

### Verwandte Begriffe

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

### Prinzip

Eine Röntgenröhre mit einer Kupferanode 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 XR 4.0 expert unit, Röntgengerät	09057-99
1 XR 4.0 Goniometer	09057-10
1 XR 4.0 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 Kaliumbromid (KBr)-Einkristall in Halter	09056-01
1 XR measure 4.0 software	14414-61
1 Datenkabel USB Steckertyp A/B	14608-00
1 Kollimatorblende, 2 mm	09057-02

*Zusätzlich erforderlich*  
PC, Windows® XP oder höher

Dieser Versuch ist in den Erweiterungssets „XRS 4.0 X-ray Strukturanalyse“ und „XRC 4.0 X-ray Charakterisierung“ enthalten.

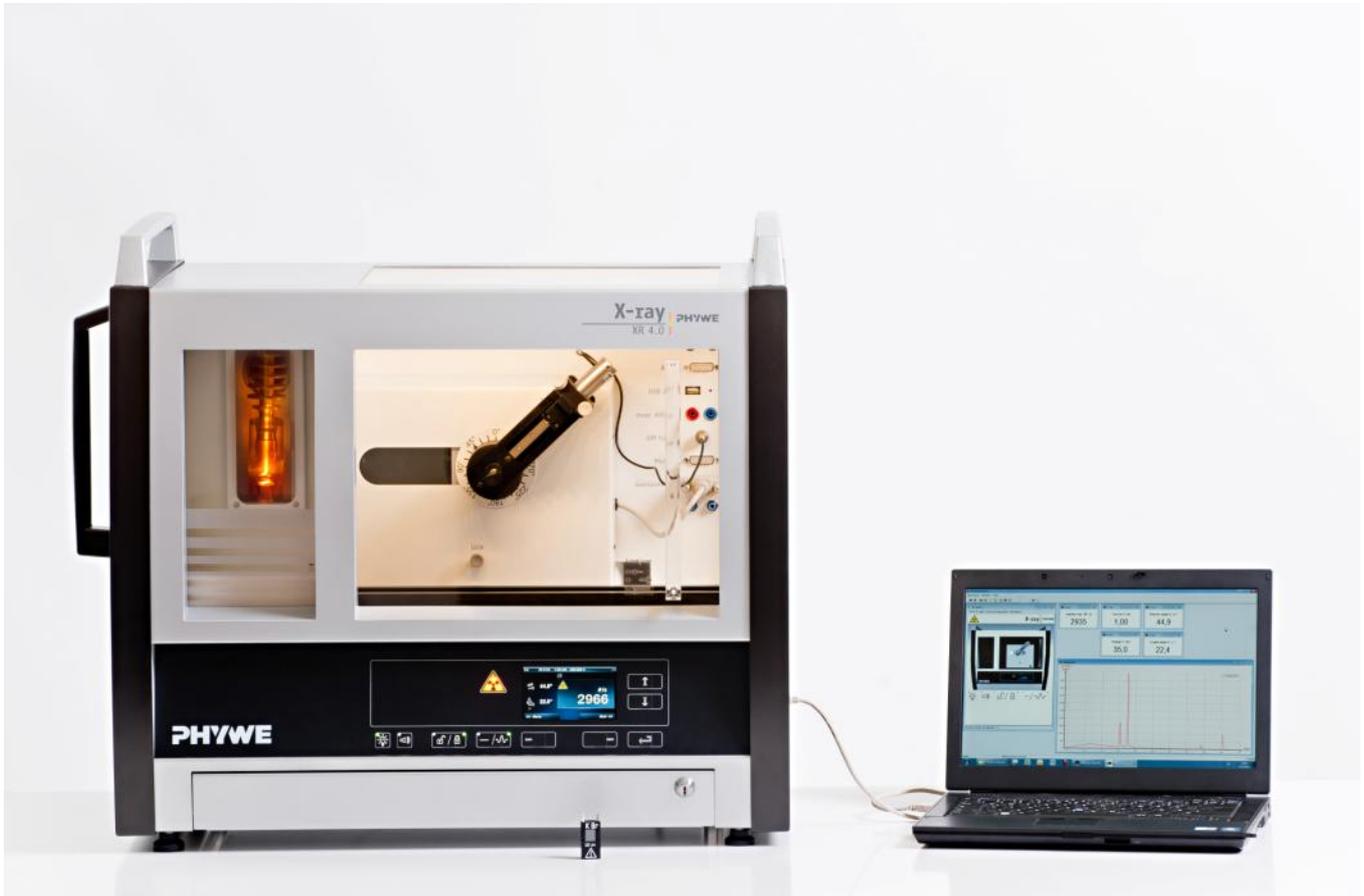


Abb. 1: P2540101

### Aufgaben

1. Analysieren Sie die Intensität der Kupfer-Röntgenstrahlung mit Hilfe eines LiF-Einkristalls als Funktion des Bragg-Winkels.
2. Analysieren Sie die Intensität der Kupfer-Röntgenstrahlung mit Hilfe eines KBr-Einkristalls als Funktion des Bragg-Winkels.
3. Bestimmen Sie die Energien der charakteristischen Kupfer-Röntgenstrahlen 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.

