

Versuche mit Röntgenstrahlen

Röntgenemissionsspektrum und Gitterkonstanten

Ziele

- Röntgenemissionsspektrum
- Bestimmung des Planckschen Wirkungsquantums
- Bestimmung der Gitterkonstanten eines Kristalls

1 Grundlagen

Lesen Sie die entsprechenden Abschnitte in Kapitel 7 von **Demtröders** *Experimentalphysik 3* oder in einem anderen Lehrbuch.



Abbildung 1: Schematischer Aufbau einer Röntgenröhre. Die klassische Röhre besteht aus Glas. Die Beschleunigungsspannung wird in der Praxis einfach Röhrenspannung genannt, sie liegt im Bereich von einigen 10 kV.

1.1 Erzeugung von Röntgenstrahlen

Zur Erzeugung von Röntgenstrahlen benutzt man eine Elektronenröhre, in der die Elektronen mit hohen Geschwindigkeiten auf eine massive Anode treffen. Die Anode besteht aus einem Metall mit hoher Atommasse, z. B. Wolfram, Kupfer oder, wie hier, aus Molybdän, siehe Abbildung (1).

1.1.1 Das Bremsspektrum

Die Elektronen werden beim Durchgang durch den Festkörper abgebremst, wobei sie ihre gesamte Energie oder einen wesentlichen Teil verlieren. Diese Energie wird unmittelbar in elektromagnetische Strahlung verwandelt. Abbildung (2) zeigt die Intensitätsverteilung I_{λ} der Röntgenbremsstrahlung in Abhängigkeit von der Wellenlänge für verschiedene Beschleunigungsspannungen U. Sie zeigt, dass es sich um ein kontinuierliches Spektrum ähnlich dem des weißen Lichtes handelt. Genau genommen ist I_{λ} die sogenannte spektrale Intensitätsdichte (Intensität je pm). $I_{\lambda} d\lambda$ ist dann die gemessene Intensität im apparativ vorgegebenen Intervall $d\lambda$. Außerdem zeigt die Abbildung (2), dass das Spektrum auf der kurzwelligen Seite eine



Abbildung 2: Röntgenbremsstrahlung als Funktion der Beschleunigungsspannung.

scharfe Grenze aufweist. An dieser wird die gesamte Energie eines Elektrons zur Erzeugung eines Photons aufgewandt. Es gilt dann:

$$e \cdot U = h \cdot v_{\rm gr} \tag{1}$$

Daraus berechnet sich die Grenzwellenlänge zu:

$$\lambda_{\rm gr} = \frac{c \cdot h}{e \cdot U} = \frac{1239.8}{U} \,\mathrm{pm} \quad (U \,\mathrm{in} \,\mathrm{kV}) \tag{2}$$

Elektronenladung *e* :

U:

Grenzfrequenz $\lambda_{
m gr}$ Grenzwellenlänge

Beschleunigungsspannung Plancksches Wirkungsquantum h:

1.1.2 Das charakteristische Spektrum

Die Elektronen können ihre Energie auch abgeben, indem sie einzelne Atome des Anodenmaterials ionisieren, wenn ihre Energie ausreicht, um Elektronen aus inneren Schalen (z. B. K-, L-, M-Schale) zu entfernen. Bei den folgenden Übergängen, bei denen die entstandenen Löcher wieder durch Elektronen aufgefüllt werden, entsteht Röntgenstrahlung, siehe Abbildung (3).



Abbildung 3: Charakteristische Röntgenübergänge.

Die Energie der Quanten hängt vom Anodenmaterial sowie von der Art des Übergangs ab. Sie kann

nach dem **Moseleyschen Gesetz** berechnet werden, z. B. ergibt sich für den Übergang zur K-Schale $(n_1 = 1)$ für die Frequenz der Röntgenstrahlung

$$v = R(Z - \alpha)^{2} \left(1 - \frac{1}{n_{2}^{2}} \right)$$
(3)

- R : Rydberg-Frequenz
- Z : Ordnungszahl des Elements
- α : Berücksichtigt die Abschirmung der Kernladung durch die verbleibende Elektronenhülle. In diesem Falle ist $\alpha = 1$.

Das charakteristische Spektrum ist also ein Linienspektrum, welches dem Bremsspektrum überlagert ist.

