

Bestimmung der Gitterkonstanten eines Einkristalls mit Hilfe energiedispersiver Röntgenspektroskopie

(Artikelnr.: P2546201)

Curriculare Themenzuordnung



Schwierigkeitsgrad



Schwer

Vorbereitungszeit



1 Stunde

Durchführungszeit



2 Stunden

empfohlene Gruppengröße



2 Schüler/Studenten

Zusätzlich wird benötigt:

- PC

Versuchsvarianten:

Schlagwörter:

Brems- und charakteristische Röntgenstrahlung, Energieniveaus, Kristallstrukturen, Bravais-Gitter, reziproke Gitter, Millersche Indizes, Bragg-Streuung, Interferenz, Halbleiterdetektoren, Vielkanalanalysatoren

Überblick

Kurzbeschreibung

Prinzip

Polychromatische Röntgenstrahlen treffen unter verschiedenen Glanzwinkeln auf einen Einkristall, an dessen Netzebenen die Strahlen reflektiert werden. Mit Hilfe eines Energiedetektors werden in Reflexion nur die Strahlenanteile registriert, die konstruktiv miteinander interferieren. Aus den verschiedenen Beugungsordnungen und der Energie der reflektierten Strahlen wird die Gitterkonstante des Kristalls bestimmt.



Abb. 1: P2546201

Material

Position	Material	Bestellnr.	Menge
1	XR 4.0 expert unit Röntgengerät, 35 kV	09057-99	1
2	XR 4.0 X-ray Goniometer	09057-10	1
3	XR 4.0 X-ray Einschub mit Wolfram-Röntgenröhre	09057-81	1
4	Vielkanalanalysator	13727-99	1
5	XR 4.0 X-ray Röntgenenergiedetektor (XRED)	09058-30	1
6	XR 4.0 X-ray Lithiumfluorid-Einkristall im Halter (LiF)	09056-05	1
7	measure Software Vielkanalanalysator	14452-61	1
8	XR 4.0 XRED Kabel, 2 m	09058-35	1
9	Abgeschirmtes Kabel BNC, l = 750 mm	07542-11	1

Aufgaben

1. Bestimmen Sie die Energie der an den Netzebenen des **LiF**-Einkristalls reflektierten Röntgenstrahlen für verschiedene Glanzwinkel und für verschiedene Beugungsordnungen.
2. Berechnen Sie aus den Glanzwinkeln und den zugehörigen Energiewerten die Gitterkonstante von **LiF**.

Aufbau und Durchführung

Versuchsaufbau

- Adapterring auf den Eintrittstubus des Energiedetektors schrauben.
- Signal- und Versorgungskabel mit den Winkelsteckern an die entsprechenden Buchsen des Detektors anschließen.
- Signal- und Versorgungskabel an die entsprechenden Anschlüsse im Experimentierraum anschließen. In Abb. 2 ist der Anschluss für das Signalkabel rot gekennzeichnet, der für das Versorgungskabel grün. Entsprechend außen die X-RED Anschlüsse des Röntgengeräts (Siehe Abb. 3) mit dem Vielkanalanalysators (VKA) verbinden. Verbinden Sie das Signalkabel mit der Buchse „Input“ und das Versorgungskabel mit der Buchse „X-Ray Energy Det.“ des VKA verbinden.
- Energiedetektor in der Halterung des Schwenkarmes des Goniometers befestigen (Abb. 4). Beide Kabel sind mit ausreichender Länge so zu führen, dass eine ungehemmte Drehung des Goniometers über den gesamten Schwenkbereich gewährleistet ist.
- Verbindung zwischen VKA und Rechner mit Hilfe des USB-Kabels herstellen.



Abb. 2: Anschlüsse im Experimentierraum



Abb. 3: Anschluss des VKA



Abb. 4: Versuchsaufbau am Goniometer

Durchführung

Kalibrierung des VKA

(wenn nicht auf eine bereits vorliegende Kalibrierung zurückgegriffen werden kann).