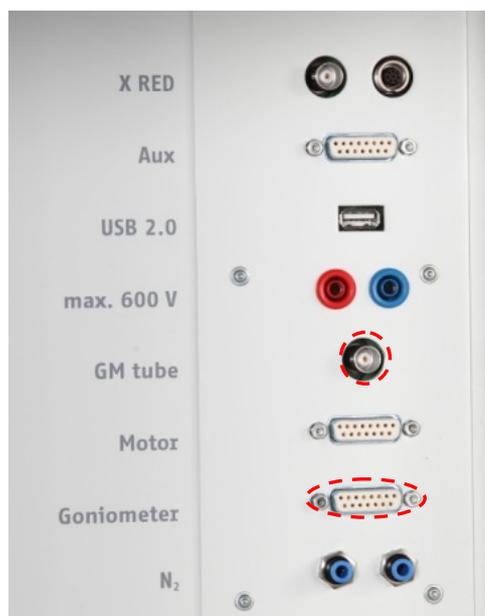


Abb. 2: Anschlüsse im Experimentierraum

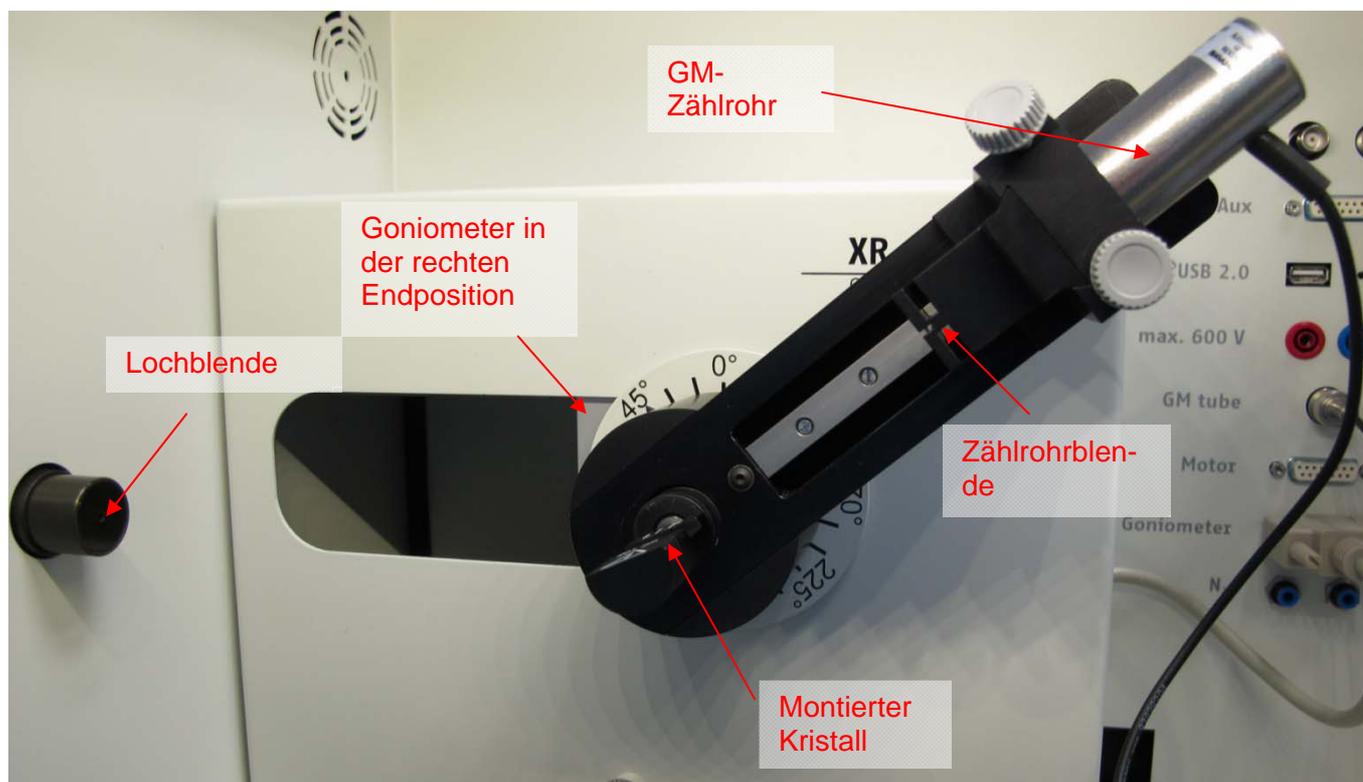


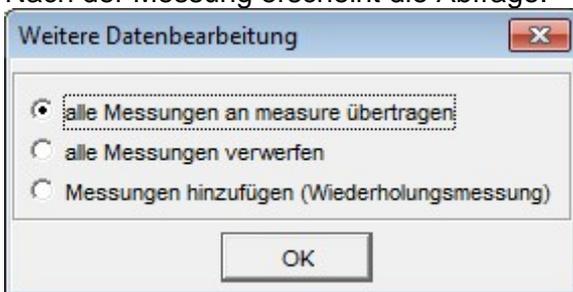
Abb. 3: Aufbau am Goniometer

## Durchführung

- Der PC und das Röntgengerät werden mit Hilfe des Datenkabels über die USB Buchse verbunden (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 (siehe rote Kennzeichnung in Abb. 5), können Sie die Parameter für das Experiment verändern. Wählen Sie die Einstellungen im Falle des Lithiumfluorid-Kristalls wie in Abb. 6 angegeben. Wenn Sie den KBr-Kristall vermessen, wählen Sie Startwinkel:  $3^\circ$  und Stoppwinkel:  $75^\circ$ .
- Wenn Sie auf die Röntgenröhre klicken (siehe rote Kennzeichnung in Abb. 5), 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 klicken:



