

## Röntgenbeugung

In dieser Versuchsreihe werden Grundlagen der Röntgenbeugung erarbeitet. Hierzu werden mit einer Röntgenapparatur die Eigenschaften der Röntgenstrahlung und ihr Absorptionsverhalten in Materie untersucht sowie strukturelle Eigenschaften und Parameter von Einkristallen und Kristallpulvern durch Röntgenbeugungsverfahren bestimmt<sup>1</sup>. Röntgenbeugungsmethoden spielen heute mehr denn je eine zentrale Rolle in Forschung und Technik. Die Vergabe von Nobelpreisen in Physik und Chemie ist mit dieser Methode aktuell und in der Vergangenheit eng verbunden und unterstreicht die Bedeutung der Röntgenbeugung ebenso wie die Realisierung des Großprojekts „Röntgenlaser“ bei DESY und der damit verbundene Ausblick in eine neue Ära der Physik und Chemie.

### I. Erforderliche Kenntnisse

#### **Experimentelle Grundlagen<sup>2</sup>:**

Erzeugung und Nachweis von Röntgenstrahlung:

- Funktionsweise einer Röntgenröhre und Erzeugung von Röntgenstrahlung
- Funktionsweise von Zählrohren

#### **Theoretische Grundlagen<sup>3</sup>:**

- Kristalldefinition
- Miller'sche Indizes
- Wechselwirkung von Röntgenstrahlung mit Materie
- Beugung, Braggsches Gesetz, Lauebedingung
- Intensitätsgesetze der Röntgeninterferenz (Strukturfaktor, Atomfaktor, Auslöschungsregeln, Absorptionsfaktor)
- Ewaldkonstruktion und Reziprokes Gitter

### II. Literatur

- L.H. Schwartz and J.B. Cohen, Diffraction from Materials, 2nd Edition, Springer, 1987 <sup>2</sup>
- W. Kleber, Einführung in die Kristallographie, Oldenbourg, 1998 <sup>2</sup>
- T. Hahn, Internat. Tab. for Cryst., Volume A, D. Reidel Publishing Comp., 1987
- C. Giacovazzo, Fundamentals of Crystallography, Oxford Science Pub.2002
- J. Als-Nielsen, Elements of Modern X-ray Physics, Wiley, 2001 <sup>2</sup>
- L. Azaroff, Elements of X-ray Crystallography, McGraw-Hill, 1968
- C. Kittel: Einführung in die Festkörperphysik, Oldenbourg Verlag (2006) <sup>2</sup>
- Web site for this experiment:  
<http://www.itap.physik.uni-stuttgart.de/lehre/vorlesungen/praktikum/>

<sup>1</sup> Basierend auf den Experimenten zu den Praktikumsapparaturen aus den LD Didactic Handblättern Physik, Hürth

<sup>2</sup> Literatur zu diesen Themen bekommen Sie auf Wunsch bei Ihrem Betreuer.

<sup>3</sup> Siehe hierzu auch: <http://www.itap.physik.uni-stuttgart.de/lehre/vorlesungen/praktikum/>

### III. Versuchsziele und experimentelle Aufgaben<sup>4</sup>

- 1. Nachweis von Röntgenstrahlung und Messung der Strahlungsintensität mit einem Geigerzähler**
  - a. Bestimmen Sie die Abhängigkeit der Zählrate  $N$  vom Emissionsstrom  $I$ .
  - b. Ermitteln Sie die Abhängigkeit der Zählrate  $N$  von der Röhren-Hochspannung  $U$ .
  - c. Abschätzung der „Totzeit“ des Zählrohrs.
  
- 2. Bragg-Reflexion: Bestimmung der Gitterkonstanten von Einkristallen**
  - a. Messung des Beugungsspektrums eines LiF-Einkristalls.
  - b. Messung des Beugungsspektrums eines NaCl-Einkristalls.
  
- 3. Bestätigung des Duane-Huntschen Verschiebungsgesetzes und Bestimmung des Planckschen Wirkungsquantums**

Bestimmung der Grenzwellenlänge  $\lambda_{\min}$  in Abhängigkeit von der Röhren-Hochspannung  $U$ .
  
- 4. Kantenabsorption: Filterung von Röntgenstrahlung**

Messung des Beugungsspektrums eines NaCl-Kristalls mit den charakteristischen Linien der Mo-Anode im Wellenlängenbereich zwischen 40 und 80 pm ( $U = 30$  kV).

  - a. Ohne Zr-Filter
  - b. Mit Zr-Filter
  
- 5. Untersuchung der Schwächung von Röntgenstrahlung in Abhängigkeit von Absorbermaterial und Absorberdicke**
  - a. Messung der Schwächung in Abhängigkeit von der Absorberdicke:
    - i. Ohne Zr-Filter
    - ii. Mit Zr-Filter
  - b. Messung der Schwächung in Abhängigkeit vom Absorbermaterial:
    - i. Ohne Zr-Filter
    - ii. Mit Zr-Filter
    - iii. Messung des Nulleffekts
  
- 6. Debye-Scherrer-Scan: Bestimmung der Netzebenenabstände und Gitterkonstanten von polykristallinen Pulverproben**
  - a. Für NaCl
  - b. Für KCl
  
- 7. Laue-Aufnahme: Untersuchung der Symmetrie und Gitterstruktur kristalliner Stoffe**
  - a. Für NaCl
  - b. Für LiF

---

<sup>4</sup> Bringen Sie bitte einen USB-Stick zum Abspeichern Ihrer Messergebnisse mit.

## IV. Sicherheitshinweise zur Durchführung der Versuche

An dem Versuch kann nur teilnehmen, wer an der entsprechenden Strahlenschutzbelehrung in diesem Semester teilgenommen hat.

Das Röntgengerät erfüllt die Vorschriften über die Bauart einer Schulröntgeneinrichtung und eines Vollschutzgeräts und ist als Schulröntgengerät und Vollschutzgerät bauartzugelassen.

Durch die werksseitig eingebauten Schutz- und Abschirmvorrichtungen ist die Dosisleistung außerhalb des Röntgengeräts auf unter 1 mSv/h reduziert, einen Wert, der in der Größenordnung der natürlichen Strahlenbelastung liegt.

- Vor der Inbetriebnahme das Röntgengerät auf Unversehrtheit überprüfen (siehe Gebrauchsanweisung zum Röntgengerät – liegt am Gerät).
- Röntgengerät vor dem Zugriff Unbefugter schützen.

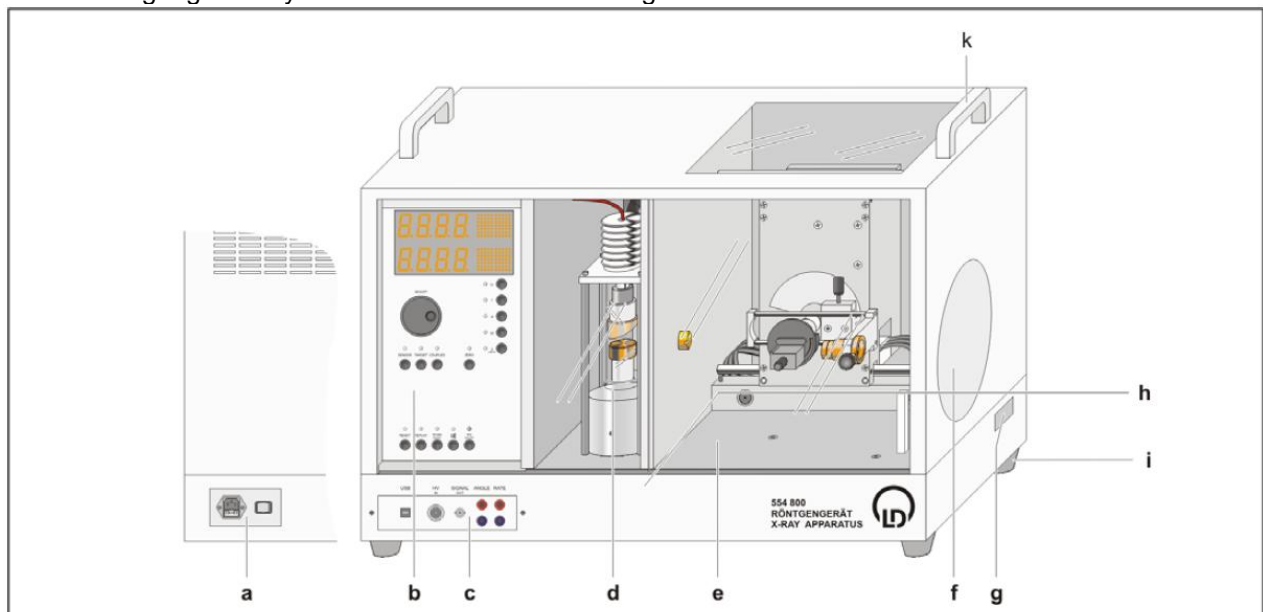
Eine Überhitzung der Anode in der Röntgenröhre Mo ist zu vermeiden.

- Bei Einschalten des Röntgengeräts überprüfen, ob sich der Lüfter im Röhrenraum dreht.

Das Goniometer wird ausschließlich über elektrische Schrittmotoren verstellt.

- Target- und Sensorarm des Goniometers nicht blockieren und nicht mit Gewalt verstellen.

Skizze Röntgengerät Leybold 554 800: Geräteanleitung auf der Webseite zum Versuch



- |                     |                                              |                |                   |
|---------------------|----------------------------------------------|----------------|-------------------|
| a Netzanschlussfeld | d Röhrenraum<br>(mit Röntgenröhre)           | f Leuchtschirm | i Füße            |
| b Bedienfeld        | e Experimentierraum<br>(hier mit Goniometer) | g Leerkanal    | k Transportgriffe |
| c Anschlussfeld     |                                              | h Verriegelung |                   |

## V. Vorbereitung und Zulassung zum Versuch

Vor der Durchführung des Versuchs wird erwartet und abgeprüft, ob

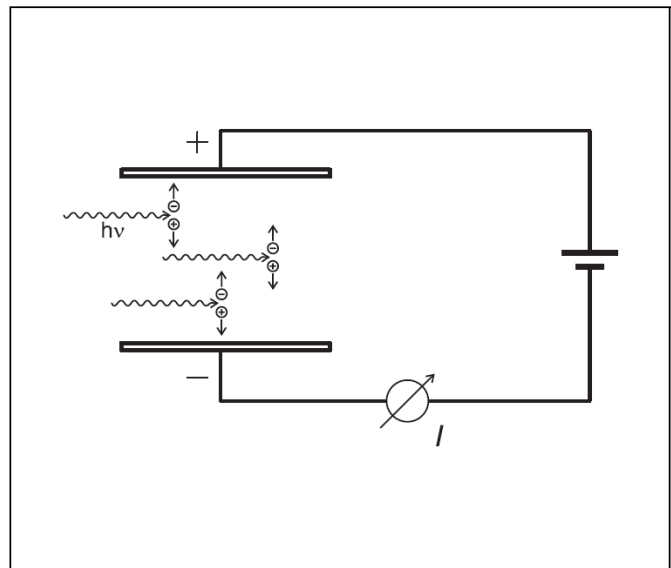
- Sie die zur Durchführung des Versuchs unter Punkt I. genannten theoretischen und experimentellen Grundlagen erfasst haben,
- Sie sich einen Überblick über die durchzuführenden Versuche und die prinzipielle Funktionsweise des Röntgenapparats verschafft haben und
- Ihnen die notwendigen Grundlagen des Strahlenschutzes nach der Röntgenverordnung § 36 RÖV bekannt sind.

## VI. Versuchsdurchführung 1-7

### VI.1. Nachweis von Röntgenstrahlung und Messung der Strahlungsintensität mit einem Geigerzähler

- Bestimmen Sie die Abhängigkeit der Zählrate  $N$  vom Emissionsstrom  $I$ .
- Ermitteln Sie die Abhängigkeit der Zählrate  $N$  von der Röhren-Hochspannung  $U$ .
- Abschätzung der „Totzeit“ des Zählrohrs.

