

Verwandte Begriffe

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

Prinzip

Eine Röntgenröhre mit einer Wolframanode 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 wird deren Energie bestimmt.

Material

1 XR 4.0 expert unit, Röntgengerät 35 kV	09057-99
1 X-ray Goniometer für Röntgengerät 35 kV	09057-10
1 X-ray Einschub mit Wolfram-Röntgenröhre	09057-80
1 Zählrohr Typ B	09005-00
1 X-ray LiF-Einkristall in Halter	09056-05
1 XR measure 4.0 software	14414-61
1 Datenkabel USB Steckertyp A/B	14608-00
1 X-ray Blendentubus d = 2 mm	09057-02

Zusätzlich erforderlich
PC, Windows® XP oder höher

Dieser Versuch ist in den Erweiterungssets: XRP 4.0 X-ray Festkörper, XRC 4.0 X-ray Charakterisierung und XRS 4.0 X-ray Strukturanalyse enthalten.



Abb. 1: P2542801

Aufgaben

1. Nehmen Sie mit Hilfe des LiF-Einkristalls als Analysator das von der Wolframanode ausgehende Röntgenspektrum als Funktion des Bragg-Winkels auf.
2. Bestimmen Sie die Energien der charakteristischen Wolfram-Röntgenstrahlen aus den Spektren und vergleichen Sie Ihre Werte mit den aus dem entsprechenden 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

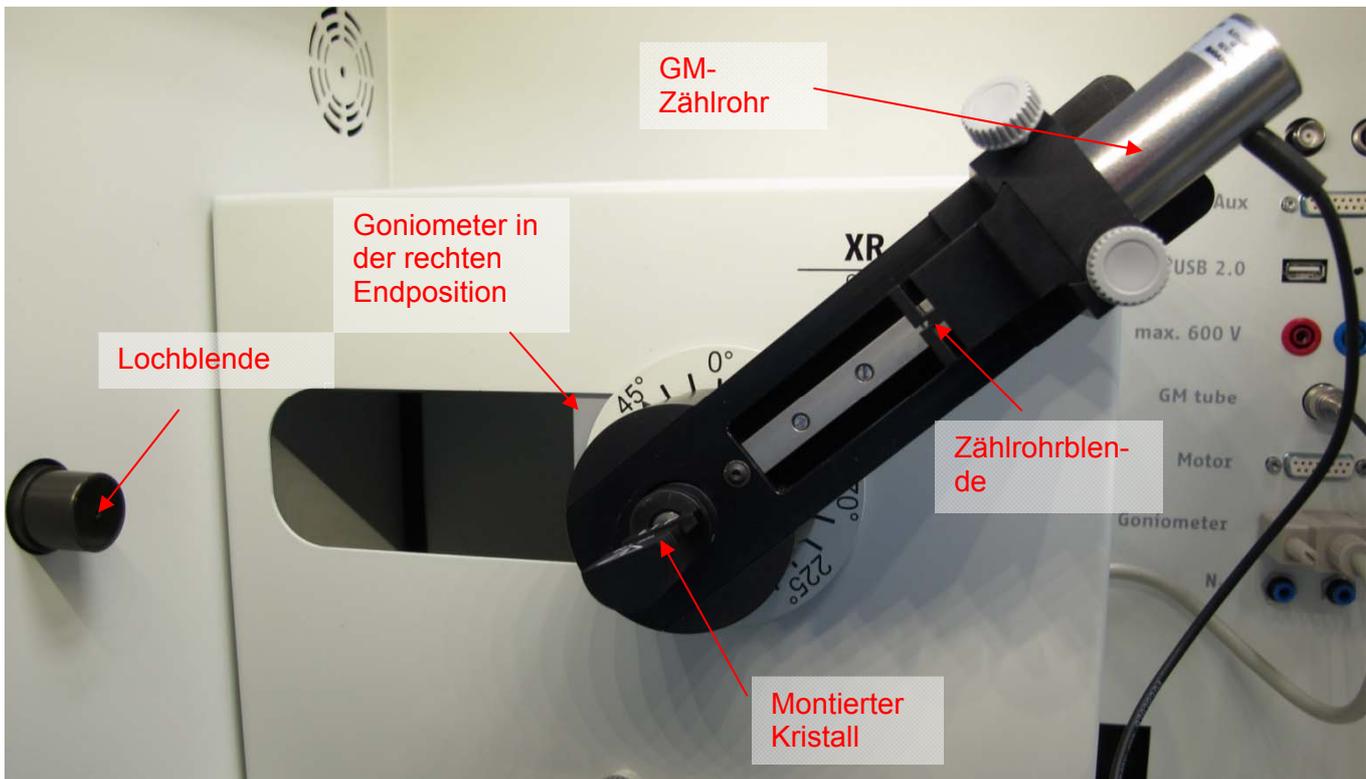
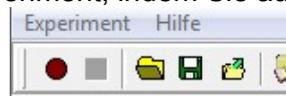