- 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

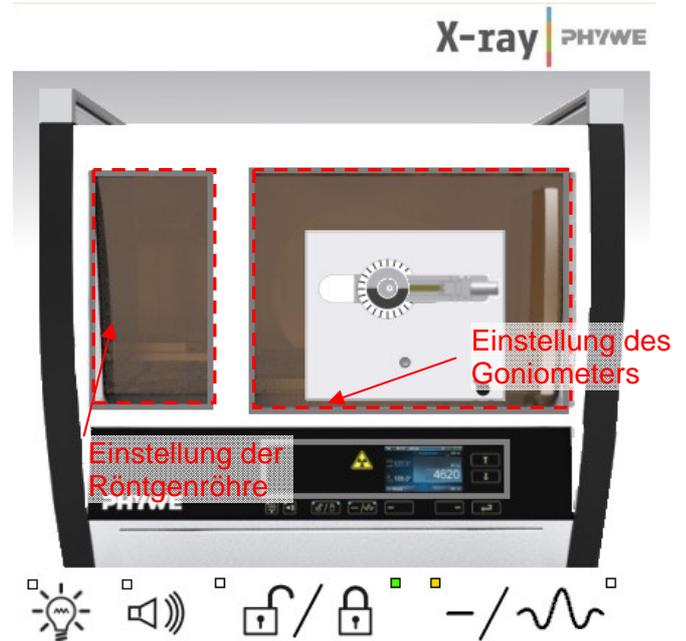


Abb. 5: Teil der Bedienoberfläche in der Software

### Übersicht Einstellungen am Goniometer und Röntgengerät:

- 2:1-Kopplungsmodus
- Integrationszeit 2 s (Gate-Timer); Winkelschrittweite  $0,1^\circ$
- Winkelbereich:  $4^\circ$ - $55^\circ$  (LiF-Einkristall) und  $3^\circ$ - $75^\circ$  (KBr-Einkristall)
- Anodenspannung  $U_A = 35$  kV; Anodenstrom  $I_A = 1$  mA

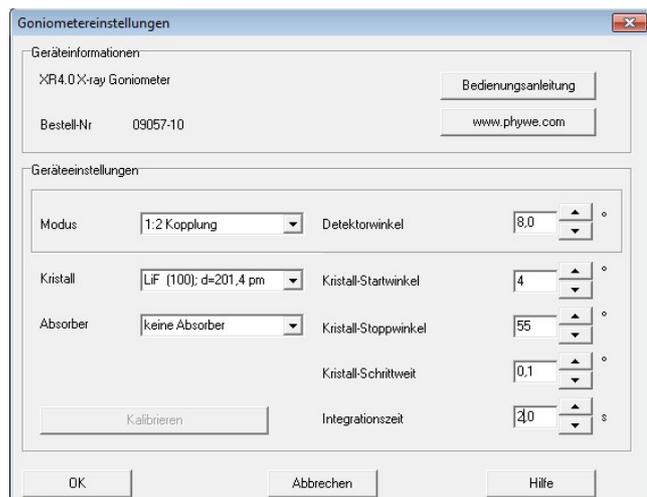


Abb 6: Einstellungen für das Goniometer; LiF-Kristall

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 diese Energiedifferenz atomspezifisch ist, nennt man die so erzeugte Strahlung auch charakteristische Röntgenstrahlung.

Abb. 8 zeigt das Energieniveauschema eines Kupferatoms. 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  $M_I \rightarrow K$  oder