- Goniometerblock und Detektor werden jeweils in ihre rechten Endpositionen gebracht.
- Blendentubus mit 1-mm-Lochdurchmesser in den Austrittstubus der Röntgenröhre einsetzen.
- bei eingeschaltetem Röntgengerät den Detektor in die 0° -Stellung bringen. Zur Reduzierung der Gesamtrate den Detektor anschließend um einige $0,1^\circ$ aus der Nulllage drehen.
- Betriebsdaten der Wolframröntgenröhre: Anodenspannung $U_A = 25 \text{ kV}$ und Anodenstrom $I_A = 0,02 \text{ mA}$ wählen und die Röntgenstrahlung aktivieren.
- Im MEASURE-Programm unter „Messgerät“ VKA-auswählen. Dann „Einstellungen und Kalibrieren“ wählen. Nach Anklicken der Schaltfläche „Kalibrieren“ kann nun ein Spektrum gemessen werden. Die Zählrate sollte dabei $< 300 \text{ Imp./s}$ betragen (evtl Zählrohr weiter aus dem Strahl bewegen). Einstellungen zur Energiekalibrierung: – 2-Punkt Kalibrierung, – Einheit = keV , Verstärkungsfaktor = 4, – der Offset ist so zu wählen, dass niederenergetische Rauschsignale unterdrückt werden (in der Regel genügt ein Offset von einigen %) – siehe Abb. 5.
- Messdauer 5 Minuten, dazu Timer des Rönt-gengerätes benutzen.
- Die zwei farbigen Kalibrierlinien werden jeweils mit den Linienmitten der beiden intensivsten charakteristischen Röntgenlinien zur Deckung gebracht. Die zugehörigen Energiewerte (Zuordnung der Linien: siehe z. B. P2544701) $E(L_3M_5/L_3M_4) = 8,39 \text{ keV}$ und $E(L_2N_4) = 9,69 \text{ keV}$ werden farbenrichtig in die zugehörigen Felder eingetragen. (Da die L_3M_5/L_3M_4 -Linien nicht zu trennen sind, wird ein Mittelwert der beiden Energien genommen)
- Die Kalibrierung bezeichnen und speichern.

