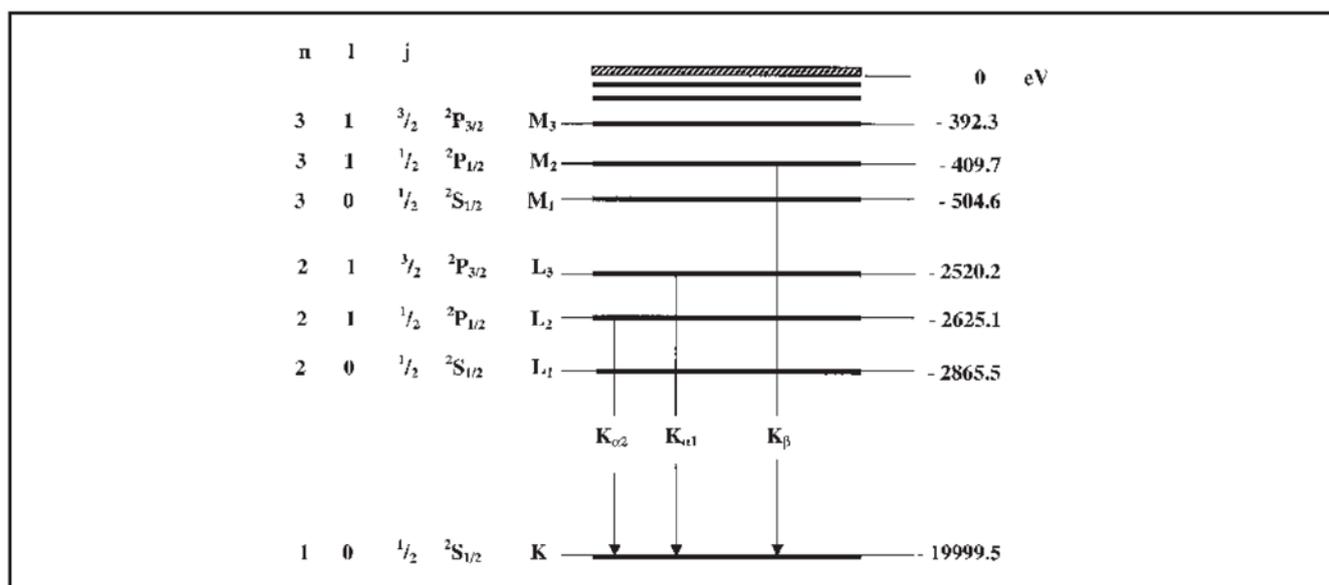


Abb. 8: Energieniveauschema von Molybdän ( $Z=42$ )

In Abb. 8 ist das Energieniveauschema für Molybdän ( $Z = 42$ ) dargestellt.

Wenn ein Elektron aus der  $K$ -Schale eines Atoms entfernt wird, wird das entstandene Loch durch ein Elektron aus einer höheren Schale wieder gefüllt. Die Energiedifferenz der an diesem Prozess beteiligten Energieniveaus kann in Röntgenstrahlung umgesetzt werden. Ein fehlendes Elektron in der  $K$ -Schale führt zu einem  $^2S_{1/2}$ -Term. Gleiches gilt für die  $L_1$ -Schale. Ein fehlendes  $p$ -Elektron in den  $L_2$ - oder  $L_3$ -Schale liefert  $^2P_{1/2-3/2}$  oder  $^2P_{3/2}$ -Terme. Da nach der quantenmechanischen Auswahlregel nur Strahlungsübergänge mit  $\Delta l = \pm 1$  erlaubt sind, ist somit der Übergang  $L_1 \rightarrow K$  verboten. In der Tat sind nicht drei  $K_{\alpha}$ -Linien zu beobachten, sondern nur die beiden Linien  $K_{\alpha 1}$ - und  $K_{\alpha 2}$ . Da die Zustände  $^2P_{3/2}$  bzw.  $^2P_{1/2}$  4-fach bzw. 2-fach entartet sind, verhalten sich die Intensitäten der  $K_{\alpha 1}$ - und  $K_{\alpha 2}$ -Linien wie 4:2.

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

(1)

( $d$  = Netzebenenabstand  $d(\text{LiF})=201,4$  pm;  $n = 1, 2, 3, \dots$ )

Die Wellenlängen können zum Vergleich auch aus dem Energieniveauschema der Abb. 8 mit Hilfe von (2) berechnet werden.

$$E = h \cdot f = \frac{h \cdot c}{\lambda} \quad (2)$$

Planck-Konstante  $h = 6,6256 \cdot 10^{-34}$  Js  
Lichtgeschwindigkeit  $c = 2,9979 \cdot 10^8$  m/s  
Äquivalent  $1 \text{ eV} = 1,6021 \cdot 10^{-19}$  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.*

Abb. 9 zeigt das mit einem LiF-Einkristall analysierte Röntgenspektrum von Molybdän.