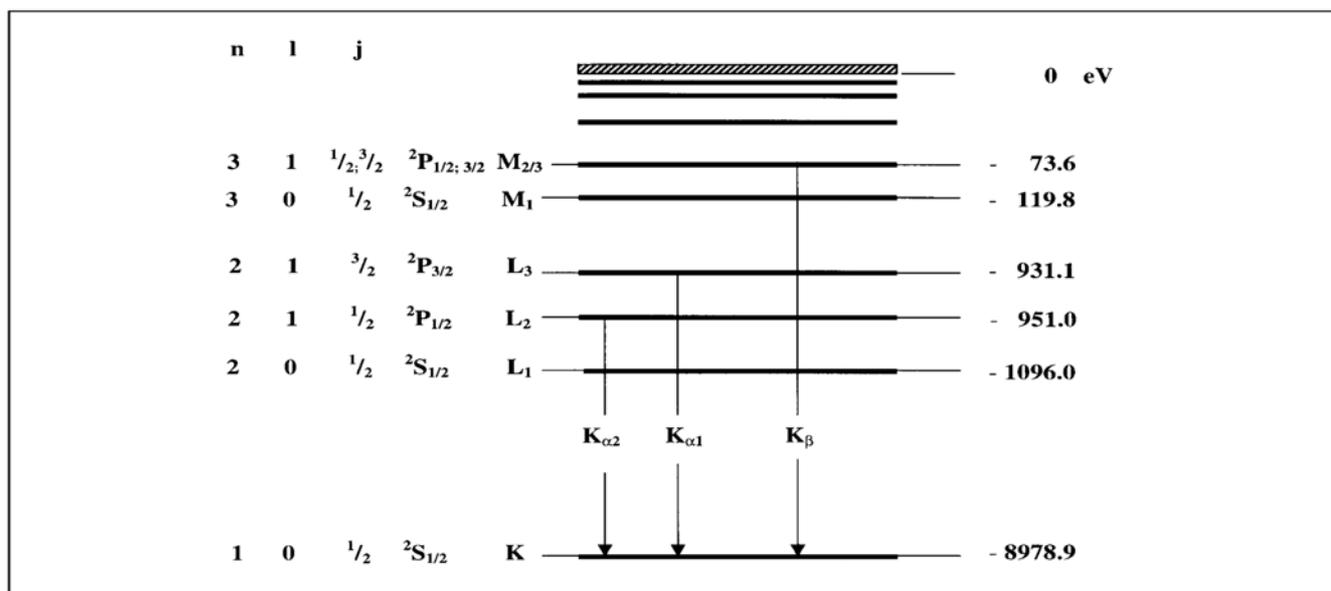


Abb. 8: Energieniveauschema von Kupfer ( $Z = 29$ )

$L_I \rightarrow K$  sind aufgrund quantenmechanischer Auswahlregeln nicht erlaubt).

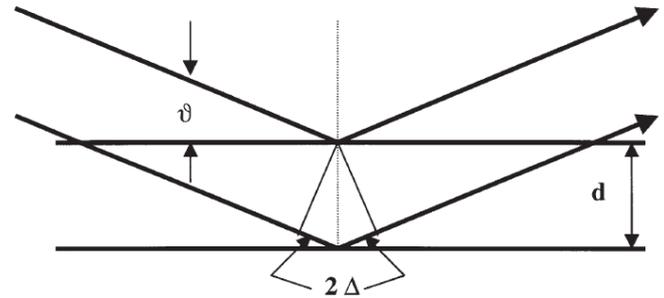
Auswahlregeln für die Dipolstrahlung:  $\Delta l = \pm 1$  und  $\Delta j = 0, \pm 1$

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

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

$$E_{K\alpha^*} = E_K - \frac{1}{2}(E_{L2} + E_{L3}) = 8,038 \text{ keV}$$

$$E_{K\beta} = E_K - E_{M2,3} = 8,905 \text{ keV}$$



Mit  $E_{K\alpha^*}$  ist der energetische Mittelwert der  $K_{\alpha 1}$ - und  $K_{\alpha 2}$ -Linien gemeint.

Abb. 9: Bragg-Streuung an einem Netzebenenpaar

Zur Energieanalyse polychromatischer Röntgenstrahlung verwendet man u.a. 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. Nach Abb. 9 gilt für konstruktive Interferenz die sogenannte 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	$h$	= $6,6256 \cdot 10^{-34}$ Js
Lichtgeschwindigkeit	$c$	= $2,9979 \cdot 10^8$ m/s
Netzebenenabstand LiF (200)	$d$	= $2,014 \cdot 10^{-10}$ m
Netzebenenabstand KBr (200)	$d$	= $3,290 \cdot 10^{-10}$ m
Äquivalent	1 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 und Ergebnisse