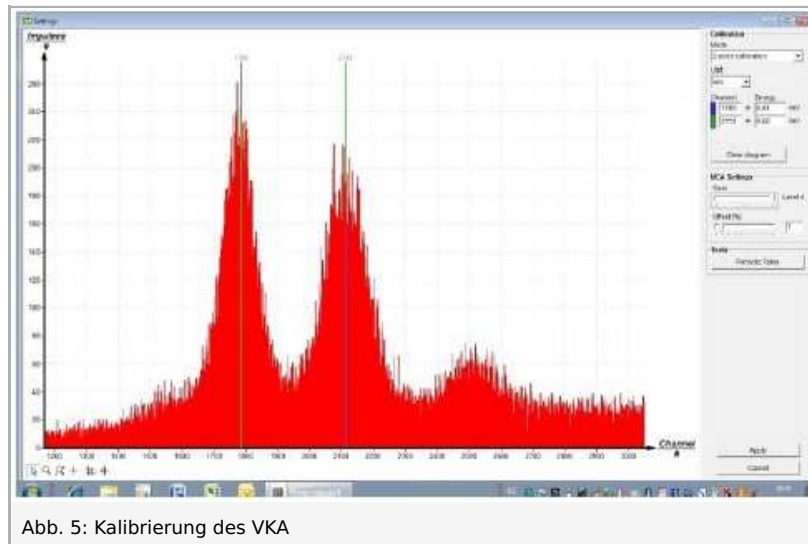







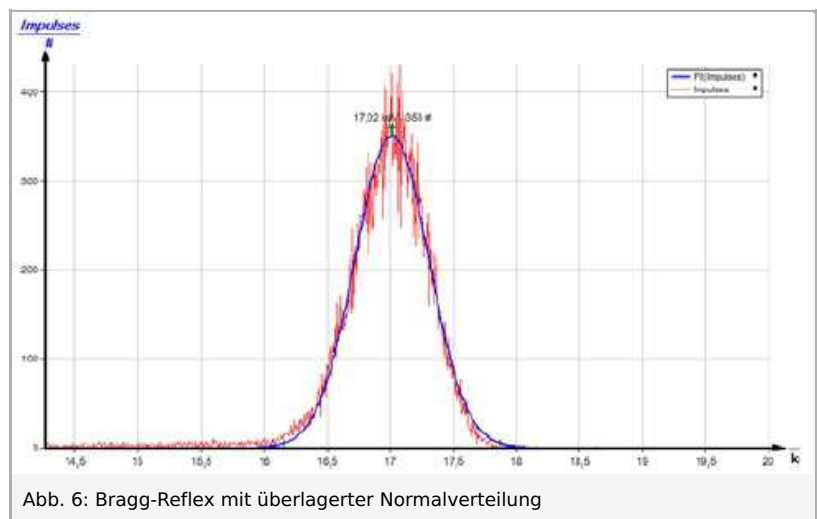
Abb. 5: Kalibrierung des VKA

Messung von Spektren mit verschiedenen Beugungsordnungen

- Der Goniometerblock mit eingesetztem **LiF**-Kristall befindet sich am linken Anschlag, der Detektor vorn auf den Führungsgleisen.
- Blendentubus mit 1-mm-Durchmesser verwenden.
- Kristall und Detektor im 2:1-Modus betreiben.
- Die zur Energiekalibrierung benutzten Parameter sind wieder zu verwenden.
- Verstärkungsfaktor 2 in der Software Vielkanalanalysator einstellen.
- Anodenspannung $U_A = 35 \text{ kV}$. Darauf achten, dass die Zählraten für jedes Spektrum $\approx 300 \text{ Imp./s}$ betragen. Dafür den Anodenstrom I_A ggf. verändern.
- Bei einem Kristallwinkel von $\vartheta = 10^\circ - 42^\circ$ in Schritten von 2° ein Spektrum aufnehmen. Diese jeweils abspeichern.
- Falls die Zählraten zu niedrig sind, kann nachjustiert werden: Dafür nur den Kristall um wenige Zehntel grad bewegen, bis die höchste Zählrate erreicht ist.

Auswertung der Messkurven

- Zur Bestimmung der Linienenergie geht man von der Balken- zur Kurvendarstellung über. Dazu „Darstellungsoptionen“, anschließend „Interpolation und Geraden“ anklicken.
- Dehnung des betreffenden Linienbereichs mit Hilfe der „Zoomfunktion“ .
- Anschließend Kurvenbereiche „markieren“ , Fenster „Kurvenfitting“  öffnen und „skalierte Normalverteilung“ aussuchen und übernehmen.
- Linienschwerpunkt der Normalverteilung mit „Extrema anzeigen“  aufsuchen oder mit Funktion „Vermessen“  bestimmen (s. Abb. 6).



Theorie und Auswertung

Die unter dem Glanzwinkel ϑ auf den Einkristall treffenden Röntgenstrahlen (s. Abb. 7) können in Reflexion nur dann beobachtet werden, wenn einfallende und reflektierte Strahlen gleicher Wellenlänge konstruktiv miteinander interferieren. Das bedeutet aber, dass der Gangunterschied Δ der Strahlen einem ganzzahligen Vielfachen der Wellenlänge entsprechen muss (in Abb. 7 ist Δ durch die dick gezeichneten Strecken gegeben):

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

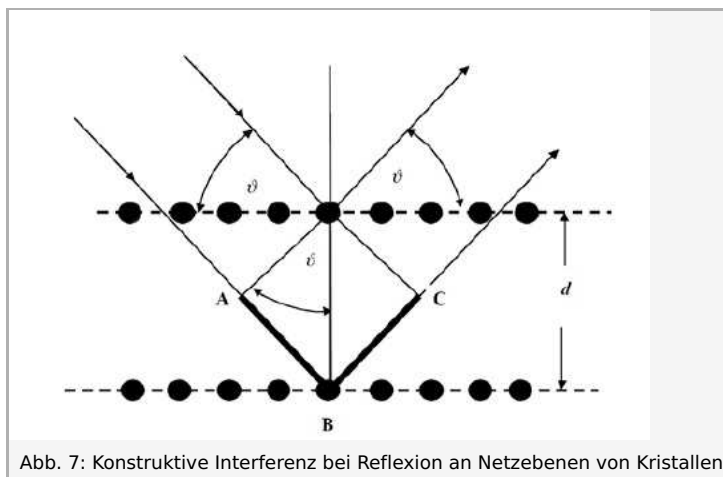


Abb. 7: Konstruktive Interferenz bei Reflexion an Netzebenen von Kristallen

Die Bedingung in (1) wird als Bragg-Bedingung bezeichnet.