Mit Hilfe der Bragg-Gleichung (1) können aus den Glanzwinkeln  $\vartheta$  der charakteristischen Linien deren Wellenlängen ermittelt werden.

Tabelle 1 enthält die aus Abb. 9 ermittelten Werte für die Glanzwinkel  $\vartheta$ , sowie die daraus mit Hilfe von (1) berechneten Werte für die Wellenlängen  $\lambda$  der charakteristischen Röntgenlinie von Molybdän. In Tabelle 2 sind aus den Energiewerten der Abb. 8 zum Vergleich die mit Hilfe von (2) berechneten  $\lambda$ -Werte angegeben. In Abb. 9 ist die Aufspaltung des  $K_{\alpha}$ -Dubletts erst andeutungsweise ab der Interferenz 4ter Ordnung ( $n = 4$ ) zu erkennen. Zur Analyse des Röntgenspektrums siehe auch: P2540201.

Tabelle 1: aus experimentell ermittelten Werten berechnete Wellenlängen der  $K_{\alpha}$  und  $K_{\beta}$ -Linien

	$\vartheta(K_{\alpha})/^{\circ}$	$\vartheta(K_{\beta})/^{\circ}$	$\lambda(K_{\alpha})/\text{pm}$	$\lambda(K_{\beta})/\text{pm}$
<b>n=1</b>	10,4	9,2	71,3	63,7
<b>n=2</b>	20,9	18,5	71,2	63,2
<b>n=3</b>	32,2	28,4	71,2	63,4
<b>n=4</b>	45,1	-	71,2	-
			71,22	63,43

Tabelle 2: aus Energiewerten (siehe Abb. 8) berechnete Wellenlängen der  $K_{\alpha}$  und  $K_{\beta}$ -Linien

$\lambda(K_{\alpha 1})/\text{pm}$	$\lambda(K_{\alpha 2})/\text{pm}$	$\lambda(K_{\beta})/\text{pm}$
<b>71,36</b>	70,93	63,29