Der Nachweis der Röntgenstrahlung ergibt sich aus ihren Eigenschaften. So wird z. B. Filmmaterial durch Röntgenstrahlung geschwärzt, Luft und andere Gase werden elektrisch leitend, an Metalloberflächen beobachtet man den Fotoeffekt, und einige sog. Leuchtstoffe zeigen Lumineszenzerscheinungen. Ursache dieser Erscheinungen ist die Ionisierung von Atomen oder Molekülen in der durchstrahlten Materie. Die ionisierende Wirkung macht man sich zum quantitativen



Nachweis der Röntgenstrahlung zunutze, indem man z. B. den Ionisationsstrom in einem mit Luft oder einem anderen gasgefüllten Plattenkondensator misst. Diese Anordnung wird wegen ihres räumlichen Aufbaus und ihrer Funktion auch als Ionisationskammer bezeichnet. In Abhängigkeit von der am Plattenkondensator angelegten Spannung zeigt die Ionisationskammer unterschiedliches Verhalten, wenn ionisierende Strahlung in sie eintritt. Lesen Sie in der Literatur zum Versuch über die Betriebsarten von Ionisationskammern, insbesondere über die Funktionsweise des Geiger-Müller-Zählers.

#### **Aufbau**

Der Versuchsaufbau ist in Fig. 1.1 dargestellt.

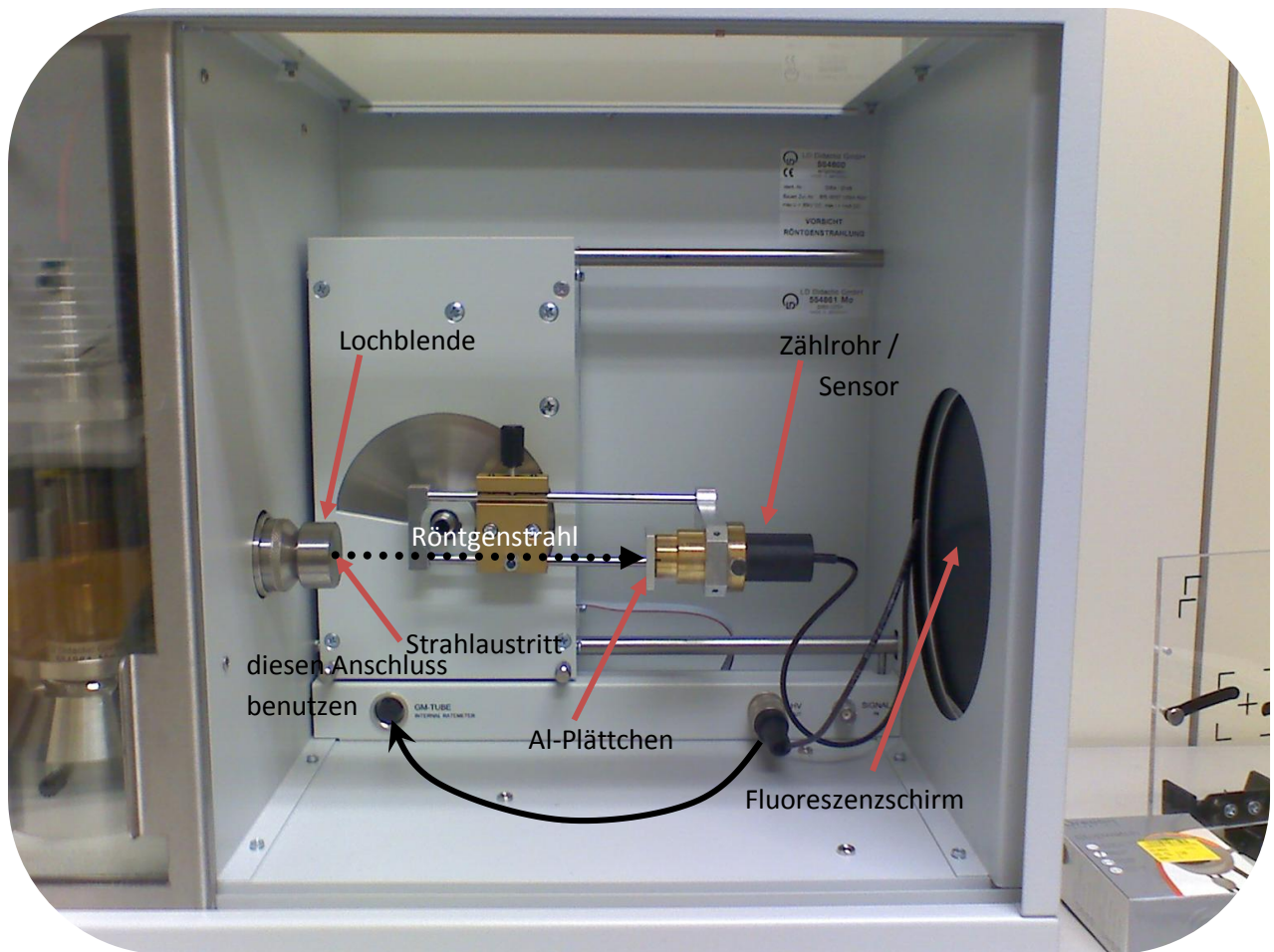


Fig. 1.1: Versuchsaufbau zum Nachweis und den Eigenschaften der Röntgenstrahlung mit einem Zählrohr

## Experimente und Messungen

### Beachten Sie bitte die Übersichtsposter zur Gerätebedienung!

- Machen Sie sich zunächst mit der Steuerung des Röntgeneräts vertraut. Eine kurze Anleitung finden Sie über dem Gerät an der Wand.
- Schalten Sie das Gerät und den Rechner ein.
- Fahren Sie „Target“ und „Sensor“ in die Nullposition. Dies können Sie einfach mit dem Schalter „Zero“ vornehmen.
- Entfernen Sie, falls montiert, den Targethalter und –tisch vom Goniometer.
- Befestigen Sie das Al-Plättchen mit Tesafilm vor dem Detektor und die Lochblende vor dem Strahlenaustrittsschlitz – siehe Fig. 1.1.

#### a. Zählrate $N$ in Abhängigkeit vom Emissionsstrom $I$ :

- Stellen Sie die Röhrenhochspannung auf 32 kV ein.
- Stellen Sie  $\Delta t = 60$  s und  $\Delta\beta = 0$  (Belichtungsmodus) ein.
- Messen Sie nun jeweils für  $\Delta t = 60$  s die in das Zählrohr einfallenden Röntgenquanten für sinnvolle Werte des Emissionsstroms  $I$  zwischen 0 und 1 mA.

- Drücken Sie die Taste „Scan“ nachdem Sie die gewünschte Messdauer  $\Delta t$ ,  $\Delta \beta$ , die Hochspannung  $U$  und den Emissionsstrom  $I$  eingestellt haben.
- Nach Ablauf von  $\Delta t$  schaltet sich die Röntgenröhre ab. Drücken Sie nun die Taste „Replay“, um die gemittelte Zählrate in Counts/s anzeigen zu lassen.

**b. Ermitteln Sie die Abhängigkeit der Zählrate  $N$  von der Röhren-Hochspannung  $U$ :**

- Steigern Sie die Hochspannung  $U$  in zweckmäßigen Schrittweiten bei einem konstanten Emissionsstrom von 1.0 mA.
- Ermitteln Sie die Zählraten für die jeweilige Strahlungsintensität wie in Versuch a.

**c. Abschätzung der „Totzeit“ des Zählrohrs:**

- Röhren-Hochspannung  $U$  auf 26 kV einstellen.
- Al-Blech vor dem Detektor entfernen.
- Lochblende entfernen.
- Bestimmen Sie die Zählrate  $N$  für  $I = 0$  mA bis 0.09 mA mit  $\Delta I = 0.01$  mA,  $\Delta t = 15$  s.
- Bestimmen Sie die Zählrate  $N$  für  $I = 0.1$  mA bis 0.18 mA mit  $\Delta I = 0.02$  mA,  $\Delta t = 15$  s.
- Bestimmen Sie die Zählrate  $N$  für  $I = 0.2$  mA bis 1.0 mA mit  $\Delta I = 0.1$  mA,  $\Delta t = 15$  s.

## VI.2. Bragg-Reflexion: Bestimmung der Gitterkonstanten von Einkristallen

- Messung des Beugungsspektrums eines LiF-Einkristalls.
- Messung des Beugungsspektrums eines NaCl-Einkristalls.

Tabelle 1: Wellenlängen der charakteristischen Röntgenstrahlung des Molybdän

Linie	$\lambda$ / pm
$K_{\alpha}$	71.08
$K_{\beta}$	63.09

Zum Nachweis der Röntgenstrahlen dient in diesem Versuch ein Geiger-Müller-Zählrohr, das zusammen mit dem Kristall gegenüber dem einfallenden Röntgenstrahl in  $2\theta$ -Kopplung geschwenkt wird, d. h., das Zählrohr wird jeweils um einen doppelt so großen Winkel geschwenkt wie der Kristall (vgl. Fig. 2.1). Der Nullpunkt  $\theta = 0^\circ$  ist dadurch ausgezeichnet, dass Netzebenen und Zählrohrachse parallel zum einfallenden Röntgenstrahl ausgerichtet sind. Da die Netzebenen i.a. nicht exakt parallel zur Oberfläche des Kristalls liegen, muss die Nullpunktkalibrierung für jeden Kristall individuell vorgenommen werden.

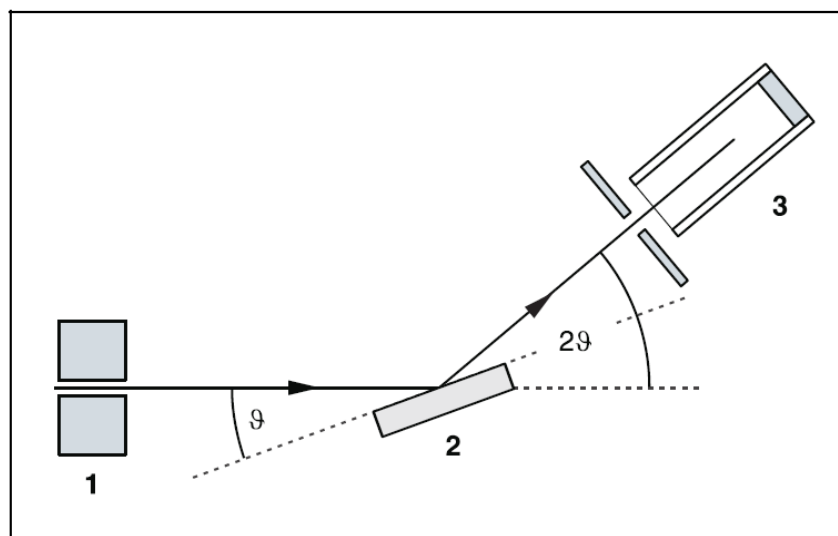


Fig. 2.1: Prinzipskizze zur Beugung von Röntgenstrahlen an einem Einkristall und zur  $2\theta$ -Kopplung zwischen Zählrohrwinkel und Streuwinkel (Glanzwinkel) 1 Kollimator, 2 Einkristall, 3 Zählrohr

### Aufbau der *Braggschen* Anordnung:

Einige wichtige Details zum Versuchsaufbau sind in Fig. 2.2 dargestellt. Im Einzelnen sind folgende Schritte erforderlich (siehe auch Gebrauchsanweisung zum Röntgengerät):

- Kollimator in die Kollimatoraufnahme (**a**) einbauen (Führungsnut beachten).
- Goniometer so an den Führungsstangen (**d**) befestigen, so dass der Abstand  $s_1$  zwischen der Spaltblende des Kollimators und dem Targetarm ca. 5 cm beträgt. Flachbandkabel (**c**) für die Goniometersteuerung aufstecken.

- Schutzkappe des Fensterzählrohrs entfernen, Fensterzählrohr in die Sensoraufnahme (**e**) einsetzen und Zählrohrkabel an die Buchse GM-Tube anschließen.
- Durch Verschieben des Sensorhalters (**b**) den Abstand  $s_2$  zwischen dem Targetarm und der Spaltblende der Sensoraufnahme auf ca. 6 cm einstellen.
- Targethalter mit Targettisch (**f**) einbauen.
- Target- und Sensorarm manuell mit dem Dreheinsteller Adjust waagrecht ausrichten und durch gleichzeitiges Drücken der Taster TARGET, COUPLED und  $\beta$  LIMITS die Stellung von Target und Sensor als „messtechnische Nullposition“ speichern (siehe Gebrauchsanweisung zum Röntgengerät).