Abb. 3: Aufbau am Goniometer

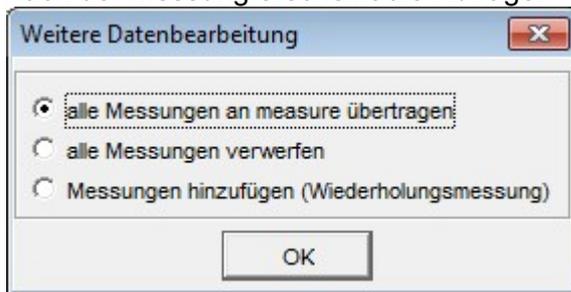
Durchführung

- Der PC und das Röntgengerät werden mit Hilfe des Datenkabels über die USB Buchse verbunden.
- 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 wie in Abb. 6 angegeben.
- 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.



Abb. 4: Anschluss des Computers

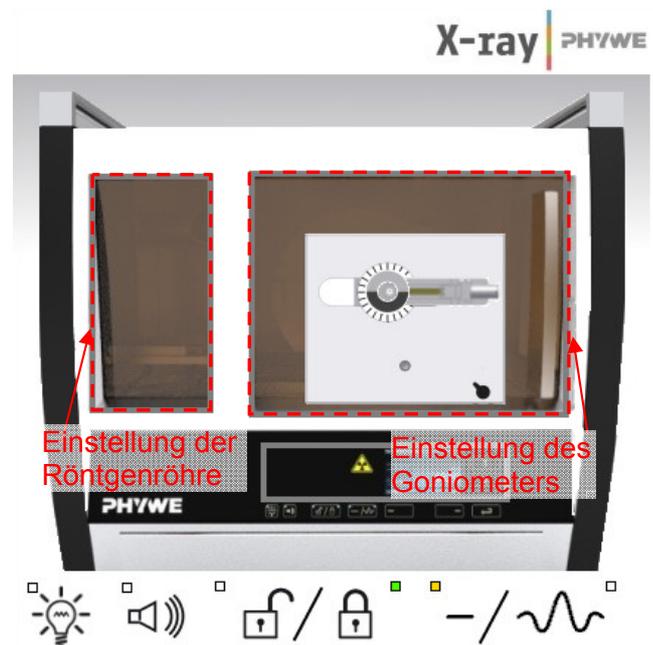


Abb. 5: Teil der Bedienoberfläche in der Software

Übersicht Einstellungen am Goniometer und Röntgengerät:

- 2:1-Kopplungsmodus
- Integrationszeit 5-6 s (Gate-Timer); Winkelschrittweite 0,1°
- Winkelbereich: 4°-80° (LiF-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.

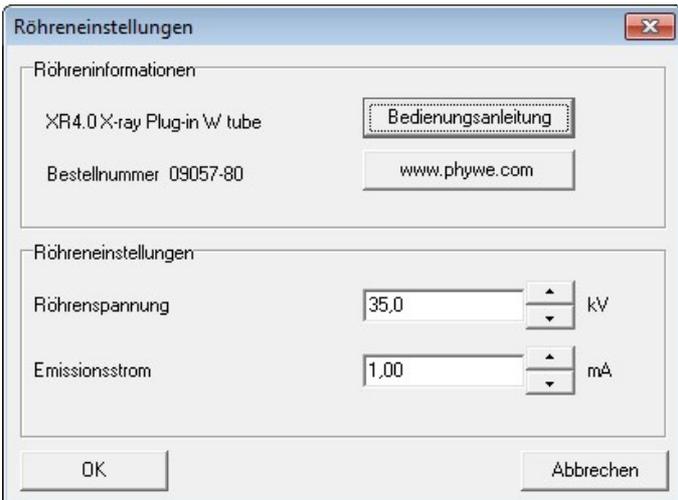
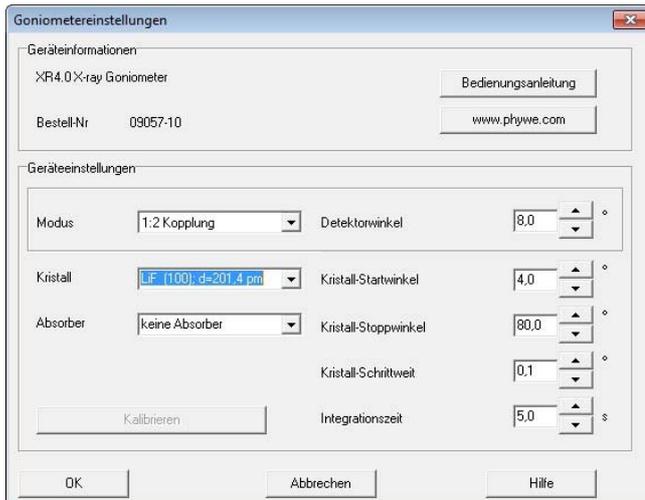