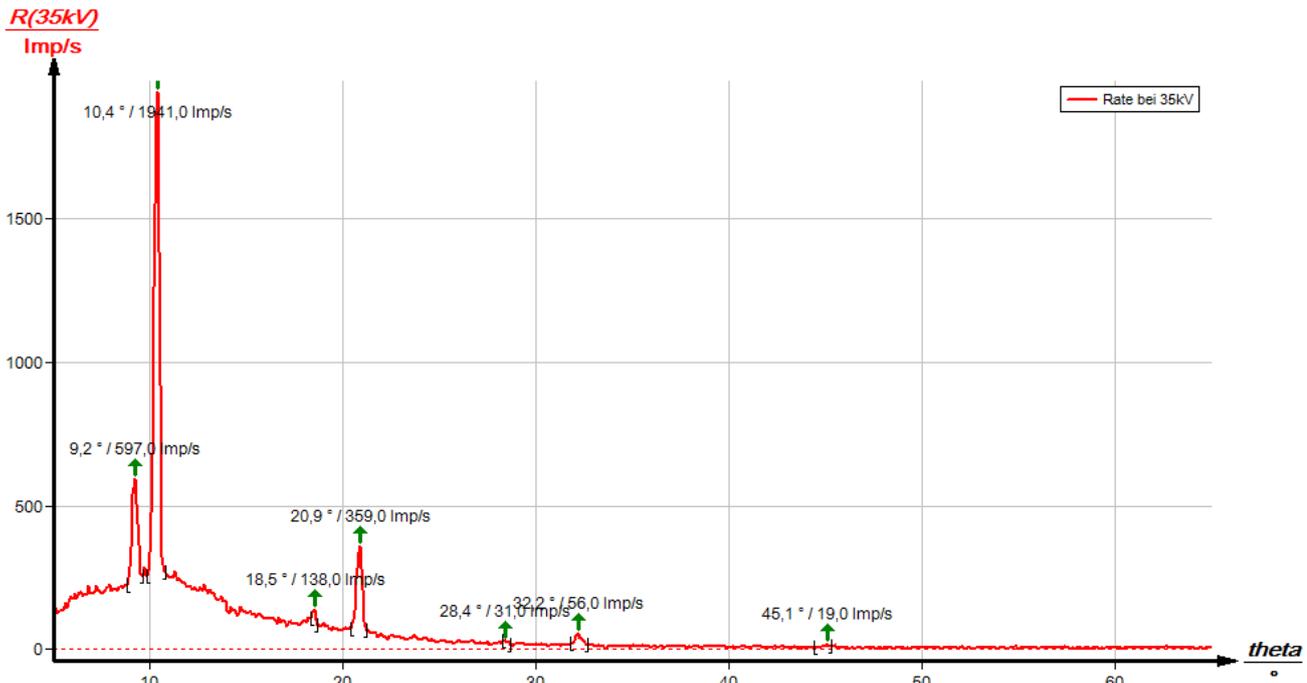


Abb. 9: Röntgenspektrum von Molybdän; LiF-Einkristall als Analysator

**Aufgabe 2:** Bestimmen Sie die Wellenlängen und die Intensität der  $K_{\alpha 1}$ - und  $K_{\alpha 2}$ -Linien und vergleichen Sie ihre Werte mit den theoretischen.

Die Abbildungen 10 und 11 zeigen Ausschnitte aus dem Röntgenspektrum von Molybdän. Die Aufspaltung der K-Linien ist deutlich zu erkennen. Die zugehörigen Werte sind in Tabelle 3 aufgeführt. Die Wellenlänge wurde nach (1) bestimmt.

Die Intensität einer Röntgenlinie ist in erster Näherung durch ihr Maximum bestimmt. Somit erhält man aus den Abb. 10 und 11 das Intensitätsverhältnis  $I(K_{\alpha 1})/I(K_{\alpha 2}) \approx 1,8$ .

Tabelle 3

	$g$ $n = 4$	$g$ $n = 5$	Mittelwert $\lambda$
$K_{\alpha 1}$	44,8	61,8	70,84
$K_{\alpha 2}$	45,1	62,45	71,22

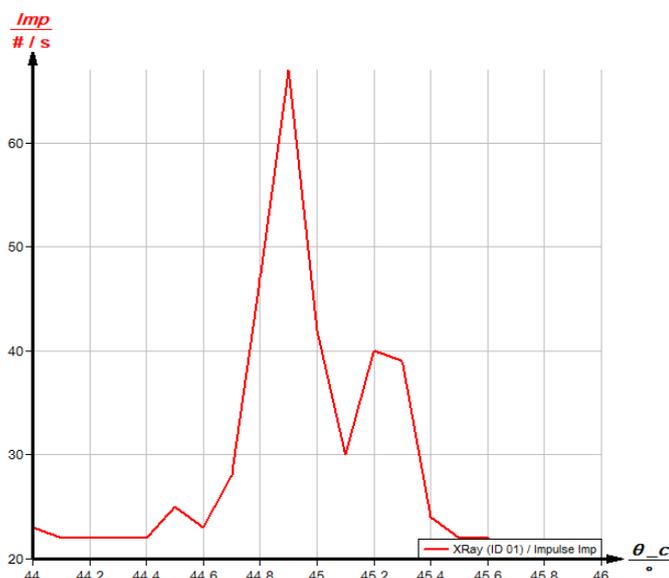


Abb. 10: Trennung der  $K_{\alpha 1}$ - und  $K_{\alpha 2}$ -Linien von Molybdän ( $n = 4$ )

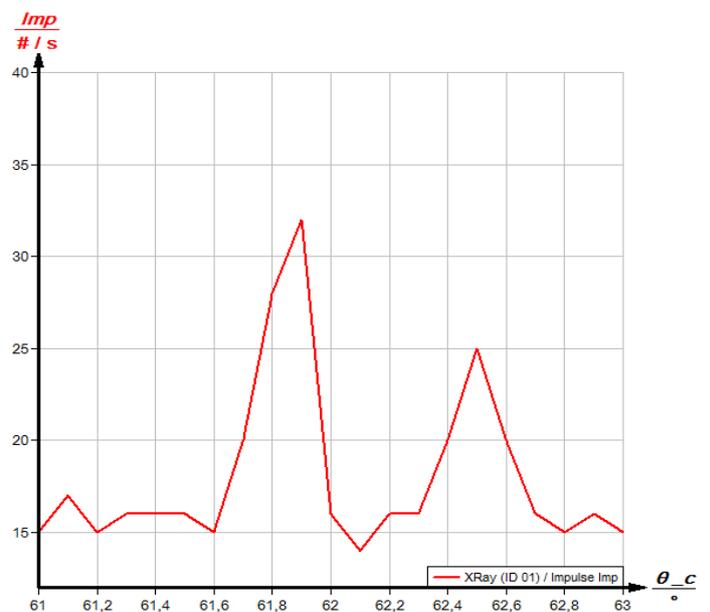


Abb. 11: Trennung der  $K_{\alpha 1}$ - und  $K_{\alpha 2}$ -Linien von Molybdän ( $n = 5$ )