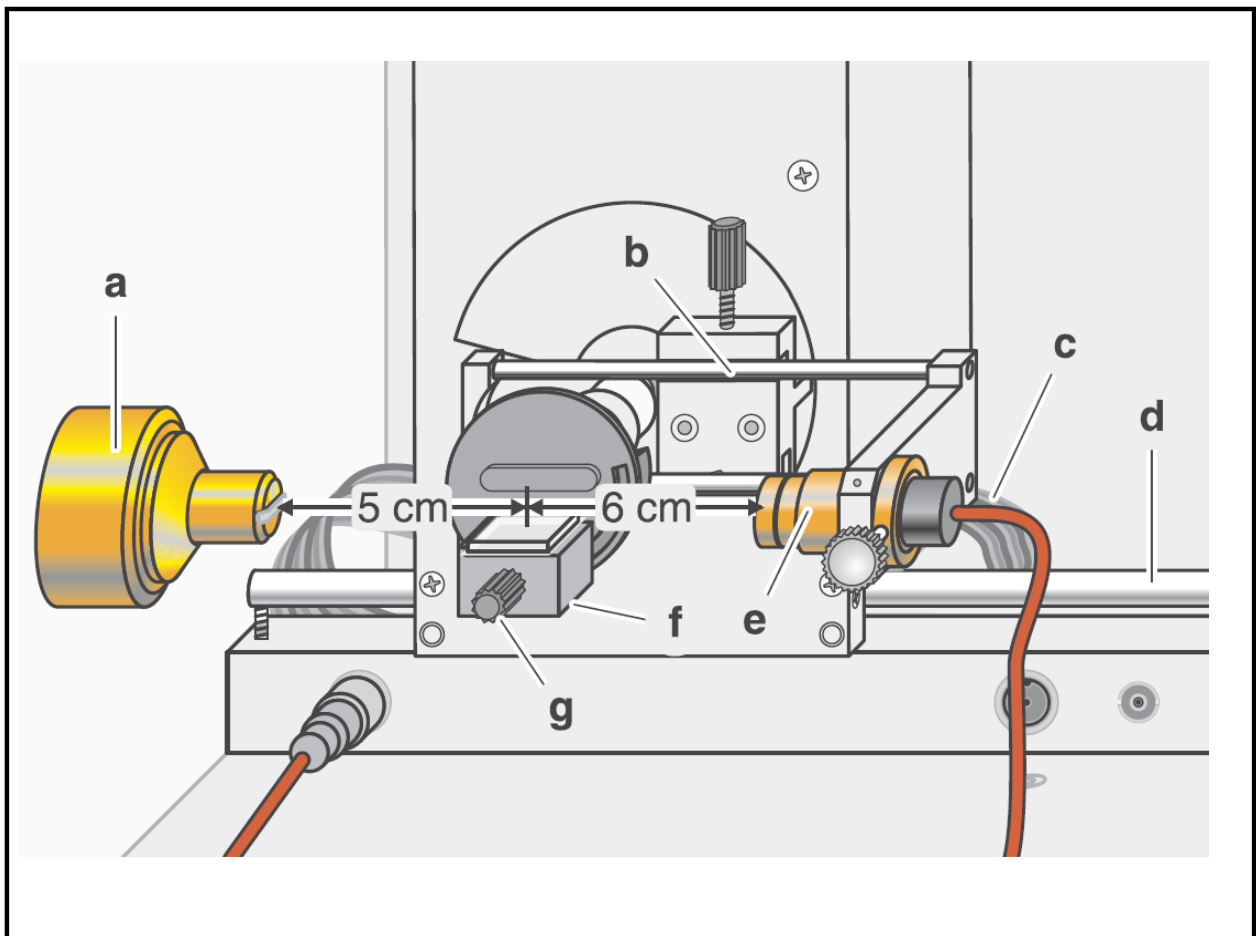


Fig. 2.2 Versuchsaufbau in Bragg'scher Anordnung

## Experimente und Messung

### Hinweise:

NaCl- und LiF-Kristalle sind hygroskopisch und zerbrechlich. Mechanische Belastungen auf den Kristall möglichst vermeiden, nur die Stirnseiten des Kristalls anfassen. Falls die Zählrate bei den Messungen zu gering ist, kann der Abstand  $s_2$  zwischen Target und Sensor etwas verkleinert werden. Der Abstand sollte allerdings nicht zu klein sein, da sonst die Winkelaufösung des Goniometers nicht mehr zur Trennung der charakteristischen Linien  $K_\alpha$  und  $K_\beta$  ausreicht.

### **a. Messung des Beugungsspektrums eines LiF-Einkristalls**

- Rändelschraube (**g**) lösen, LiF-Kristall flach auf den Targettisch legen, Targettisch mit Kristall vorsichtig bis zum Anschlag anheben und Rändelschraube gefühlvoll anziehen (dabei mögliches Verkanten durch leichtes Anpressen vermeiden).
- Wählen Sie eine geeignete Röhren-Hochspannung U und den Emissionsstrom I.

#### **Bestimmung der messtechnischen Nullposition:**

- Berechnen Sie den Beugungswinkel für den 200-Reflex des LiF und stellen Sie im Scanmodus „Coupled“ den entsprechenden Winkel mit dem Dreheinsteller Adjust ein.
- Röhren-Hochspannung mit Taster HV on/off einschalten.
- Targetposition unverändert lassen und im Scan-Modus „Sensor“ von Hand das Maximum der Zählrate für das erste Reflexionsmaximum der  $K_{\alpha}$ -Linie suchen.
- Sensor unverändert in der Position maximaler Zählrate lassen und im Scan-Modus „Target“ von Hand das Maximum der Zählrate suchen.
- Abwechselnd in den Scan-Modi „Sensor“ und „Target“ überprüfen, ob das Maximum der Zählrate gefunden wurde.
- Im Scan-Modus „Coupled“ das Target nun um den berechneten Beugungswinkel Winkel für LiF (200) zurückdrehen.
- Durch gleichzeitiges Drücken der Taster TARGET, COUPLED und  $\beta$  LIMITS die Stellung von Target und Sensor als „messtechnische Nullposition“ speichern“.

#### **Aufzeichnung des Beugungsspektrums:**

- Programm „Röntgengerät“ starten, korrekten Anschluss des Röntgengeräts überprüfen und ggf. vorhandene Messdaten mit der Taste F4 löschen.
- Wählen Sie geeignete Einstellungen für die Messzeit pro Winkelschritt  $\Delta t$  und Winkelschrittweite  $\Delta\beta$ .
- Taster COUPLED für die  $2\theta$ -Kopplung von Target und Sensor betätigen und unteren Grenzwert des Targetwinkels auf  $3^{\circ}$ , den oberen Grenzwert auf  $34^{\circ}$  einstellen.
- Mit dem Taster SCAN Messung und Datenübertragung zum PC starten.
- Nach Beendigung der Messung die Messreihe mit der Taste F2 unter einem passenden Namen speichern.

### **b. Messung des Beugungsspektrums eines NaCl-Einkristalls**

- Target- und Sensorarm mit dem Taster Zero in die aktuelle Nullposition zurückfahren.
- LiF-Kristall entnehmen und NaCl-Kristall vorsichtig montieren.
- Taster COUPLED für die  $2\theta$ -Kopplung von Target und Sensor betätigen und unteren Grenzwert des Targetwinkels auf  $4^{\circ}$ , den oberen Grenzwert auf  $25^{\circ}$  einstellen.
- Verfahren Sie anschließend analog wie zur Messung des LiF.

- Lassen Sie sich von Ihrem Betreuer die Software „Röntgengerät“ zur Datenauswertung geben.

### VI.3. Bestätigung des Duane-Huntschen Verschiebungsgesetzes und Bestimmung des Planckschen Wirkungsquantums

Bestimmung der Grenzwellenlänge  $\lambda_{\min}$  in Abhängigkeit von der Röhren-Hochspannung  $U$ .

Das Bremsstrahlungskontinuum im Emissionsspektrum einer Röntgenröhre ist durch die Grenzwellenlänge  $\lambda_{\min}$  charakterisiert (siehe Fig. 3.1), die mit zunehmender Röhren-Hochspannung  $U$  kleiner wird. 1915 stellten die amerikanischen Physiker *William Duane* und *Franklin L. Hunt* eine umgekehrte Proportionalität zwischen der Grenzwellenlänge und der Röhren-Hochspannung fest:

$$(I) \quad \lambda_{\min} \sim 1/U$$

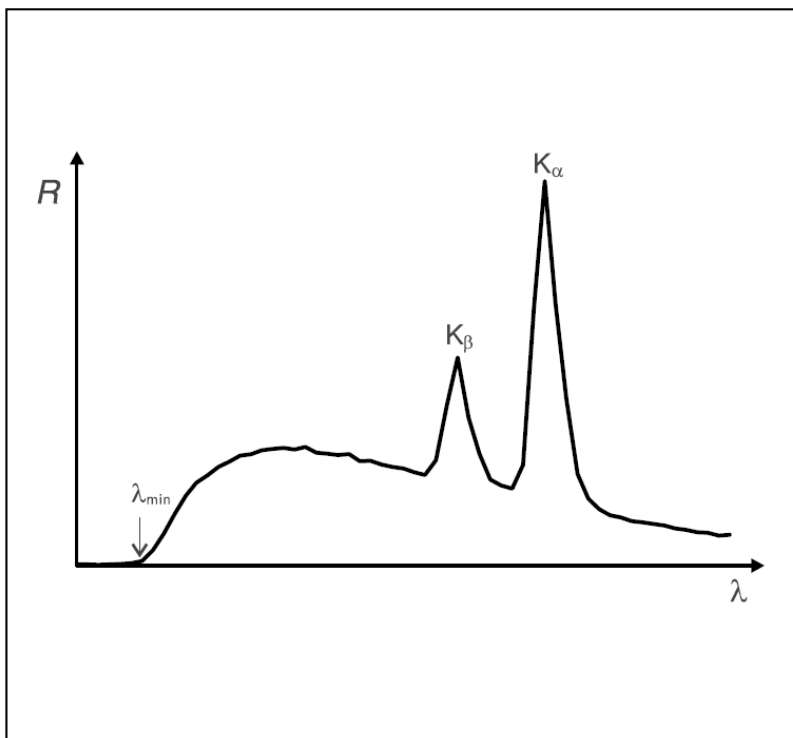


Fig. 3.1 Emissionsspektrum einer Röntgenröhre mit der Grenzwellenlänge  $\lambda_{\min}$  des Bremsstrahlungskontinuums und den charakteristischen Linien  $K_{\alpha}$  und  $K_{\beta}$ .

Zur Erklärung dieses Duane-Huntschen Verschiebungsgesetzes genügen einfache quantenmechanische Überlegungen, die Sie aus der angegebenen Literatur entnehmen sollten.

#### Aufbau der Braggschen Anordnung:

Siehe hierzu gleichen Punkt unter Versuch VII.2.

## Bestimmung der Grenzwellenlänge $\lambda_{\min}$ in Abhängigkeit von der Röhren-Hochspannung $U$ :

- Rändelschraube (**g**) lösen (siehe Fig. 2.2, Vers. VII.2), NaCl-Kristall flach auf den Targettisch (**f**) legen, Targettisch mit Kristall vorsichtig bis zum Anschlag anheben und Rändelschraube gefühlvoll anziehen (dabei mögliches Verkanten durch leichtes Anpressen vermeiden).
- Ggf. die messtechnische Nullposition des Goniometers justieren.

## Experimente und Messung

- Programm „Röntgengerät“ starten.
- Röhren-Hochspannung  $U = 22$  kV, Emissionsstrom  $I = 1.00$  mA
- Überlegen Sie sich nun wie Sie die Messzeit pro Winkelschritt  $\Delta t$  und die Winkelschrittweite  $\Delta\beta$  zu wählen haben.
- Taster Coupled für die  $2\theta$ -Kopplung von Target und Sensor betätigen und unteren Grenzwert des Targetwinkels auf  $5.2^\circ$ , den oberen Grenzwert auf  $6.2^\circ$  stellen.
- Mit dem Taster SCAN Messung und Datenübertragung zum PC starten.
- Zusätzlich sollten noch Messreihen mit den Röhren-Hochspannungen  $U = 24$  kV,  $26$  kV,  $28$  kV,  $30$  kV,  $32$  kV,  $34$  kV und  $35$  kV aufgenommen werden. Eine weitere Anpassung des Targetwinkelbereichs ist hier jeweils sinnvoll.
- Zur Darstellung des Messsignals in Abhängigkeit von der Wellenlänge mit der Taste F5 Dialogfenster öffnen und Gitterabstand des NaCl wählen.
- Nach Beendigung der Messung die Messreihe mit der Taste F2 unter einem passenden Namen speichern.