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

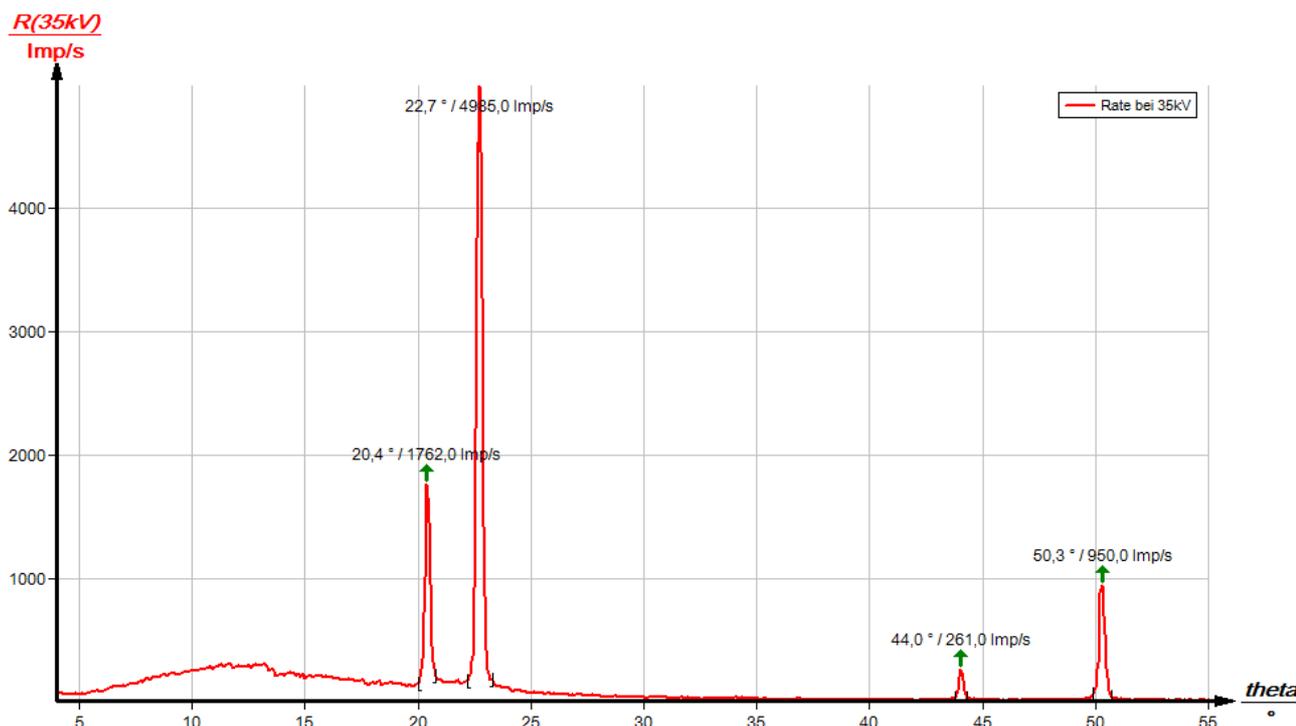


Abb. 10: Die Intensität der Cu-Röntgenstrahlung als Funktion des Glanzwinkels  $\vartheta$ ; Analysatorkristall: LiF

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

In Abb. 10 ist das mit einem LiF-Einkristall analysierte Röntgenspektrum von Kupfer dargestellt. Dem kontinuierlichen Bremspektrum 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 beiden Linienpaare sind den Interferenzen erster und zweiter Ordnung ( $n = 1$  und  $n = 2$ ) zuzuordnen. Tabelle 1 enthält die aus den Abb. 10 ermittelten Glanzwinkelwerte  $\vartheta$  und die daraus mit Hilfe von (4) berechneten Energiewerte für die  $K_{\alpha}$ - und  $K_{\beta}$ -Linie von Kupfer.

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

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

Das Spektrum der Bremsstrahlung in Abb. 11 zeigt eine deutlich Intensitätsstufe bei  $\vartheta = 8,0^{\circ}$ . Diese stimmt mit dem theoretisch zu erwartenden Wert für die  $K$ -Kantenabsorption von Brom ( $E_K = 13,474$  keV) mit  $n = 1$  überein.  $K$ -Kantenabsorptionen für Kalium, Lithium und Fluor können wegen der zu geringen Intensität in diesem Bereich des Bremspektrums nicht beobachtet werden (Experimente zu  $K$ - und  $L$ -Kantenabsorption siehe Experiment P2541201).