Abb 6: Einstellungen für das Goniometer; LiF-Kristall

Abb 7: Einstellung der Spannung und 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 die Energiedifferenz jedoch atomspezifisch ist, nennt man die so erzeugte Strahlung auch charakteristische Röntgenstrahlung.

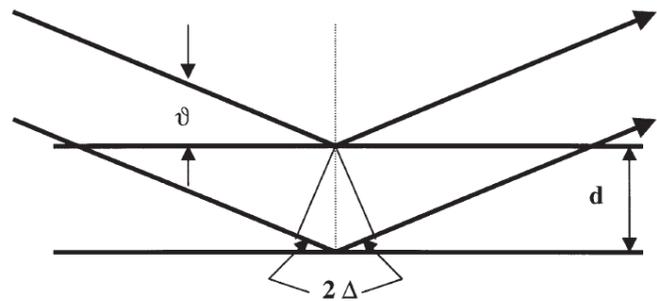


Abb. 8: Bragg-Streuung an einem Netzebenenpaar

Wenn ein Röntgenstrahl der Wellenlänge λ auf die einzelnen Netzebene eines Einkristalls unter dem Glanzwinkel ϑ trifft, so interferieren die an den Netzebenen reflektierten Strahlen konstruktiv miteinander, wenn ihr Gangunterschied Δ einem Ganzzahligen der Wellenlänge entspricht.

Nach Abb. 8 gilt für konstruktive Interferenz die sog. Bragg-Gleichung:

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

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

Ist der Netzebenenabstand d bekannt, kann die Wellenlänge λ aus dem Glanzwinkel ϑ ermittelt werden. Die Energie der Strahlung ergibt sich dann aus:

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

Mit (1) und (2) erhält man schließlich:

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

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

Abb. 9 zeigt das Energieniveauschema eines Wolframatoms. Da die Energie der K-Schale ungefähr 70 keV beträgt, die höchste Energie des primären Elektronenstrahls aber nur 35 keV ist, kann die K-Schale mit diesem Gerät nicht angeregt werden. Es kann nur das L-Level ionisiert werden. Abb. 9 zeigt die nach den quantenmechanischen Auswahlregeln möglichen L-Übergänge für die Dipol-Strahlung bis zur O-Schale. Die Quadrupol-Strahlung kann wegen ihrer geringeren Intensität vernachlässigt werden.

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

(l = Bahndrehimpuls, j = Gesamtdrehimpuls)