## VI.4. Kantenabsorption: Filterung von Röntgenstrahlung

Messung des Beugungsspektrums eines NaCl-Kristalls mit den charakteristischen Linien der Mo-Anode im Wellenlängenbereich zwischen 40 und 80 pm ( $U=30$  kV).

- a. Ohne Zr-Filter
- b. Mit Zr-Filter

Die Intensität von Röntgenstrahlung wird beim Durchgang durch Materie durch Absorption und Streuung der Röntgen-Quanten geschwächt, wobei die Absorption häufig dominiert.

Sie beruht im Wesentlichen auf der Ionisation von Atomen, die ein Elektron aus einer inneren Elektronenschale, z.B. der K-Schale, abgeben. Dies setzt voraus, dass die Quantenenergie

$$(I) \quad E = h \cdot c / \lambda \quad , \quad h: \text{Plancksches Wirkungsquantum, } c: \text{Lichtgeschwindigkeit}$$

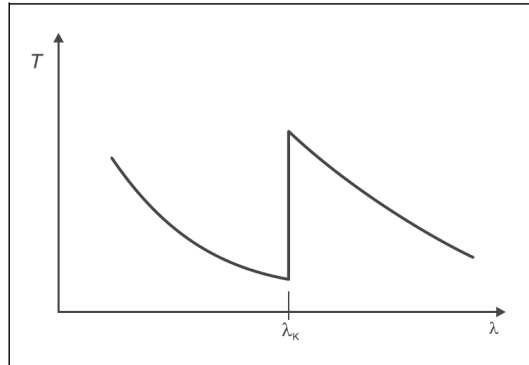
größer als die Bindungsenergie  $E_K$  der Schale ist. Die Transmission

$$(II) \quad T = R / R_0 \quad , \quad R: \text{Intensität hinter dem Abschwächer, } R_0: \text{Intensität vor dem Abschwächer}$$

des Materials nimmt daher in Abhängigkeit von der Wellenlänge bei

$$(III) \quad \lambda_K = h \cdot c / E_K$$

sprunghaft zu. Die sprunghafte Änderung wird als Absorptionskante, hier speziell als K-Absorptionskante, bezeichnet.



Von der K-Absorptionskante zu unterscheiden ist die charakteristische Röntgenstrahlung  $K_\alpha$  und  $K_\beta$ , die von angeregten Atomen beim Übergang eines Elektrons von einer höheren Schale in die K-Schale emittiert wird. Es gilt

$$(IV) \quad \lambda(K_\alpha) = h \cdot c / (E_K - E_L) \quad \text{und} \quad \lambda(K_\beta) = h \cdot c / (E_K - E_M)$$

daher liegt  $\lambda_K$  unterhalb von  $\lambda(K_\alpha)$  und  $\lambda(K_\beta)$ . Alle drei Größen hängen von der Ordnungszahl  $Z$  der absorbierenden bzw. emittierenden Atome ab. Tab. 1 zeigt eine Auswahl entsprechender Literaturdaten<sup>5</sup>.

Tabelle 1: Wellenlängen  $\lambda(K_\alpha)$  und  $\lambda(K_\beta)$  und  $\lambda_K$  für die Ordnungszahlen  $Z = 40-42$ .

Element	Z	$\frac{\lambda(K_\alpha)}{\text{pm}}$	$\frac{\lambda(K_\beta)}{\text{pm}}$	$\frac{\lambda_K}{\text{pm}}$
Zr	40	78,74	70,05	68,88
Nb	41	74,77	66,43	65,31
Mo	42	71,08	63,09	61,99

### Aufbau der Bragg'schen Anordnung:

Siehe hierzu gleichen Punkt unter Versuch VII.2 und Fig. 4.1 auf der folgenden Seite. Dann

- für den Sensorhalters (**b**) den Abstand  $s_2$  zwischen dem Targetarm und der Spaltblende der Sensoraufnahme auf ca. 5 cm einstellen.
- Rändelschraube (**g**) lösen (siehe Fig. 4.1), NaCl-Kristall flach auf den Targettisch (**f**) legen, Targettisch mit Kristall vorsichtig bis zum Anschlag anheben und Rändelschraube gefühlvoll anziehen (dabei mögliches Verkanten durch leichtes Anpressen vermeiden).
- Ggf. die messtechnische Nullposition des Goniometers justieren (siehe Gebrauchsanweisung zum Röntgengerät).

<sup>5</sup> C. M. Lederer and V. S. Shirley, Table of Isotopes, 7th Edition, 1978, John Wiley & Sons, Inc., New York, USA.

Hinweise:

Falls die Zählrate zu gering ist, kann der Abstand  $s_2$  zwischen Target und Sensor etwas verkleinert werden. Der Abstand sollte allerdings nicht zu klein sein, da sonst die Winkelauflösung des Goniometers nicht mehr zur Trennung der charakteristischen Linien  $K_\alpha$  und  $K_\beta$  ausreicht.

## Experimente und Messung

### a. Ohne Zr-Filter

- Programm „Röntgengerät“ starten.
- Röhren-Hochspannung  $U$ , Emissionsstrom  $I$ , Messzeit pro Winkelschritt  $\Delta t$  und Winkelschrittweite  $\Delta\beta$  sinnvoll wählen.
- Taster Coupled für die  $2\theta$ -Kopplung von Target und Sensor betätigen und unteren Grenzwert des Targetwinkels auf  $4.2^\circ$ , den oberen Grenzwert auf  $8.3^\circ$  einstellen.

### b. Mit Zr-Filter

- Nach Abschluss des Scans Zr-Folie aus dem Lieferumfang des Röntgengeräts an der Sensoraufnahme (e) des Goniometers montieren und weitere Messung starten.
- Nach Beendigung der Messungen die Messreihe mit der Taste F2 unter einem passenden Namen speichern.
- Zur Darstellung der Messdaten in Abhängigkeit von der Wellenlänge  $\lambda$  mit der Taste F5 das Dialogfenster „Einstellungen“ und unter „Kristall“ mit einem Mausklick die Schaltfläche „NaCl eintragen“ betätigen.

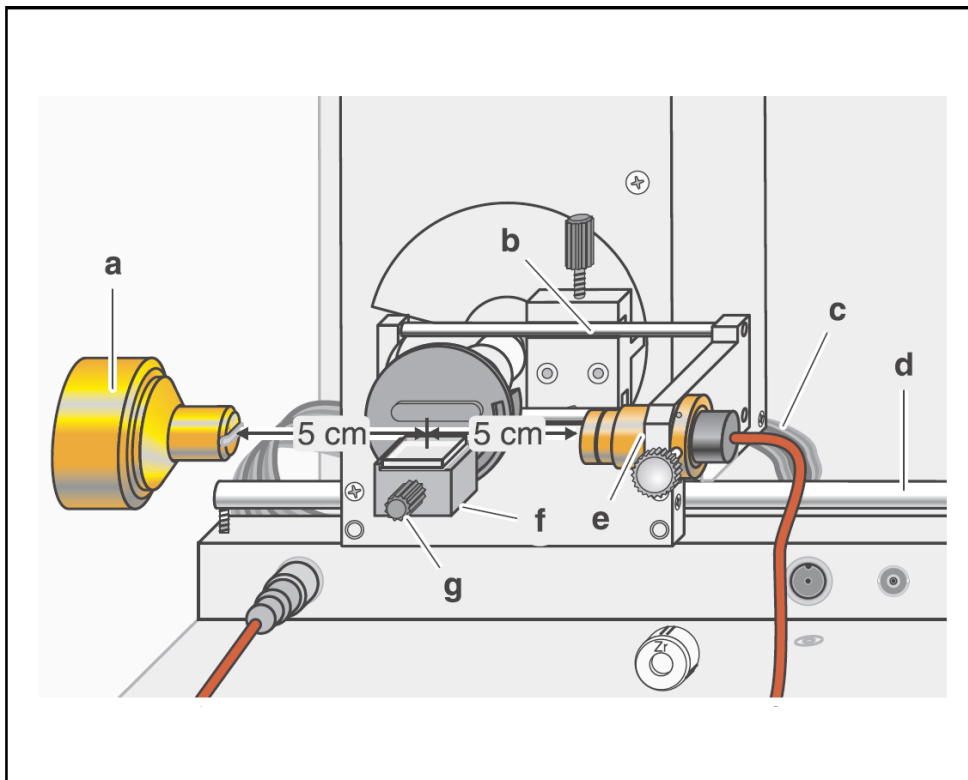


Fig.4.1 Aufbau des Versuchs zur Untersuchung der Filterung von Röntgenstrahlung

## VI.5. Untersuchung der Schwächung von Röntgenstrahlung in Abhängigkeit von Absorbermaterial und Absorberdicke

- a. Messung der Schwächung in Abhängigkeit von der Absorberdicke:
  - i. Ohne Zr-Filter
  - ii. Mit Zr-Filter
- b. Messung der Schwächung in Abhängigkeit vom Absorbermaterial:
  - i. Ohne Zr-Filter
  - ii. Mit Zr-Filter
  - iii. Messung des Nulleffekts

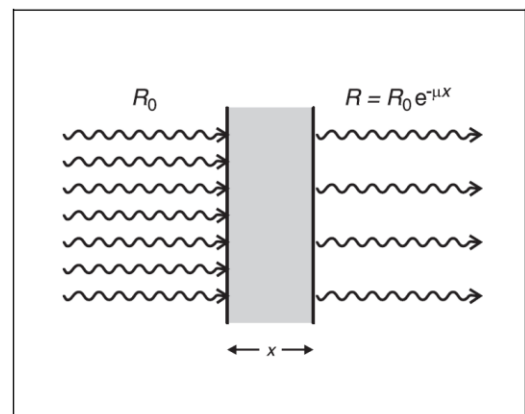
Unter Schwächung von Röntgenstrahlung versteht man die Intensitätsabnahme beim Durchgang der Strahlung durch Materie. Zur Schwächung tragen hauptsächlich zwei Effekte bei: Streuung und Absorption.

Die Streuung von Röntgenquanten an den Atomen des Abschwächermaterials bewirkt eine Richtungsänderung eines Teils der Strahlung. Dadurch nimmt die Intensität in der ursprünglichen Richtung ab. Die Streuung kann elastisch sein oder mit einem Energieverlust bzw. einer Wellenlängenverschiebung verbunden sein, d.h. als inelastische Streuung auftreten.

Durch Absorption wird die gesamte Energie der Röntgenquanten als Anregungs- oder Ionisationsenergie an die Atome oder Moleküle des bestrahlten Stoffes übertragen. Ist  $R_0$  die Ausgangszählrate vor und  $R$  die Zählrate hinter dem Abschwächer, dann berechnet man zur Charakterisierung der Durchlässigkeit eines Abschwächers für die Strahlung die Transmission

$$(I) \quad T = R / R_0$$

Das Lambertsche Schwächungsgesetz beschreibt hierzu die Abhängigkeit der Transmissions  $T$  von Wellenlänge und Material. Lesen Sie zur Absorption von Röntgenstrahlung durch ein Medium mit der Massendichte  $\rho$  mehr in der zum Versuch angegebenen Literatur.



### Aufbau

Der Aufbau ist in Fig. 5.1 dargestellt.