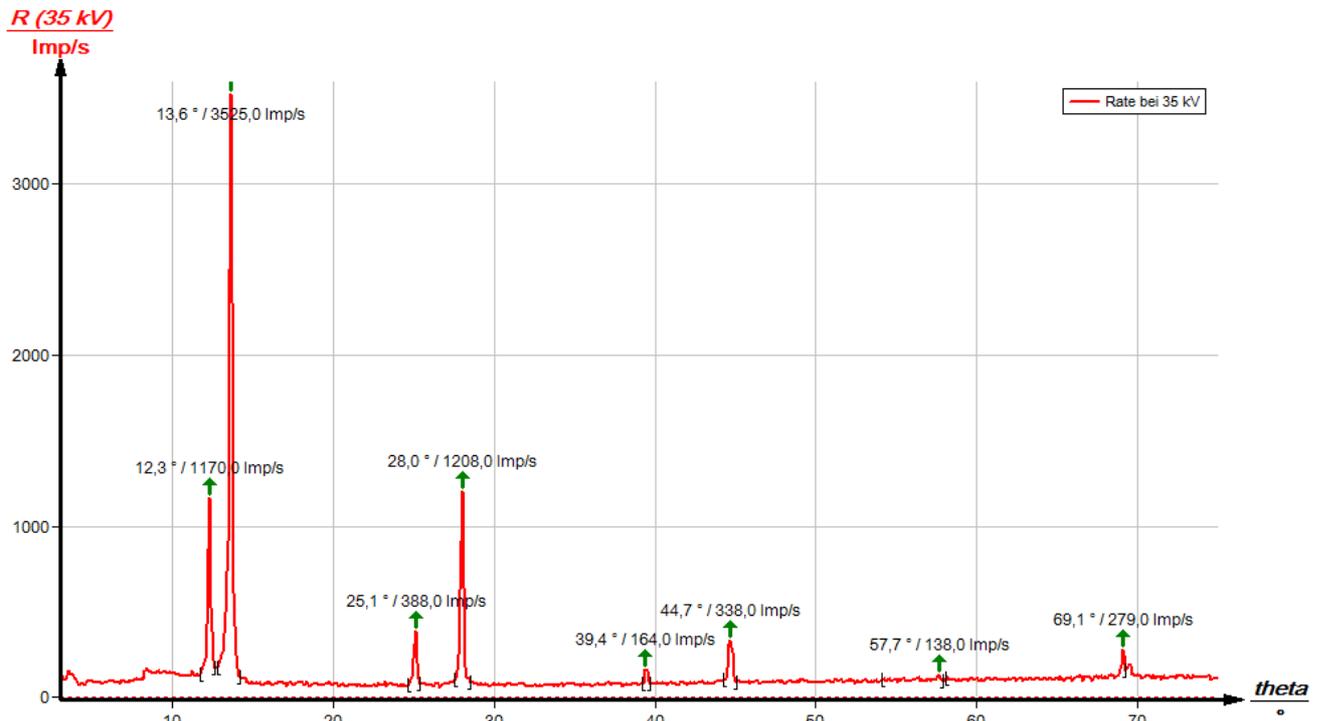


Abb. 11: Die Intensität der Cu-Röntgenstrahlung als Funktion des Glanzwinkels  $\vartheta$ ; Analysatorkristall: KBr

**Aufgabe 3:** Bestimmen Sie die Energien der charakteristischen Kupfer-Röntgenstrahlen und vergleichen Sie Ihre Werte mit den aus dem entsprechenden 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 Kupfer.

Aus den einzelnen Energiewerten der charakteristischen Linien aus Aufgabe 1 und 2 ergeben sich folgende Mittelwerte:  $E_{K\alpha} = 8,010$  keV und  $E_{K\beta} = 8,862$  keV. Ein Vergleich mit den entsprechenden Werten aus (1) verdeutlicht die gute Übereinstimmung.

Tabelle 1: Ergebnisse

	$\vartheta$	Linie	$E_{\text{exp}}/\text{keV}$
<b>F-Kristall</b>			
<b>n=1</b>	22,7	$K_{\alpha}$	7,974
	20,4	$K_{\beta}$	8,830
<b>n=2</b>	50,3	$K_{\alpha}$	8,005
	44,0	$K_{\beta}$	8,857
<b>KBr-Kristall</b>			
<b>n=1</b>	13,6	$K_{\alpha}$	8,018
	12,3	$K_{\beta}$	8,831
<b>n=2</b>	28,0	$K_{\alpha}$	8,015
	25,1	$K_{\beta}$	8,870
<b>n=3</b>	44,7	$K_{\alpha}$	8,041
	39,4	$K_{\beta}$	8,902
<b>n=4</b>	69,1	$K_{\alpha}$	8,069
	57,7	$K_{\beta}$	8,919

## Hinweis

Folgende Variation in der Auswertung beider Spektren bietet sich an: Nutzen Sie die aus einem Spektrum ermittelten Energiewerte der charakteristischen Linien, um den Netzebenenabstand des Analysatorkristalls 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 anzeigen zu lassen.