(d = Netzebenenabstand, ϑ = Glanzwinkel, λ = Wellenlänge und $n = 1, 2, 3, \dots$).

Treffen auf die Netzebenenschar des Einkristalls monoenergetische Strahlen der Wellenlänge λ , so wird bei größerem Glanzwinkel (größerer Gangunterschied Δ) nach (1) mit $n = 2$ Beugung in 2. Ordnung zu beobachten sein.

Treffen hingegen auf den Kristall polychromatische Strahlen, so wird bei festem Glanzwinkel (fester Gangunterschied Δ) nach (1) der reflektierte Strahl Anteile mit den Wellenlängen $\lambda, \frac{1}{2}\lambda, \frac{1}{3}\lambda \dots$ haben, denn der Gangunterschied entspricht in diesem Fall $\lambda, 2\frac{1}{2}\lambda, 3\frac{1}{3}\lambda$ (s. Abb. 8).

Diese Situation kann nur mit einem Energiedetektor, aber nicht mit einem Geiger-Müller-Zählrohr nachgewiesen werden, das normalerweise nur im Auslösemodus betrieben wird.

Ersetzt man in (1) die Wellenlänge durch die zugehörige Energie E , so gilt mit $E = h \cdot \nu$ und $c = \lambda \cdot \nu$:

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

Planckkonstante $h = 6,626 \cdot 10^{-34} \text{ Js}$

Vakuumlichtgeschwindigkeit $c = 2,998 \cdot 10^8 \text{ ms}^{-1}$

Fotonenfrequenz ν

Mit festem Glanzwinkel ϑ folgt aus (2):

$$E_n = k \cdot n \text{ und } \frac{E_n}{E_1} = n \quad (3)$$

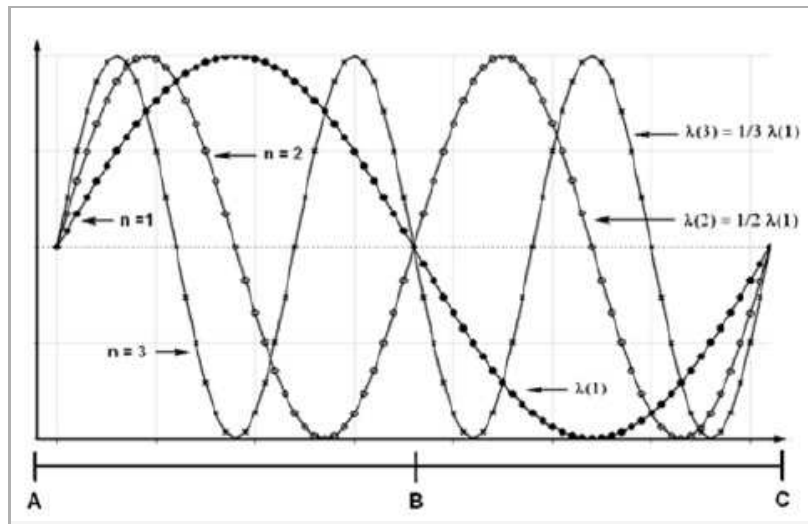


Abb. 8: Gestreckt dargestellter Gangunterschied $\Delta = ABC$ zur Verdeutlichung verschiedener Beugungsordnungen mit $n = 1(\lambda)$, $n = 2(2\frac{1}{2}\lambda)$ und $n = 3(3\frac{1}{3}\lambda)$

Abb. 9 zeigt für verschiedene Glanzwinkel die zugehörigen Bragg-Reflexe. Wird der Glanzwinkel größer (Vergrößerung von Δ), so können durch konstruktive Interferenz mehrere Bragg-Reflexe gemessen werden. Mit zunehmendem Δ verringert sich deren Energie, denn die zugehörigen Wellenlängen werden größer.