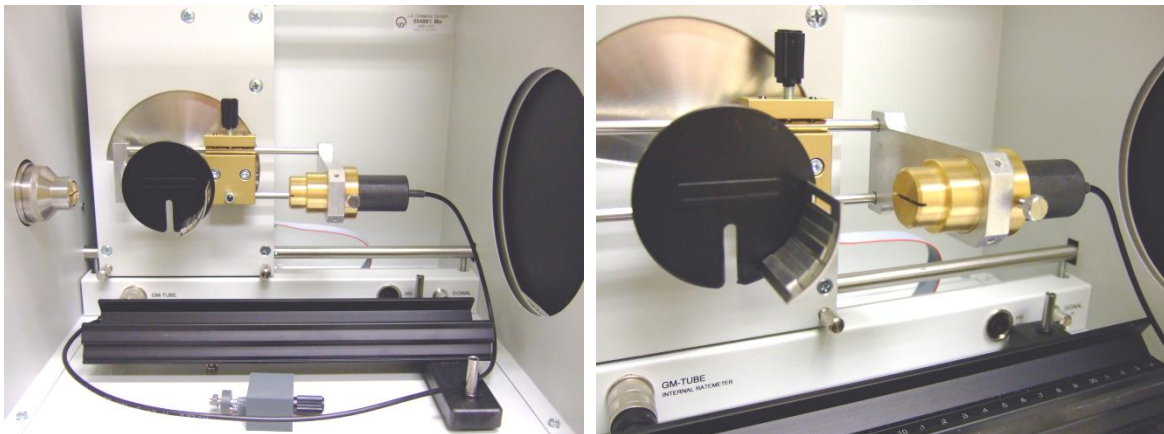
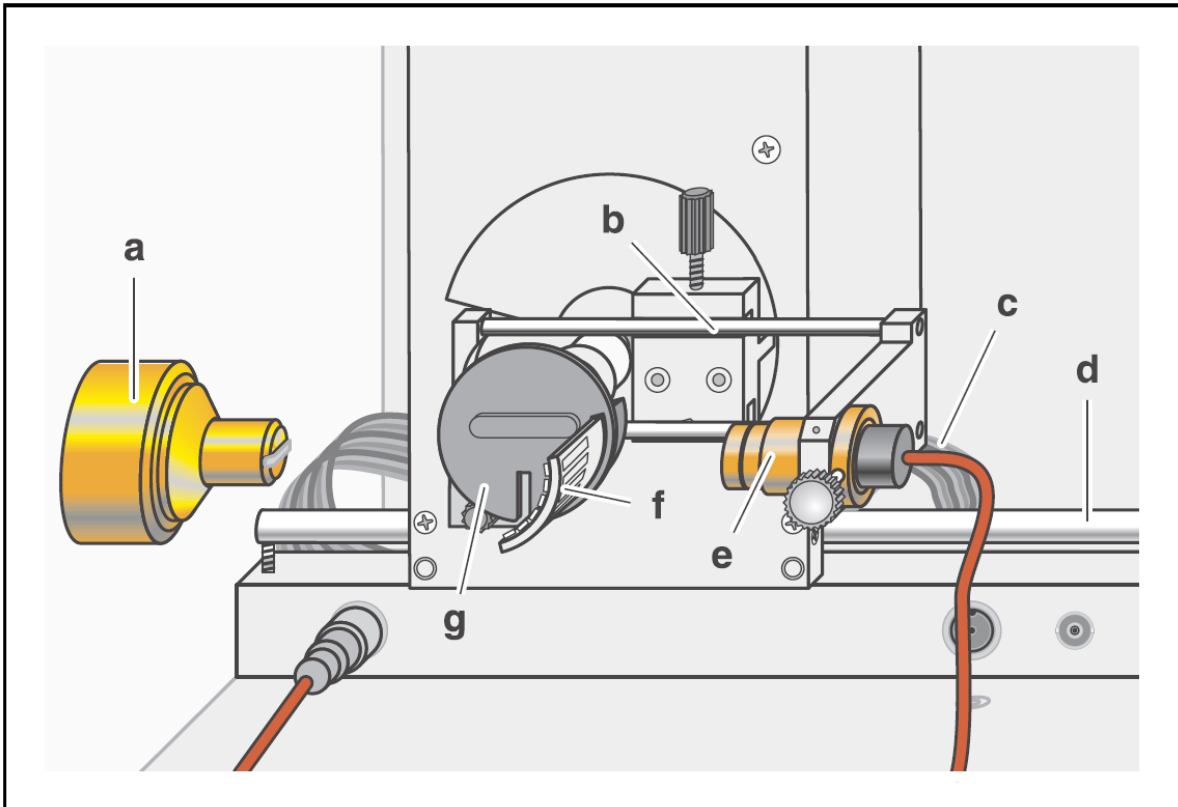


Fig. 5.1 Aufbau des Versuchs zur Untersuchung der Schwächung von Röntgenstrahlung in Abhängigkeit von Absorbermaterial oder -dicke

- Kollimator in die Kollimatoraufnahme **(a)** einbauen (Führungsnut beachten).
- Goniometer an den Führungsstangen **(d)** befestigen und Flachbandkabel **(c)** für die Goniometersteuerung aufstecken.
- Schutzkappe des Fensterzählrohrs entfernen, Fensterzählrohr in Sensoraufnahme **(e)** einbauen und Zählrohrkabel im Experimentierraum an Buchse GM tube anschließen.
- Targethalter **(g)** des Goniometers ausbauen und Targettisch vom Targethalter entfernen.
- Einschubkante des Absorbersatzes I **(f)** in die viertelkreisförmige Nut des Targethalters einsetzen und sorgfältig bis zum Anschlag des Targethalters einschieben.
- Targethalter einbauen.

- Target und Sensor mit dem Taster Zero in die Nullpositionen stellen.
- Die Nullstellung der Leerblende im Absorbersatz und des Sensors überprüfen und ggf. korrigieren (siehe „Einstellung der messtechnischen Nullposition“ in der Gebrauchsanweisung zum Röntgengerät).
- Durch Verschieben des Goniometers den Abstand zwischen dem Kollimator des Röntgengeräts und der Leerblende auf ca. 5 cm und durch Verschieben des Sensorhalters (**b**) den Abstand zwischen der Leerblende und dem Sensorspalt ebenfalls auf ca. 5 cm einstellen.

## Experimente und Messung

### a. Abhängigkeit der Schwächung von der Absorberdicke:

#### i. ohne Zirkonfilter:

- Die Zählrate sollte 1500/s möglichst nicht wesentlich überschreiten, um eine evtl. Totzeitkorrektur zu vermeiden. Stellen Sie daher die Röhren-Hochspannung  $U$  und den Emissionsstrom  $I$  entsprechend ein.
- Taster Target drücken und Winkelschrittweite  $\Delta\beta = 10^\circ$  sowie die Messzeit  $\Delta t = 60$  s einstellen.
- $\beta$  limits zwischen  $0^\circ$  and  $60^\circ$  wählen.
- Mit Taste "Scan" Messung starten.

#### ii. mit Zirkonfilter:

- Zirkonfilter an Kollimator montieren (der kurzwellige Anteil der bei  $U = 21$  kV erzeugten Bremsstrahlung wird dadurch fast vollständig unterdrückt).
- Emissionsstrom  $I$  entsprechend höher einstellen.
- Mit der Messung wie unter a.i. verfahren.

### b. Abhängigkeit der Schwächung vom Absorbermaterial:

#### i. ohne Zirkonfilter:

- Absorbersatz I (Absorber verschiedener Dicke) durch Absorbersatz II (Absorber verschiedenen Materials,  $d = 0.05$  cm) ersetzen.
- Überlegen Sie wie nun die Röhren-Hochspannung  $U$  zu wählen ist, so dass auch Ag noch durchstrahlt wird..
- Überlegen sie sich anhand der Abfolge der Absorbereigenschaften der vorliegenden Materialien wie der Emissionsstrom  $I$  und die Messzeit  $\Delta t$  für die verschiedenen Materialien einzustellen sind.
- Messung mit „Scan“-Taste starten.
- Beachte: In diesem Versuch können nicht alle Materialien mit einem einzelnen Scan erfasst werden.

Material	Z
Leer	
C	6
Al	13
Fe	26
Cu	29
Zr	40
Ag	47

#### ii. mit Zirkonfilter:

- Zirkonfilter montieren und Messungen analog zu i) wiederholen.

iii. Messung des Nulleffekts:

- Parameter  $U = 30 \text{ kV}$  und  $I = 0 \text{ mA}$  einstellen und mit Messzeit  $\Delta t = 300 \text{ s}$  die Zählrate  $R_1$  des Nulleffekts messen.

## VI.6. Debye-Scherrer-Scan: Bestimmung der Netzebenenabstände und Gitterkonstanten von polykristallinen Pulverproben

- a. Für NaCl
- b. Für KCl

### Grundlagen

#### Debye-Scherrer-Scan:

Für einen *Debye-Scherrer-Scan* wird eine pulverförmige kristalline Probe mit **monochromatischem** Röntgenstrahl durchstrahlt und das Interferenzmuster der gebeugten Strahlung über einen Probe-/Detektorscan festgehalten. Die Pulverprobe enthält kleinste Einkristalle bzw. Kristallbruchstücke mit etwa  $5\text{-}50 \mu\text{m}$  Durchmesser, sogenannte Kristallite. Eine Netzebenenschar in einem Kristallit wirft einen Beugungsreflex auf den Röntgenfilm, wenn sie sich in Glanzwinkellage zum Primärstrahl befindet, d.h. wenn die *Braggsche Reflexionsbedingung*

$$(I) \quad n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin \theta \text{ (siehe auch Literatur zum Versuch) mit}$$

$n$ : Beugungsordnung,  $\lambda$ : Wellenlänge,  $d$ : Netzebenenabstand,  $\theta$ : Glanzwinkel zum Primärstrahl erfüllt ist (siehe Fig. 6.2).

Der Beugungsreflex trifft unter dem Winkel von  $2\theta$  zum Primärstrahl auf den Detektor. Mit dem Detektor wird ein Linienscan durch die Ringe gefahren wobei deren individuelle Intensität und Lage aufgezeichnet wird.

Die Kristallite sind im Allgemeinen völlig zufällig und ohne Vorzugsrichtung orientiert. Dann sind im Kristallpulver immer Kristallite in Orientierungen zu finden, die der Braggschen Bedingung genügen. Die gebeugten Strahlen bilden dabei einen Kegel mit dem Öffnungswinkel  $4\theta$ . Der Radius  $R$  des Kreises eines Kegelschnittes mit dem Abstand  $L$  von der Probe erhält man über:

$$(II) \quad R = L \cdot \tan 2\theta \quad , \quad L: \text{ Abstand zwischen Probe und Film.}$$

Überlegen Sie sich an dieser Stelle wieso die Beugungsreflexe auf einer Kreisbahn verteilt sein können, und dabei dennoch die Braggsche Beugungsbedingung erfüllen.

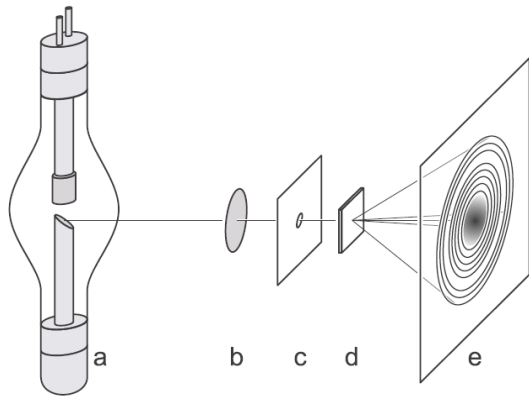


Fig. 6.1 Schematischer Aufbau zur Anfertigung von *Debye-Scherrer*-Aufnahmen  
 a Röntgenröhre  
 b Zr-Filter  
 c Kollimator  
 d Probe  
 e Röntgenfilm

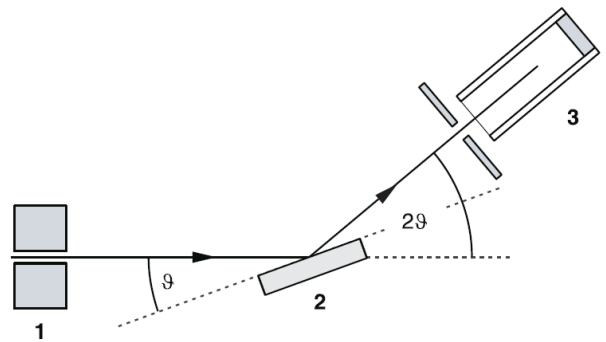


Fig. 6.2 Bragg-Reflexion an einer „passenden“ Netzebenenschar eines ausgewählten Kristallits in der Pulverprobe  
 1: Kollimator  
 2: Netzebenenschar  
 3: Film

Je feiner das Pulver ist, desto dichter und gleichmäßiger sind die Einzelreflexe der Kristallite zu einer Kreislinie aneinandergereiht. Das vollständige Beugungsbild ist eine Schar von konzentrischen Kreisen. Jedem Kreisradius  $R$  entspricht wegen (I) und (II) ein bestimmter Netzebenenabstand  $d$  und eine bestimmte Beugungsordnung  $n$ , genauer ein bestimmter Quotient  $d' = d / n$ .