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

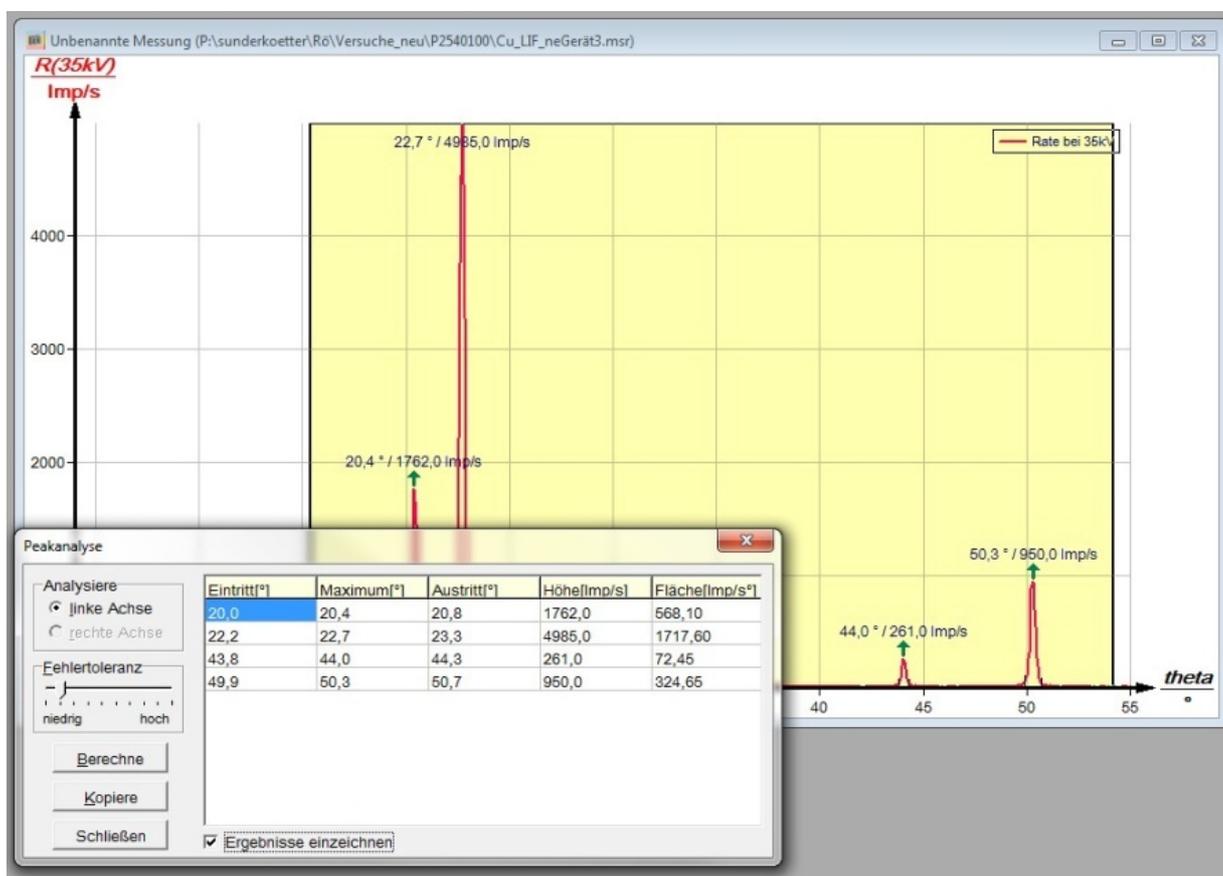


Abb. 12: Automatische Peakanalyse mit „Measure“