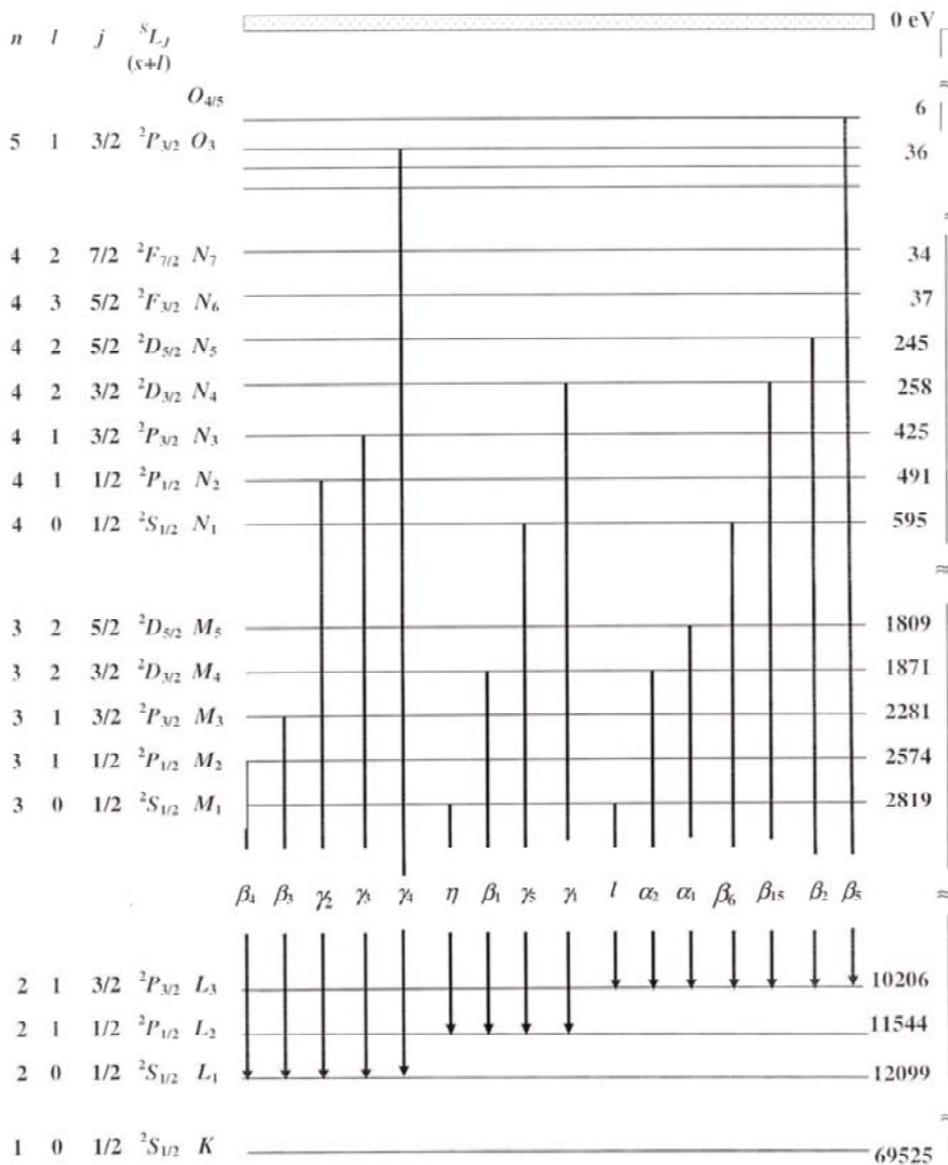


Abb. 9: Energieniveauschema von Wolfram

Auswertung

Aufgabe 1: Nehmen Sie mit Hilfe des LiF-Einkristalls als Analysator das von der Wolframanode ausgehende Röntgenspektrum als Funktion des Bragg-Winkels auf.

In Abb. 10 ist das mit einem LiF-Einkristall analysierte Röntgenspektrum von Wolfram 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.

In Abb 11 und 12 sind Ausschnitte des Spektrums dargestellt, die mit Hilfe der Zoom-Funktion der Measure-Software erstellt wurden. So können dicht beieinander liegende und weniger intensive Linien besser erkannt werden. Insgesamt können bis zu 27 Linien unterschieden werden.

Die Auswertung (siehe Tabelle) zeigt, dass im Winkelbereich von $10^\circ < \vartheta < 30^\circ$ nur Linien erster Ordnung erhalten werden. Sie erreichen auch die höchste Intensität. Im Bereich von $30^\circ < \vartheta < 80^\circ$ fallen die Linien mit $n = 2$ und $n = 3$. Die Aufspaltung der Linien 2 und 10 in α_1 und α_2 bzw. γ_2 und γ_3 ist nur im Bereich von $n = 2$ zu erkennen. Die Linie 11 kann eindeutig der K_α -Linie von Kupfer zugeordnet werden. Die kleine runde Wolfram Anode ist in einen zylindrischen Kupferstab eingelassen, der auch teilweise von den Elektronen getroffen wird.