### Kubische Kristalle:

Beschränkt man sich auf kubische Kristalle, so lässt sich der Netzebenenabstand in der Form

$$(III) \quad d = a_0 / (h^2 + k^2 + l^2)^{1/2} \quad , \quad a_0: \text{Gitterkonstante}$$

darstellen. Dabei sind die ganzzahligen Werte  $h, k, l$  die *Millerschen* Indizes der betrachteten Netzebenenschar. Einsetzen in (I) ergibt die quadratische Form

$$(IV) \quad \sin^2\theta = (\lambda / 2a_0)^2 \cdot [(n \cdot h)^2 + (n \cdot k)^2 + (n \cdot l)^2]$$

Sie kann abgekürzt folgendermaßen geschrieben werden:

$$(V) \quad \sin^2\theta = F \cdot Z \quad \text{mit}$$

$$(VI) \quad F = (\lambda / 2a_0)^2 \quad \text{und}$$

$$(VII) \quad Z = (n \cdot h)^2 + (n \cdot k)^2 + (n \cdot l)^2$$

$Z$  ist seiner Komponenten wegen stets ganzzahlig. Für einfach kubische Kristalle ist prinzipiell jede Kombination ganzer Zahlen  $n, h, k$  und  $l$  erlaubt, jedoch ist die Intensität

der Beugungsreflexe für höhere Beugungsordnungen  $n$  und größere *Millersche* Indizes  $h, k, l$  geringer.

### Kristalle mit NaCl-Struktur:

Bei Kristallen mit NaCl-Struktur ist die Situation komplizierter, da sich hier Alkali- (z.B. Na) und Halogenid-Atome (z.B. Cl) in einem kubischen Gitter abwechseln. Das Raumgitter ist nicht mehr aus einfachen Gitterpunkten mit dem Abstand  $a_0$  aufgebaut, sondern eine Aneinanderreihung von kubisch flächenzentrierten Elementarzellen mit der Kantenlänge  $a_0$  und dem Verschiebungsvektor  $\mathbf{v} = (\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, \frac{1}{2})$  (siehe Fig. 6.3).

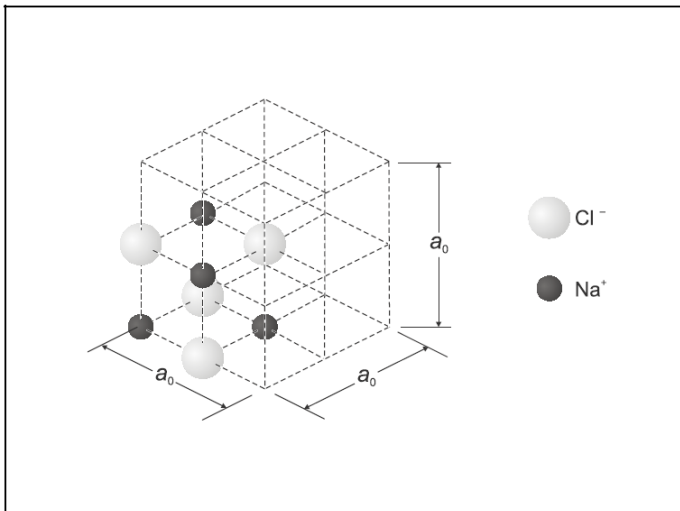


Fig. 6.3: Elementarzelle des NaCl

Zu jeder Elementarzelle gehören vier Alkali-Atome mit den relativen Koordinaten  $r_i$  bezogen auf  $a_0$ . Tragen Sie die Ortsvektorkomponenten der Atome bitte selbst in die Klammern ein:

$$\mathbf{r}_1 = ( \quad , \quad , \quad ), \mathbf{r}_2 = ( \quad , \quad , \quad ), \mathbf{r}_3 = ( \quad , \quad , \quad ), \mathbf{r}_4 = ( \quad , \quad , \quad ),$$

und vier Halogenid-Atome mit den relativen Koordinaten

$$\mathbf{r}_5 = ( \quad , \quad , \quad ), \mathbf{r}_6 = ( \quad , \quad , \quad ), \mathbf{r}_7 = ( \quad , \quad , \quad ), \mathbf{r}_8 = ( \quad , \quad , \quad ).$$

An jedem Atom der Elementarzelle wird der einfallende Röntgenstrahl gestreut, wobei die Amplituden der gestreuten Teilwellen von der Ordnungszahl des Atoms abhängen. Die Gangunterschiede  $\Delta_i$  der Teilwellen können aus den Atomkoordinaten von  $r_i$  berechnet werden:

$$(VIII) \quad \Delta_i = (\mathbf{s}_1 - \mathbf{s}_2) \cdot \mathbf{r}_i$$

$\mathbf{s}_1$ : Einheitsvektor in Richtung des Primärstrahls  
 $\mathbf{s}_2$ : Einheitsvektor in Richtung des Beugungsreflexes.

Die an den Alkali-Atomen A und den Halogenid-Atomen H gestreuten Teilwellen interferieren zu einer gemeinsamen, „an der Elementarzelle gestreuten“ Welle. Deren Amplitude hat die Form

$$(IX) \quad A = A_A + A_H \quad \text{mit}$$

$$A_A = f_A \cdot [ \cos(2\pi \cdot \Delta_1 / \lambda) + \cos(2\pi \cdot \Delta_2 / \lambda) + \cos(2\pi \cdot \Delta_3 / \lambda) + \cos(2\pi \cdot \Delta_4 / \lambda) ]$$

$$A_H = f_H \cdot [ \cos(2\pi \cdot \Delta_5 / \lambda) + \cos(2\pi \cdot \Delta_6 / \lambda) + \cos(2\pi \cdot \Delta_7 / \lambda) + \cos(2\pi \cdot \Delta_8 / \lambda) ]$$

Alle von den Elementarzellen ausgehenden Wellen interferieren konstruktiv, wenn die *Bragg-Bedingung* (I) erfüllt ist. Diese ist äquivalent zur *Laue-Bedingung*, die sich für kubische Kristalle in der Form

$$(X) \quad \mathbf{s}_1 - \mathbf{s}_2 = \lambda \cdot \mathbf{G} \quad \text{mit } \mathbf{G} = (h, k, l) \cdot 1/a_0$$

formulieren lässt. Durch Einsetzen von (X) und (VIII) in (IX) erhält man

$$A_A = f_A \cdot \{ 1 + \cos[\pi \cdot (h+k)] + \cos[\pi \cdot (h+l)] + \cos[\pi \cdot (k+l)] \} \quad \text{und}$$

$$A_H = f_H \cdot \{ \cos(\pi \cdot h) + \cos(\pi \cdot k) + \cos(\pi \cdot l) + \cos[\pi \cdot (h + k + l)] \}.$$

Leiten Sie aus diesen Gleichungen ab, bei welcher Kombination von  $h$ ,  $k$  und  $l$  die Streuamplitude  $A = 0$  und  $A \neq 0$  ist: Hieraus ergibt sich die Beziehung (XI), welche Sie unten eintragen können und die Auslöschungsregeln der NaCl-Struktur wiedergibt:

(XI)

Für andere Kristallstrukturen ergeben sich natürlich auch andere Auswahlregeln.

In diesem Experiment werden Debye-Scherrer-Scans von Kristallen mit NaCl-Struktur-Typ durchgeführt. Die Braggwinkel verschiedener Netzebenen ( $h, k, l$ ) werden ermittelt und analysiert. Dabei wird der Detektor im Modus „Coupled“ zusammen mit dem Kristallpulver gescannt.

## Versuchsaufbau und Anfertigung der *Debye-Scherrer*-Scans

Der Versuchsaufbau ist in Fig. 6.4 dargestellt.

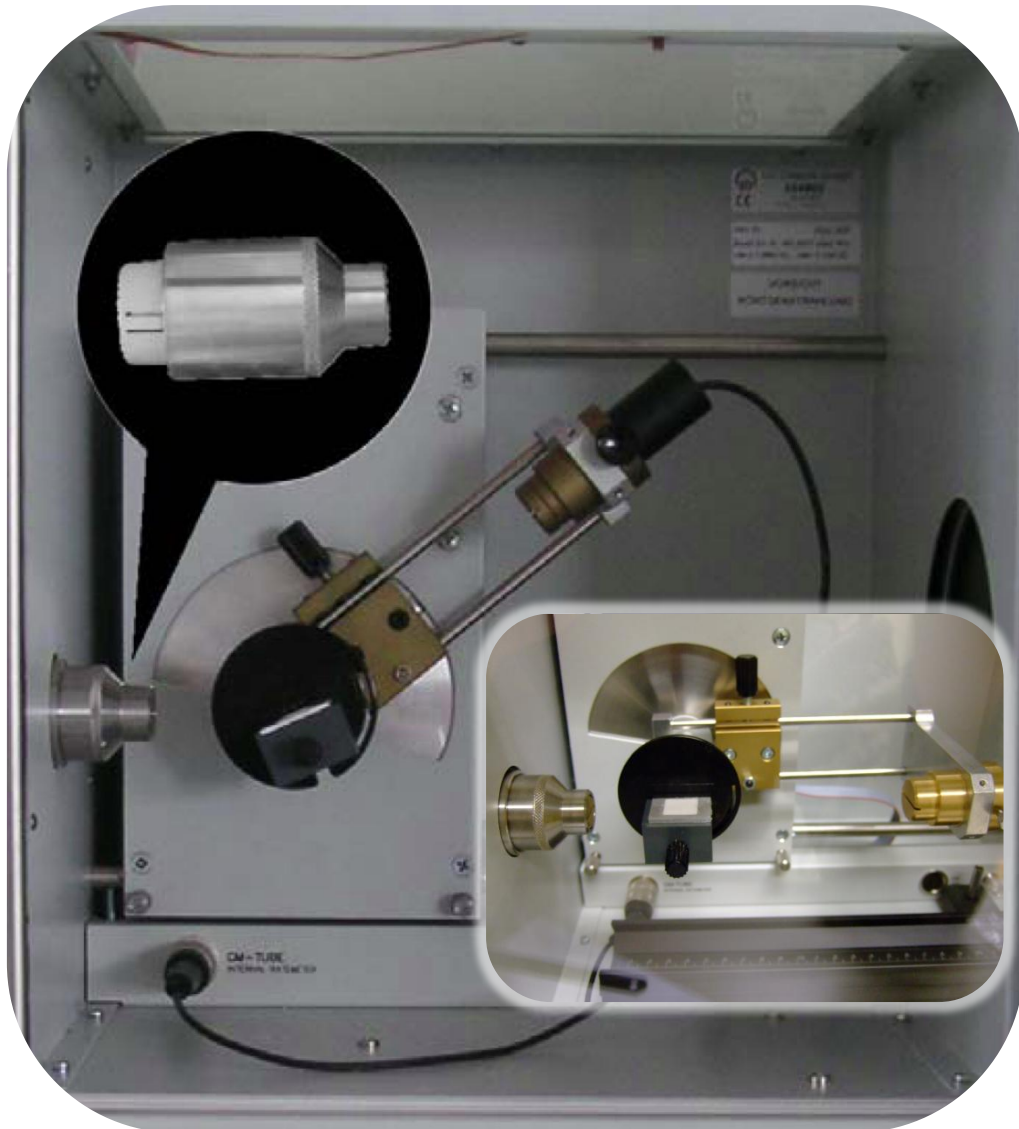


Fig. 6.4 Versuchsaufbau zum *Debye-Scherrer*-Scan an polykristallinen Pulverproben

- Goniometer einbauen und darauf achten, dass es möglichst weit links montiert wird. Dies ist wichtig, um Streustrahlung im Detektor zu reduzieren. Der Detektor muss auf dem Detektorarm ganz hinten befestigt werden, um die Auflösung zu optimieren (siehe bitte Figur 6.4).
- Kollimator ausbauen, Zr-Filter auf der Strahleintrittsseite des Kollimators montieren und Kollimator wieder einsetzen.
- Zur Herstellung des Kristallpulvers mit Korndurchmessern unter 0.05 mm hilft bei Salzen, z.B. NaCl oder KCl, sorgfältiges Mörsern der zuvor getrockneten Substanz für ca. 5 Minuten.
- Der Pulverhalter besteht aus einem Aluminiumrahmen. Kleben Sie eine Seite der Öffnung in dem Rahmen mit Klebeband ab (siehe Fig 6.5).