## 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 anzeigen zu lassen

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

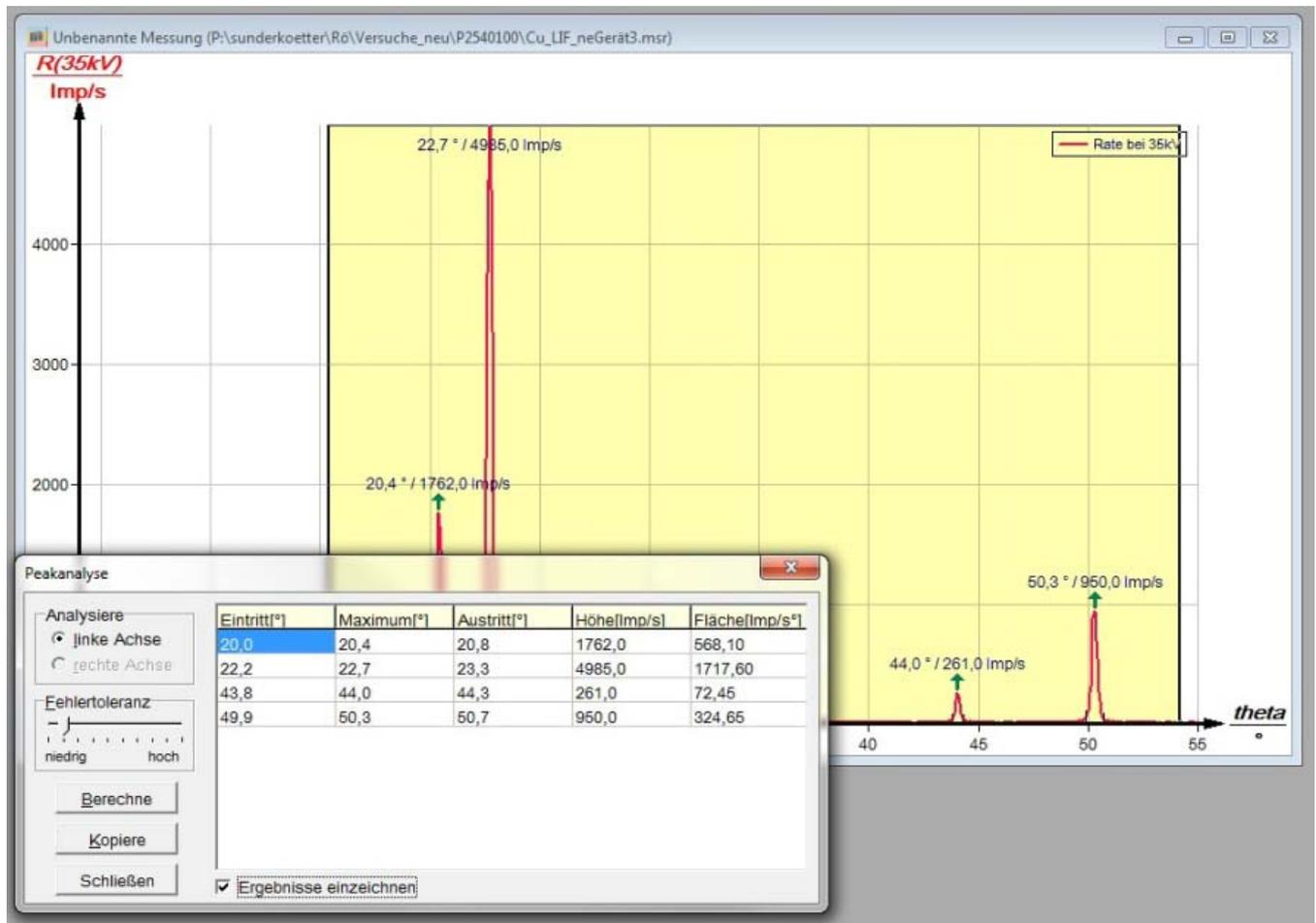


Abb. 12: Automatische Peakanalyse mit „Measure“