1.2 Interferenz von Röntgenstrahlen

Treffen Röntgenstrahlen unter einem Winkel ϑ auf eine Schar von Netzebenen mit dem Abstand *d*, Abbildung (4), so werden sie beim Eindringen in den Kristall an jeder Netzebene teilweise reflektiert. Damit die reflektierten Teilstrahlen sich verstärken, muss der Gangunterschied $\Delta = \Delta_1 + \Delta_2$ zwischen benachbarten Teilstrahlen $m \cdot \lambda$, m = 1, 2, 3, ... betragen. Das ist



Abbildung 4: Schema zur Bragg-Reflexion.

erfüllt für die Braggsche Reflexionsedingung

$$m \cdot \lambda = 2 d \sin \theta \,. \tag{4}$$

1.3 Absorption von Röntgenstrahlen

Beim Durchtritt der Röntgenstrahlung durch eine Metallfolie (hier wird Zirkon verwendet) ergibt sich für die transmittierte Intensität I_{tr} das Lambertsche Gesetz

$$I_{\rm tr} = I_0 e^{-\mu d} , (5)$$

wobei I_0 die auf die Folie auftreffende Intensität ist, μ der Schwächungskoeffizient und d die Foliendicke. Der Schwächung, d. h. der Größe μ liegt Streuung und Absorption zugrunde. Von besonderem physikalischem Interesse¹ ist nun der spektrale Verlauf von μ , also die Funktion $\mu(\lambda)$.

¹ Dies ist das Reich der Röntgenabsorptionsspektroskopie (XAS), mit vielen Feinheiten, z. B. der XAFS-Spektroskopie.

Üblicherweise findet man Diagramme vom sogenannten Massenschwächungkoeffizienten μ/ρ , wobei ρ die Dichte des Absorbermaterials ist. Dies ist in Abbildung (5) für das Beispiel Molybdän dargestellt. Die Sprünge sind die K-, L-, M-Kanten (siehe **Demtröder**).

In dem im vorhandenen Gerät zugänglichen Wellenlängen- bzw. Energiebereich kann nur die K-Kante von Zirkon beobachtet werden.



Abbildung 5: Massenschwächungskoeffizient für Molybdän. Bei 20 keV liegt die K-Kante.

Ab dem entsprechenden $\lambda_{\rm K}$, d. h. für $\lambda < \lambda_{\rm K}$ kann aus der K-Schale von Zirkon ins Kontinuum ionisiert werden. μ steigt an dieser Stelle steil an. Sie können also Ihren Messwert mit dem Literaturwert für die K-Kante von Zirkon ($E_{\rm K} = 18$ keV) vergleichen.

Um den Verlauf $\mu(\lambda)$ zu erkennen, müssen Sie einmal mit und einmal ohne Zirkon-Folie unter ansonsten gleichen Bedingungen $I(\lambda)$ messen. Dann bildet man $-\ln\left(\frac{I_{\text{mit}}}{I_{\text{ohne}}}\right)$ mit "Python",

"SCILAB" oder "MATLAB". Es ist erstaunlich, dass bei dieser Operation die charakteristischen Linien "herausdividiert" werden und im Ergebnis $d \cdot \mu(\lambda)$ nicht mehr zu erkennen sind.

2 Aufgaben und Hinweise

Alle Messungen der Spektren mit Bragg-Reflexion werden mit der Molybdän-Röhre durchgeführt.

Die Literaturwerte für die wichtigsten, hier messbaren charakteristischen Linien lauten: $K_{\alpha 1} = 17,48 \text{ keV}$, $K_{\alpha 2} = 17,37 \text{ keV}$ und $K_{\beta} = 19,61 \text{ keV}$.

Als Bragg-Kristall dient LiF (100) mit einem Netzebenenabstand von 201,4 pm.

Die K-Kante von Zirkon liegt bei 18 keV.

2.1 Vorüberlegung

Röntgenlicht der Wellenlänge λ erscheint nach der Bragg-Gleichung (4) in 1. Ordnung unter dem Winkel $\sin \vartheta_1 = \frac{\lambda}{2d}$. Licht der gleichen Wellenlänge taucht für höhere Ordnungen *m* unter den Winkeln $\sin \vartheta_m = \frac{m\lambda}{2d}$ im Spektrum auf. Entwickeln Sie daraus die Beziehung $\vartheta_m = f(\vartheta_1)$, die Sie für die Interpretation der zu messenden Spektren benötigen.

2.2 Vorbereitendes

Das Röntgengerät muss zunächst über die Tasten am Gerät selbst bedient werden, erst danach kann die Software "Measure.exe" auf dem angeschlossenen Laptop für die Messungen benutzt werden. Achten Sie darauf, dass der Kollimator mit 1 mm Durchmesser am Strahlaustritt der Röhre eingesetzt wurde (ggf. Versuchsbetreuer*in informieren). Außerdem sollte der Universal-Kristallhalter mit dem großen LiF-Kristall eingesetzt sein, siehe Abbildung (7).



Abbildung 6: Winkel von Kristall und Detektorarm im Verhältnis 1:2.