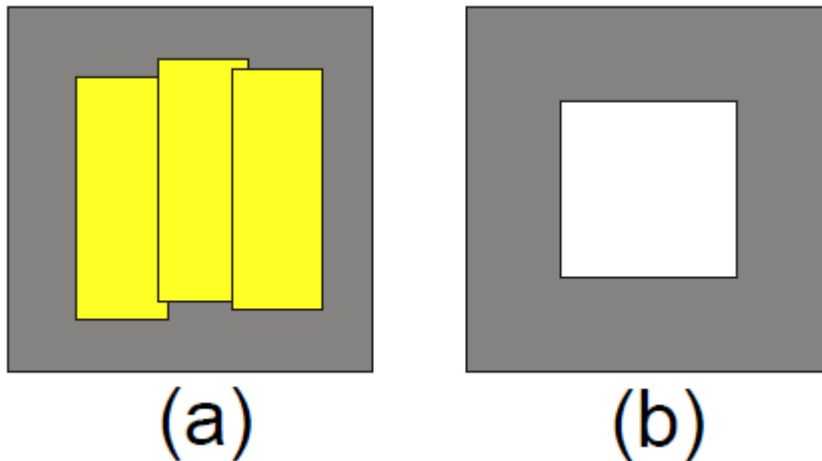


Fig. 6.5: Präparation der Pulverzelle: (a) Rückseite mit Klebeband (b) Oberseite mit Pulver

- Pressen Sie das Pulver mit einem Spatel so dicht wie möglich in den Aluminiumrahmen. Das Pulver soll die Öffnung im Rahmen ausfüllen mit den Kanten des Rahmens eine ebene Fläche bilden.
- Legen Sie den Rahmen mit dem Pulver nach oben weisend auf den Kristallhalter der Röntgenapparatur.

## Experimente

### a. Debye-Scherrer-Scan an NaCl:

- Starten Sie die Software und den Röntgenapparat.
- Röhren-Hochspannung  $U = 35 \text{ kV}$ , Emissionsstrom  $I = 1.0 \text{ mA}$ ,  $\Delta t = 10 \text{ s}$  und  $\Delta\beta = 0.1^\circ$  einstellen.
- Wählen Sie den Messmodus „Coupled“ und geben Sie geeignete Start- und Stoppwerte für  $\beta$  ein.  $2^\circ$  bis  $30^\circ$  sollten genügen, es wären aber theoretisch auch noch Röntgenintensitäten bei Winkeln  $\theta$  um die  $35^\circ$  vorhanden.
- Schalten Sie die Hochspannung ein und starten Sie die Messung über den Schalter „Scan“ im Modus „Coupled“.
- Überprüfen Sie die Existenz des (111) Reflexes ( $\Delta t = 30 \text{ s}$ ) und berechnen sie hierzu zunächst den Beugungswinkel, über den Sie scannen müssen.

### b. Debye-Scherrer-Scan an KCl:

- NaCl-Probe gegen sorgfältig gemörserte KCl-Probe austauschen und die Messung wiederholen.
- $\beta$  Limits von  $2^\circ$  bis  $20^\circ$  einstellen.

## VI.7. Laue-Aufnahme: Untersuchung der Symmetrie und Gitterstruktur kristalliner Stoffe

- Für NaCl
- Für LiF

### Grundlagen

Max von Laue schlug 1912 vor, die vermutete Wellennatur der Röntgenstrahlung durch deren Beugung an Kristallen nachzuweisen. Friedrich und Knipping griffen seinen Vorschlag auf und brachten einen Kristall in den kollimierten **polychromatischen Strahl** einer Röntgenröhre. Auf einer Fotoplatte hinter dem Kristall beobachteten sie – wie erwartet – diskrete Reflexe (siehe Fig.7.1). Mit diesem Experiment bestätigten sie erstmals auch die Raumgitterstruktur kristalliner Stoffe.

### Laue-Bedingung:

Zur Interpretation des Ergebnisses betrachtete von Laue den Kristall als ein aus drei Scharen eindimensionaler äquidistanter Punktreihen aufgebautes Gitter. Bei der Beugung des Röntgenstrahls an einer Punktreihe ist

- (I)  $\Delta = \Delta_1 - \Delta_2 = a_0 \cdot \cos \alpha_1 - a_0 \cdot \cos \alpha_2$  , (siehe auch Literatur zum Versuch)  
 $a_0$ : Punktabstand  
 $\alpha_1$ : Winkel des einfallenden Strahls zur Punktreihe  
 $\alpha_2$ : Winkel des gebeugten Strahls zur Punktreihe

der Gangunterschied der an zwei benachbarten Punkten (Gitterbausteinen) gestreuten Teilstrahlen (siehe Fig. 7.2). Die Interferenz zwischen den Teilstrahlen ist konstruktiv, wenn  $\Delta$  ein ganzzahliges Vielfaches der Wellenlänge  $\lambda$  ist. Diese Bedingung muss für alle drei Raumrichtungen gleichzeitig erfüllt sein.

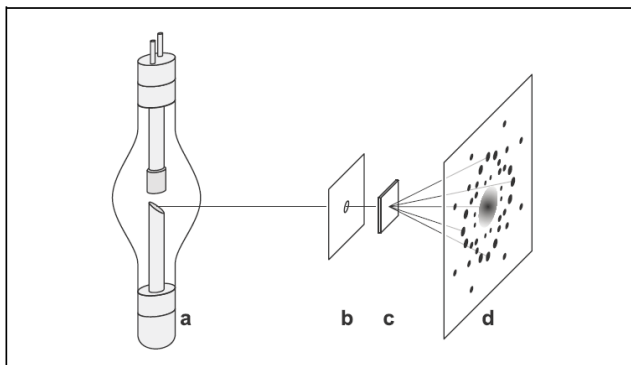


Fig. 7.1 Schematischer Aufbau zur Laue-Aufnahme eines Einkristalls  
**a** Röntgenröhre, **b** Kollimator, **c** Kristall, **d** Röntgenfilm

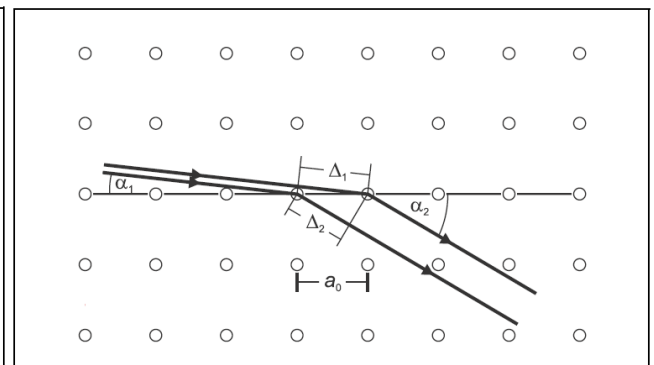


Fig. 7.2 Zweidimensionale Darstellung zur Berechnung des Gangunterschiedes  $\Delta = \Delta_1 - \Delta_2$  zwischen zwei benachbarten Röntgenstrahlen bei der Beugung an einer Punktreihe im kubischen Kristall.

In einem kubischen Kristall stehen die Punktreihen der drei Raumrichtungen paarweise senkrecht aufeinander mit gleichem Abstand  $a_0$  zwischen den Punkten. Daher lautet die Laue-Bedingung für konstruktive Interferenz:

$$(II) \quad \begin{aligned} a_0 \cdot \cos \alpha_1 - a_0 \cdot \cos \alpha_2 &= h \cdot \lambda \\ a_0 \cdot \cos \beta_1 - a_0 \cdot \cos \beta_2 &= k \cdot \lambda \\ a_0 \cdot \cos \gamma_1 - a_0 \cdot \cos \gamma_2 &= l \cdot \lambda \end{aligned} \quad , \quad \text{mit ganzzahligen Werten } h, k, l$$

Hier sind  $\alpha_1, \beta_1$  und  $\gamma_1$  die Winkel des einfallenden Strahls und  $\alpha_2, \beta_2$  und  $\gamma_2$  die Winkel des gebeugten Strahls zu den Punktreihen. Die Werte  $h, k, l$  heißen *Lauesche* oder erweiterte *Millersche* Indizes. Da sie kleine ganze Zahlen sind, kann die *Laue*-Bedingung nicht für beliebige, sondern nur für bestimmte („passende“) Wellenlängen  $\lambda$  erfüllt sein.

Häufig führt man die Einheitsvektoren

$$(III) \quad \mathbf{s}_1 = (\cos \alpha_1, \cos \beta_1, \cos \gamma_1) \quad \text{und} \quad \mathbf{s}_2 = (\cos \alpha_2, \cos \beta_2, \cos \gamma_2)$$

ein, die in die Richtung des einfallenden bzw. des gebeugten Röntgenstrahls zeigen. Die *Laue*-Bedingung (II) hat dann die Form

$$(IV) \quad \mathbf{s}_1 - \mathbf{s}_2 = \lambda \cdot \mathbf{G} \quad \text{mit} \quad \mathbf{G} = (h, k, l) \cdot 1/a_0$$

$\mathbf{G}$  wird als Vektor des reziproken Gitters bezeichnet. Die *Laue*-Bedingung ist erfüllt, wenn  $h, k$  und  $l$  ganzzahlig sind.

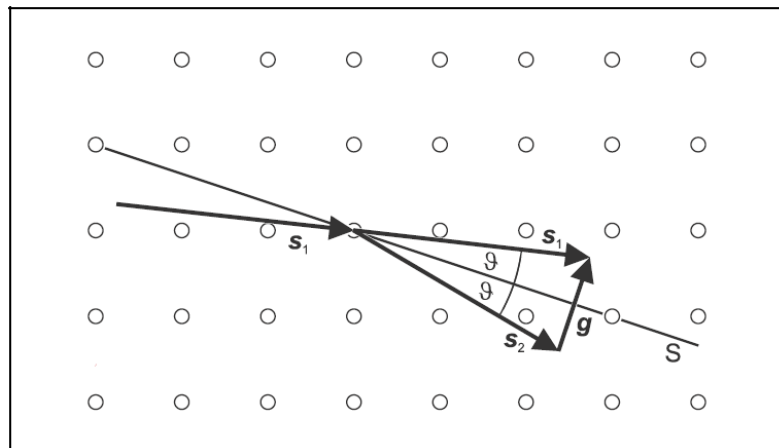


Fig. 7.3 Geometrischer Zusammenhang zwischen den Einheitsvektoren  $\mathbf{s}_1$  und  $\mathbf{s}_2$  und dem Vektor  $\mathbf{g} = \lambda \mathbf{G}$ .

### **Bragg-Bedingung:**

$\mathbf{s}_1$  und  $\mathbf{s}_2$  haben als Einheitsvektoren den gleichen Betrag. Daher steht der Vektor  $\mathbf{G}$  senkrecht zur Winkelhalbierenden  $S$  zwischen einfallendem und gebeugtem Röntgenstrahl (siehe Fig. 7.3). Es folgt

$$\lambda \cdot |\mathbf{G}| = |\mathbf{s}_1 - \mathbf{s}_2| = 2 \cdot \sin \theta$$

und nach Einsetzen des Betrages von  $\mathbf{G}$

$$(V) \quad \lambda = 2 \cdot \sin \theta \cdot a_0 / (h^2 + k^2 + l^2)^{1/2}$$

(V) ist identisch mit dem *Braggschen* Reflexionsgesetz, wenn der Netzebenenabstand

$$(VI) \quad d = a_0 / (h^2 + k^2 + l^2)^{1/2}$$

ist. Aus *Braggscher* Sicht besteht somit das Kristallgitter aus einer Schar von Netzebenen mit dem Abstand  $d$  (siehe Fig. 7.4). Diese Netzebenen liegen parallel zur Winkelhalbierenden  $S$  und stehen senkrecht auf dem Vektor  $\mathbf{G}$  des reziproken Gitters. Die Bestimmungsgleichung der Netzebenenchar lautet in dem durch die Kristallachsen aufgespannten Koordinatensystem

$$(VII) \quad x \cdot h + y \cdot k + z \cdot l = m \cdot a_0, \quad m: \text{laufende Nummer in einer Netzebenenchar}$$

$h^{-1}$ ,  $k^{-1}$  und  $l^{-1}$  sind die Achsenabschnitte der ersten Netzebene ( $m = 1$ ) gemessen in Einheiten der Gitterkonstanten (siehe Fig. 7.5). Da die Indizes  $h, k, l$  die Netzebenenchar eindeutig repräsentieren, wird der Schar das Symbol  $(h \ k \ l)$  zugewiesen.