Die Intensität im niederenergetischen Bereich des Primärstrahls ist sehr gering. Hinzu kommt, dass hier die spektralen Anteile größerer Wellenlängen stärker durch den Glaskolben der Röntgenröhre absorbiert werden. Beides macht sich in der Intensitätsabnahme der Reflexlinien bis hin zu deren Verschwinden bemerkbar (s. Abb. 5c und 5d).

Die schwache Linie bei $E = 8 \text{ keV}$ ist der **Cu- K_α** Fluoreszenzstrahlung zuzuordnen. Treffen die vom Kristall reflektierten monoenergetischen Photonen in das Detektorgehäuse, so können diese dort an den zur Montage des Detektors verwendeten Materialien Fluoreszenzstrahlung auslösen, die dann zusätzlich vom Detektor registriert wird.

Die Auswertung der Spektren zeigt die Tabelle. Dabei werden Reflexlinien mit $n = 5$ aufgrund ihrer geringen Intensität nicht berücksichtigt.

Die Spalten B-E der Tabelle enthalten die experimentell ermittelten Energiewerte E_n der verschiedenen Beugungsordnungen bei verschiedenen Glanzwinkeln (Spalte A). Die Spalten F-I zeigen die entsprechenden Werte E_n/n , deren gerundeter Mittelwert in Spalte J dargestellt ist. Spalte K zeigt den mit Hilfe von (2) berechneten jeweiligen Wert für den Netzebenenabstand d .

Für diesen des (100)-orientierten **LiF**-Einkristalls ergibt sich ein gerundeter Wert von:

$$d_{200}(\text{LiF}) = (201,2 \pm 0,5) \text{ pm}; \Delta d/d \approx 0,3\%; (\text{Lit-Wert } d_{200} = 201,4 \text{ pm}).$$

Die Kantenlänge des kubischen **LiF**-Gitters beträgt demnach $d_{100} = 402,8 \text{ pm}$.