Abbildung 7: Links das Kollimatorrohr, auf der Drehachse der Universalkristallhalter mit Kristall. Links unten der Reiter für den Halter mit Zirkon-Folie (Abschnitt 2.5).

2.2.1 Härtung der Röntgenröhre

Röntgenröhren werden geschont, indem man sie nach längeren Betriebspausen zunächst für eine gewisse Zeitspanne mit kleinerer Leistung betreibt. Daher soll zunächst eine Betriebsspannung von

25 kV bei 0,75 mA Röhrenstrom vorgewählt werden. Außerdem soll der Detektor (Zählrohr) zu dessen Schonung aus der Richtung des primären Strahls (Horizontale) herausgeschwenkt werden. Nach dem Einschalten des Röntgengeräts wird der Detektorarm automatisch auf den Winkel 0° gedreht.

Schalten Sie das Gerät mittels Netzschalter an der der Geräterückseite ein und warten Sie den Bootvorgang ab. Nun muss die Tür durch Schieben nach rechts geöffnet und danach wieder geschlossen werden. Erst dadurch wird die elektrische Verriegelung aktiv, die linke LED beim zugehörigen Bedienfeld leuchtet, siehe Abbildung (8) oben. Drücken Sie auf dieses Feld und die Tür wird verriegelt. Nun leuchtet



am Gerät das Röntgen-Warnsymbol, die Röhre ist jedoch noch nicht in Abbildung 8: Bedienfeld des Röntgengerätes. Betrieb, was man an dem dazugehörenden Bedienfeld erkennt (linke LED leuchtet), siehe

Betrieb, was man an dem dazugehörenden Bedienfeld erkennt (linke LED leuchtet), siehe Abbildung (8) unten.

Nun wird über das Menü und den Punkt "X-Ray Parameter" eine Röhrenspannung von 25 kV und ein Strom von 0,75 mA eingestellt.



Abbildung 9: Display des Röntgengerätes.

Danach soll das Goniometer so verstellt werden, dass der Detektorarm unter 5° steht. Dazu betätigen Sie **ohne** Menü-Aufruf die Auf- /Ab-Tasten, siehe Abbildung (9). Die Winkel von Detektor und Kristall werden angezeigt. Mit der Taste ekann zwischen "Bewegung von Detektor alleine", "Bewegung von Kristall alleine" und "2:1-gekoppelter Bewegung" umgeschaltet werden.

Nun kann die Röntgenröhre am Taster des entsprechenden Bedienfeldes eingeschaltet werden. Lassen Sie die Röhre für 5 Minuten in Betrieb, um die "Härtung" der Röhre zu bewerkstelligen. Dann schalten Sie die Röhre aus.

2.3 Messung eines Bragg-Spektrums bis zur 4. Ordnung

Das Röntgengerät wird über eine USB-Verbindung durch den PC mit dem Programm "Measure.exe" eingestellt. Auch die Messungen werden damit durchgeführt.

Starten Sie "Measure.exe". Nach einiger Zeit erscheint das folgende Fenster, siehe Abbildung (10), wobei die Unterfenster im rechten Teil anders angeordnet sein werden. Als Detektorwinkel sollte 5° von der vorausgegangenen Härtungsprozedur angezeigt werden.



Abbildung 10: Menüfenster der Bedien-Software des Röntgengerätes.

Klicken Sie als erstes im linken Bild, welches das Gerät zeigt, auf die Röntgenröhre. Es erscheint ein Einstellfenster für Röhrenspannung und -strom. Stellen Sie 35 kV und 1 mA ein.

Nun folgt die Goniometereinstellung. Dazu klicken Sie im Gerätebild auf das Goniometer. Im erscheinenden Einstellfenster wählen Sie "Kristall LiF", "1:2-Kopplung", vergleiche Abbildung (6), "Startwinkel" 3°, "Stoppwinkel" 50°, "Schrittweite" 0,1°, "Integrationszeit" 2 s. Dies sind Einstellungen, welche die Beobachtung der charakteristischen Linien bis zur 4. Ordnung erlauben.

Danach starten Sie eine "Messung" durch Klick auf den roten Punkt unterhalb des Menüeintrags "Experiment". Dieser Klick schaltet auch die Röntgenröhre ein.

Nach Ende der Messung bestätigen Sie "Alle Messungen an Measure übertragen". In "Measure" <u>können</u> Sie die Ordinate logarithmisch einstellen, wodurch Sie die höheren Ordnungen besser erkennen können. Dazu machen Sie einen Rechts-Klick auf das Diagramm, dann auf "Darstellungsoptionen", dann stellen Sie "Achsenskalierung" auf "logarithmisch".