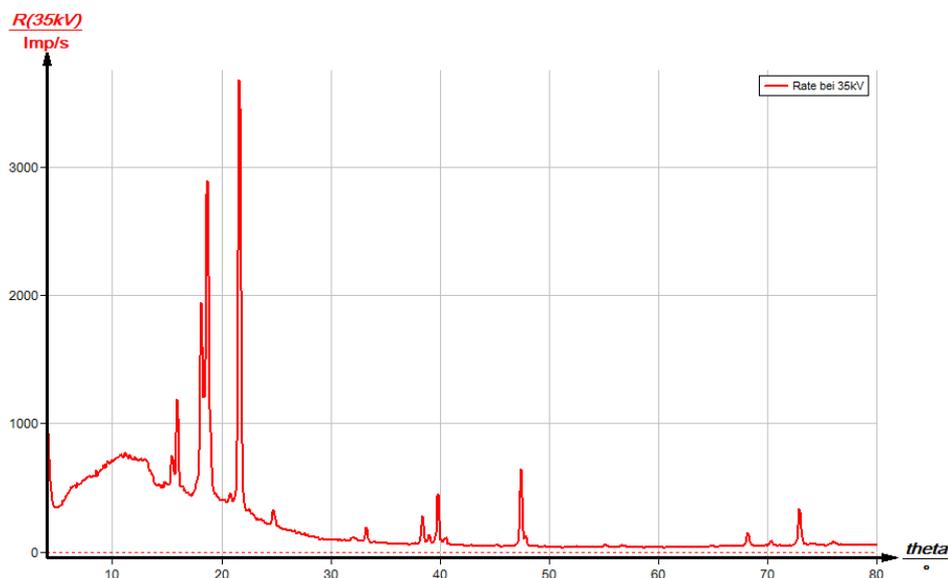


Abb. 10: Die Intensität der W-Röntgenstrahlung als Funktion des Glanzwinkels ϑ ; Analysatorkristall: LiF

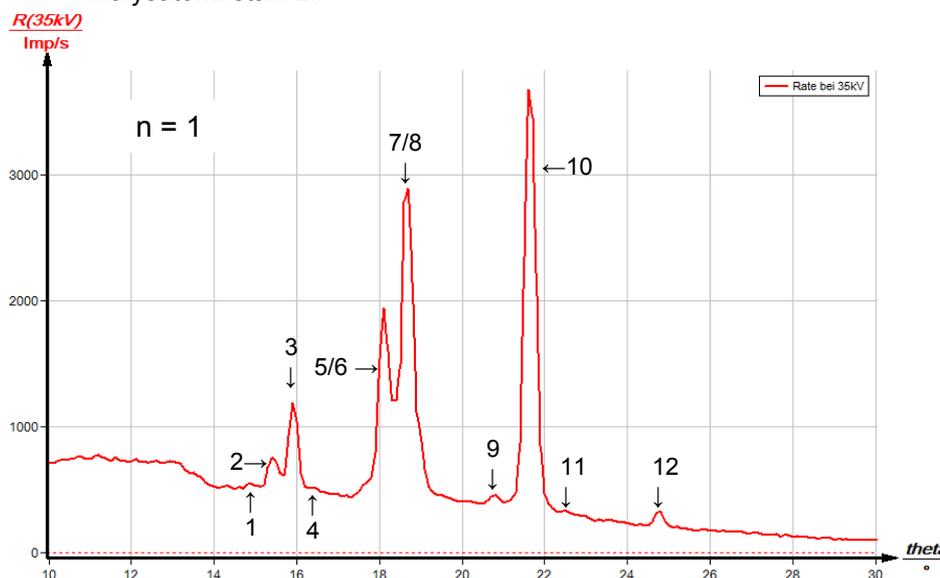


Abb. 11: Ausschnitt aus dem Röntgenspektrum von $10^\circ < \vartheta < 30^\circ$