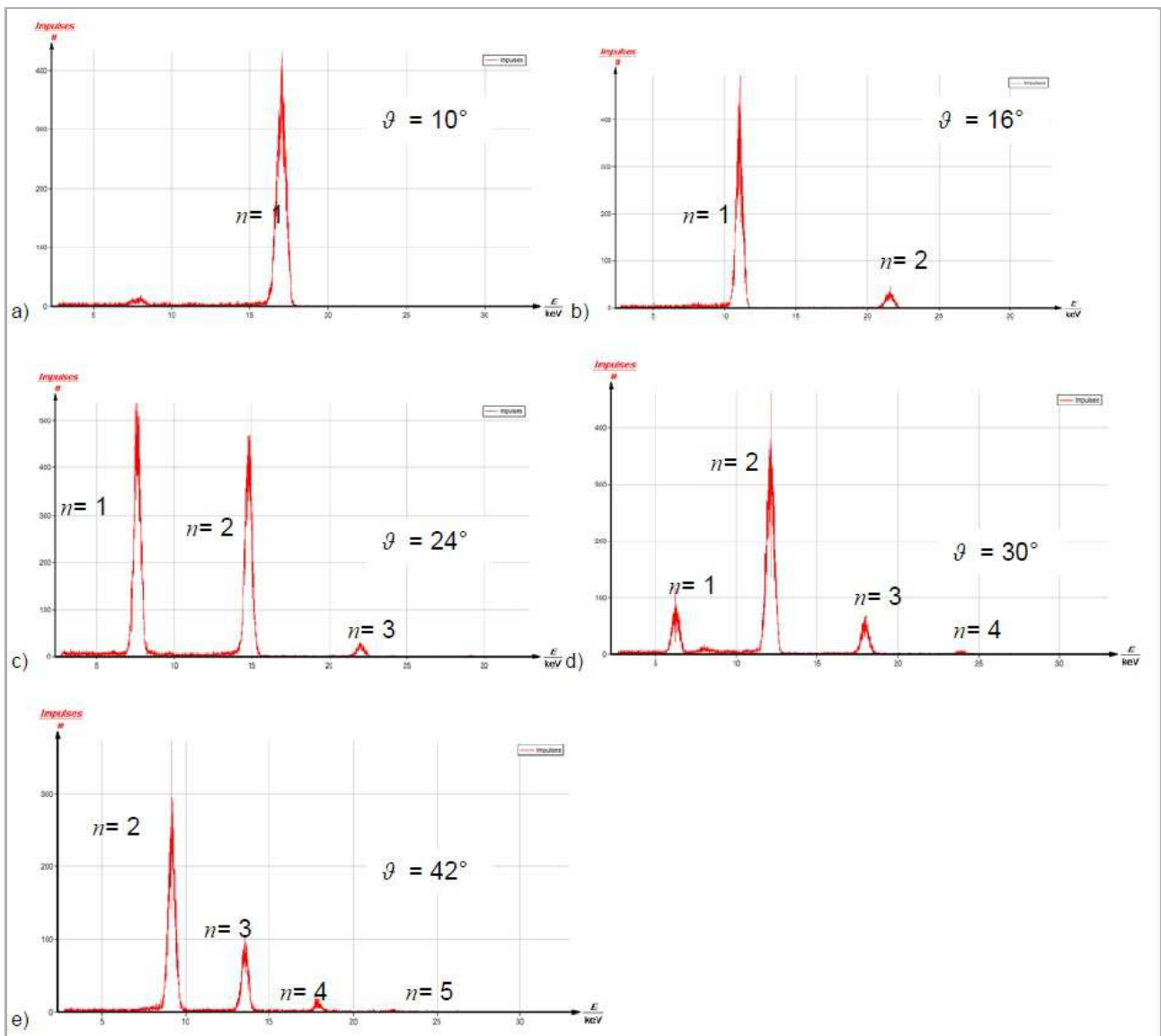


Abb. 9: Bragg-Reflexe mit zunehmender Beugungsordnung bei verschiedenen Glanzwinkeln.

a: $\vartheta = 10^\circ$, b: $\vartheta = 16^\circ$, c: $\vartheta = 24^\circ$, d: $\vartheta = 30^\circ$, e: $\vartheta = 42^\circ$

In Fig. e, the reflex with $n = 1$ cannot be observed.

A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K
$\vartheta / ^\circ$	$n = 1$	$n = 2$	$n = 3$	$n = 4$	E_1	E_2	E_3	E_4	$E_{\text{mittel}}/\text{keV}$	d/pm
	E_1 / keV	E_2 / keV	E_3 / keV	E_4 / keV	1 /keV	2 /keV	3 /keV	4 /keV		
10	17,69				17,69				17,69	201,8
12	14,80	29,60			14,80	14,80			14,80	201,5
14	12,70	25,43			12,70	12,72			12,71	201,6
16	11,17	22,40			11,17	11,20			11,19	201,0
18	9,93	20,00			9,93	10,00			9,97	201,2
20	8,94	18,05			8,94	9,03			8,98	201,8
22	8,14	16,52	24,87		8,14	8,26	8,29		8,23	201,1
24	7,53	15,20	22,88		7,53	7,60	7,63		7,59	200,8
26	6,94	14,05	21,17	28,19	6,94	7,03	7,06	7,05	7,02	201,5
28	6,51	13,16	19,82	26,54	6,51	6,58	6,61	6,64	6,59	200,4
30	6,11	12,36	18,62	24,89	6,11	6,18	6,21	6,22	6,18	200,6
34	5,43	11,04	16,63	22,22	5,43	5,52	5,54	5,56	5,51	201,2
38	4,96	10,00	15,10	20,31	4,96	5,00	5,03	5,01	5,00	201,4
42	-	9,2	13,84	18,56	-	4,60	4,61	4,64	4,62	200,5

Table 1: Determination of the interplanar spacing d_{200} of **LiF**