Danach sollen Sie die Daten in Textdateien exportieren, damit Sie später z. B. die Winkel in

Energien umrechnen können (Menü "Messung", "Messwerte exportieren", Dateinamen mit der Extension *.txt eingeben). Die Daten werden nicht logarithmiert gespeichert.

Auswertung: Geben Sie die beobachtete Grenzwellenlänge an und vergleichen Sie diese mit der Röhrenspannung.

Wo beginnt das Bremsspektrum in 2. Ordnung, wo ist also λ_{Gr} in 2. Ordnung?

Berechnen Sie die Energien der K_{α} - und K_{β} -Linie (auch für höhere Ordnungen) und vergleichen Sie mit Literaturdaten.

2.4 Erkennen der Feinstrukur der Molybdän-K_α-Linie

Um $K_{\alpha 1} = 17,48$ keV und $K_{\alpha 2} = 17,37$ keV von Molybdän ansatzweise trennen zu können, muss die 4. Ordnung verwendet werden. Da die Intensität in diesem Bereich gering ist, muss mit hohen Integrationszeiten gearbeitet werden, mindestens mit 30 s, besser mit 60 s. Daher beschränken Sie sich auf den Winkelbereich 44° bis 46° (Schritte unverändert 0,1°). Lassen Sie dabei die Röhrenparameter unverändert bei 35 kV, 1 mA.

Übertragung Sie die Ergebnisse an "Measure,exe" und exportieren Sie die Daten für die weitere Auswertung wie oben. Zeichnen Sie die mit den Literaturwerten berechneten Linienpositionen in das Messdiagramm ein.

2.5 Messung der K-Absorption von Zirkon

Messen Sie im Folgenden das Molybdän-Spektrum in einem Winkelbereich, der bei demjenigen Winkel zentriert ist, welcher der Energie der K-Kante von Zirkon entspricht. Der Anfang des Bereichs soll ungefähr der Grenzwellenlänge entsprechen.

Messen Sie mit einer Integrationszeit von 3 bis 5 s einmal ohne und einmal mit einer Zirkonfolie als Absorber. Die Folie ist in einem Halter eingeklemmt, der in den Reiter hinter dem Strahlaustritt eingesetzt wird, siehe Abbildung (7). Beide Messungen müssen natürlich unter ansonsten völlig gleichen Bedingungen vorgenommen werden.

Die Messwerte sind zu verarbeiten, wie in Abschnitt 1.3 beschrieben; zeigen Sie also $d \cdot \mu(\lambda)$.

Geben Sie die gemessene Energie der K-Kante von Zirkon an und vergleichen Sie mit dem entsprechenden Literaturwert.

2.6 Variation der Röhrenspannung zur Bestimmung des Wirkungsquantums

Messen Sie über einen Winkelbereich beginnend etwas unterhalb von \mathscr{G}_{Gr} , d. h. λ_{Gr} , bis etwas oberhalb der K_{α} -Linie für verschiedene Röhrenspannungen U, 35, 30, 28, 26, dann in 1 kV-Schritten bis 20 kV (warum diese Wahl der Schritte?). Bei niedrigen Energien ist es sinnvoll, die Integrationszeit auf bis zu 10 s zu erhöhen.

Werten Sie jeweils den Beginn des kontinuierlichen Spektrums und somit ϑ_{Gr} aus. Mit den Wertepaaren ϑ_{Gr} , U führen Sie eine grafische Bestimmung von h mit Hilfe der Gleichungen (1), (2) und (4) durch. Dazu entwickeln Sie zunächst den Zusammenhang $\sin \vartheta_{Gr} = f(U)$, natürlich ohne den Zahlenwert von h zu verwenden. Vergleichen Sie mit dem Literaturwert, den Sie oben zur Energiebestimmung schon verwendet haben.

Zeigen Sie, ob die charakteristischen Linien tatsächlich an gleicher Stelle bleiben, indem Sie deren Winkelpositionen gegen die Röhrenspannung auftragen. Warum verschwindet die K_{α} -Linie plötzlich bei U = 20 kV?

2.7 Bestimmung der Gitterkonstanten eines Kristalls

Führen Sie diese Messung mit einem NaCl-Kristall bei geeigneter Geräteeinstellung durch. Dazu vorsichtig (!) den Kristall wechseln. Die Halterung ist so einfach aufgebaut, dass sie durch bloßes Anschauen die Montagetechnik erkennen sollten.

Versuchen Sie, das charakteristische Spektrum in möglichst vielen Ordnungen zu messen. Verwenden Sie für die Berechnung der Gitterkonstanten die im Abschnitt 2.3 ermittelten Wellenlängen für K_{α} und K_{β} .