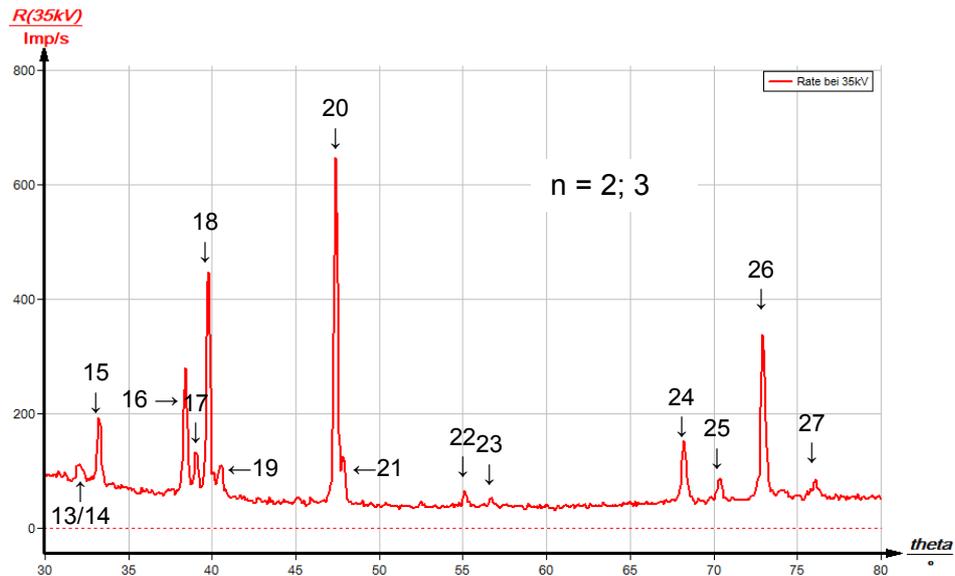


Abb. 12: Ausschnitt aus dem Röntgenspektrum von $30^\circ < \vartheta < 80$

Aufgabe 2: Bestimmen Sie die Energien der charakteristischen Wolfram-Röntgenstrahlen aus den Spektren und vergleichen Sie Ihre Werte mit den aus dem entsprechenden Termschema ermittelten Werten.

Spalte B der untenstehenden Tabelle enthält die aus den Abb. 6 bis 8 ermittelten Glanzwinkelwerte ϑ und die daraus mit Hilfe von (3) berechneten Energiewerte für die charakteristischen Röntgenlinien von Wolfram. Die Wellenlänge λ und die zugehörige Energie E_{Exp} , die mit Hilfe der Formeln 1 und 2 bestimmt wurden sind in den Spalten D und E aufgeführt. Spalte H zeigt die Energiewerte E_{Lit} , die mit Hilfe von Abb 3 errechnet wurden. Die Übereinstimmung zwischen den beiden Energiewerten belegt die Zuordnung der Linien zu den verschiedenen Übergängen. Wie erwartet, treten nur die Linien auf, die den Auswahlregeln entsprechen. Es sind nicht alle möglichen Übergänge zu erkennen, da bei einigen die Intensität zu gering ist.

A	B	C	D	E	F	G	H
Line	$\vartheta / ^\circ$	n	λ / pm	E_{exp} / eV	Linie	Übergang	E_{Lit} / eV
1	14.69	1	102.15	12138	γ_4	L_1O_3	12063
2	15.23	1	105.81	11717	$\gamma_{3/2}$	L_1N_3/L_1N_2	
2	15.23	1	105.81	11717	$\gamma_{3/2}$	L_{1N_3}/L_1N_2	
3	15.74	1	109.27	11346	γ_1	L_2N_4	11286
4	16.28	1	112.92	10980	γ_5	L_2N_1	10949
5	17.92	1	123.94	10003	β_2	L_3N_5	9961
6	18.21	1	125.87	9849	β_3	L_1M_3	9818
7	18.47	1	127.61	9716	β_1	L_2M_4	9673
8	18.79	1	129.74	9556	β_4	L_1M_2	9525
9	20.60	1	141.72	8748	η	L_2M_1	8725
10	21.47	1	147.43	8409	$\alpha_{1/2}$	L_3M_5/L_3M_4	
11	22.51	1	154.21	8040	Cu- $K\alpha_{1/2}$		
12	24.57	1	167.49	7402	l	L_3M_1	7387
13	31.80	2	106.13	11682	γ_3	L_1N_3	11674
14	32.01	2	106.76	11613	γ_2	L_1N_2	11608

15	33.03	2	109.79	11294	γ_1	L_2N_4	11286
16	38.12	2	124.33	9972	β_2	L_3N_5	9961
17	38.80	2	126.20	9824	β_3	L_1M_3	9818
18	39.52	2	128.16	9674	β_1	L_2M_4	9673
19	40.24	2	130.10	9529	β_4	L_1M_2	9525
20	47.12	2	147.58	8401	α_1	L_3M_5	8397
21	47.58	2	148.68	8339	α_2	L_3M_4	8335
22	54.88	3	109.71	11300	γ_1	L_2N_4	11286
23	56.47	2	167.88	7385	l	L_3M_1	7387
24	67.90	3	124.28	9976	β_2	L_3N_5	9961
25	70.09	3	126.12	9831	β_3	L_1M_3	9818
26	72.66	3	128.04	9683	β_1	L_2M_4	9673
27	75.79	3	130.03	9535	β_4	L_1M_2	9525

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 anzuzeigen 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“