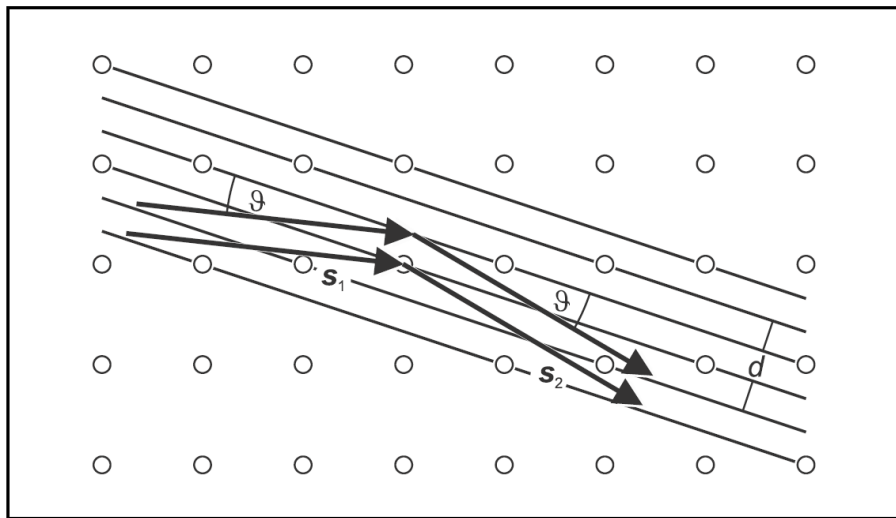


Fig. 7.4 Zweidimensionale Darstellung zur *Braggschen* Reflexion von Röntgenstrahlung an einer Netzebenenchar im kubischen Kristall. Die Netzebenen liegen parallel zur Winkelhalbierenden  $S$  zwischen einfallendem und gebeugtem Röntgenstrahl.

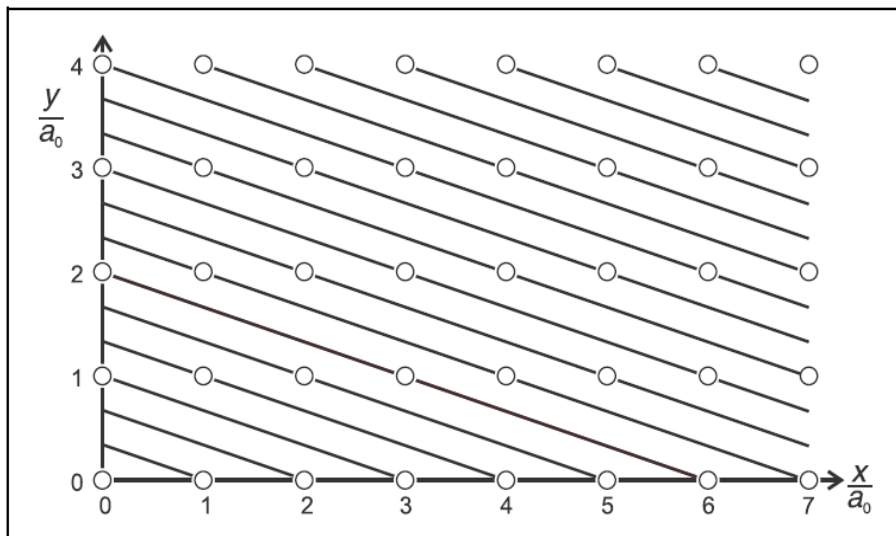


Fig. 7.5 Zweidimensionale Darstellung der Netzebenenchar  $(1 \ 3 \ 0)$  im kubischen Kristall.

Die Strukturfaktorberechnung für NaCl oder LiF erfolgt analog zu Versuch VI.6.

## Versuchsaufbau und Anfertigung der *Laue*-Aufnahme

Der Versuchsaufbau ist in Fig. 7.7 dargestellt.

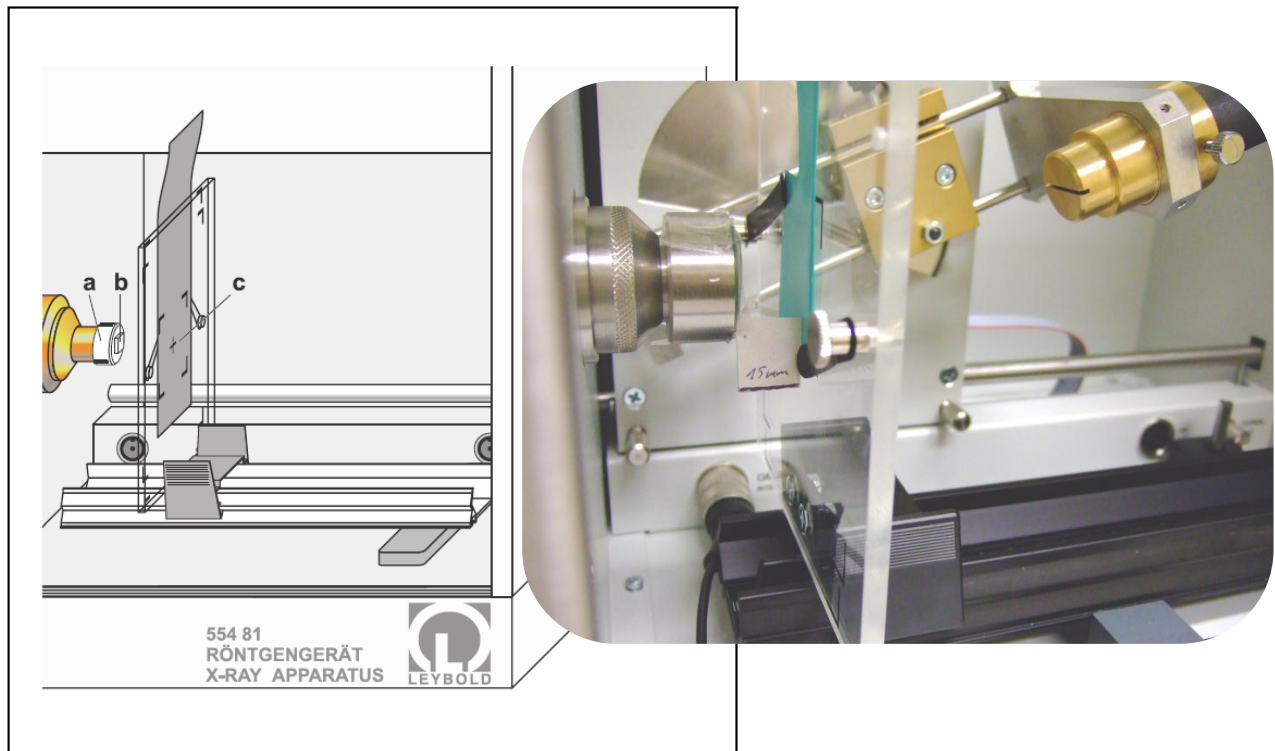


Fig. 7.7 Versuchsaufbau zur *Laue*-Aufnahme an Kristallen

- Ggf. Goniometer ausbauen.

### Hinweis:

*NaCl- und LiF-Kristalle sind hygroskopisch und zerbrechlich:*

*Kristalle möglichst trocken lagern, mechanische Belastungen auf den Kristall möglichst vermeiden, nur die Stirnseiten des Kristalls anfassen.*

### a. *Laue*-Aufnahme an NaCl:

- NaCl-Kristall für *Laue*-Aufnahmen (**b**) vorsichtig mit transparentem Klebeband auf der Lochblende (**a**) (aus dem Lieferumfang des Filmhalters X-ray) befestigen.
- Lochblende auf Kollimator aufsetzen und sorgfältig so drehen, dass die Außenkanten des Kristalls möglichst genau horizontal bzw. vertikal verlaufen.
- Röntgenfilm (**c**) am Filmhalter mittig auf der markierten Fläche festklemmen und darauf achten, dass der Film möglichst über seiner gesamten Fläche plan aufliegt.
- Filmhalter auf die Experimentierschiene klemmen und Experimentierschiene im Experimentierraum des Röntgengeräts montieren.
- Aus Pappe Abstandslehre mit 15 mm Länge herstellen und Filmhalter so verschieben, dass der Abstand zwischen Einkristall und Film 15 mm beträgt

(durch Variation des Abstands zwischen Kristall und Film wird der erfasste Bildausschnitt verändert).

- Röhren-Hochspannung  $U = 35 \text{ kV}$ , Emissionsstrom  $I = 1.0 \text{ mA}$  und  $\Delta\beta = 0.0^\circ$  einstellen.
- Detektor aus dem Primärstrahl fahren – Sensor  $\rightarrow 10^\circ$ .
- Messzeit  $\Delta t = 1800 \text{ s}$  wählen und Belichtungsuhr mit Taster SCAN starten. Bei einer längeren Belichtungszeit werden die zentrumsnahen Reflexe von der Helligkeit der ungestreuten Röntgenstrahlung überdeckt, dafür werden aber zentrumsferne Strukturen erkennbar.
- Nach Ablauf der Belichtungszeit den Filmhalter mit Experimentierschiene aus dem Experimentierraum entnehmen.
- Röntgenfilm entnehmen und gemäß Gebrauchsanweisung zum Röntgenfilm entwickeln. Siehe hierzu Anleitung auf der Webseite:

<http://www.itap.physik.uni-stuttgart.de/lehre/vorlesungen/praktikum/Roentgenfilm-DS-554895d.pdf>

#### **b. Laue-Aufnahme an LiF:**

- NaCl-Kristall gegen LiF-Kristall austauschen und LiF-Kristall ausrichten.
- Neuen Röntgenfilm im Filmhalter festklemmen und Experimentierschiene mit Filmhalter erneut montieren.
- Filmhalter so verschieben, dass der Abstand  $L$  zwischen Einkristall und Film 11 mm beträgt.
- Messzeit  $\Delta t = 1200 \text{ s}$  wählen und Belichtungsuhr mit Taster SCAN starten.
- Nach Ablauf der Belichtungszeit den Röntgenfilm entnehmen und entwickeln. Siehe hierzu Anleitung auf der Webseite:

<http://www.itap.physik.uni-stuttgart.de/lehre/vorlesungen/praktikum/Roentgenfilm-DS-554895d.pdf>

## VII. Versuchsauswertung

### VII.1. Nachweis von Röntgenstrahlung und Messung der Strahlungsintensität mit einem Geigerzähler

- Bestimmen Sie die Abhängigkeit der Zählrate  $N$  vom Emissionsstrom  $I$ .
- Ermitteln Sie die Abhängigkeit der Zählrate  $N$  von der Röhren-Hochspannung  $U$ .
- Abschätzung der „Totzeit“ des Zählrohrs.

#### Auswertung

- Stellen Sie Ihre Messergebnisse aus den Versuchen a – c grafisch dar.
- Erklären Sie das Verhalten der Zählraten in den Versuchen a – c und geben Sie einen Wert  $T$  für die „Totzeit“ des Detektors an. Diskutieren Sie insbesondere die Nicht-Linearität des Messverhaltens aus Versuch c. Geben Sie Argumente für Ihre Vermutungen an.
- Transfer:

Das Geiger-Müller-Zählrohr wird mit einer Spannung von ca. 500 V betrieben. Erniedrigt man diese Spannung, so kann das Zählrohr in einem anderen Modus betrieben werden. Hierbei wird nun nicht mehr jedes Röntgenquant das gesamte Gas im Zähler ionisieren, sondern es wird ein, je nach Anzahl der einfallenden Röntgenquanten proportionales, Signal vom Detektor registriert (Proportionalzähler).

Machen Sie sich die Funktionsweise der Ionisationskammer in Abhängigkeit von ihrer Betriebsspannung klar (Literatur).

Aufgabe:

Inwieweit kann der Proportionalbetrieb für genaue Messungen der Intensität von Röntgenstrahlung in Abhängigkeit von deren Energie eingesetzt werden? Schätzen Sie die Nachweisgrenze von Röntgenstrahlung mit 1keV, 8keV und 10 keV ab.

Beispiel: Ionisierungskammer mit Argon:  
Ionisierungsenergie für Ar-Atome beträgt 25 eV  
Nachweisgrenze für Strommessung liegt hier bei etwa  $10^{-15}$  A

## VII.2. Bragg-Reflexion: Bestimmung der Gitterkonstanten von Einkristallen

- a. Messung des Beugungsspektrums eines LiF-Einkristalls.
- b. Messung des Beugungsspektrums eines NaCl-Einkristalls.

### Auswertung für a und b

- Bestimmen Sie aus den Peakschwerpunkten der Spektren die Glanzwinkel  $\theta$ .
- Berechnen Sie zu jedem Glanzwinkel  $\theta$  die Werte  $\sin \theta$  und  $n \cdot \lambda$ .
- Bestimmen Sie hieraus die Gitterkonstanten  $a_0$  von LiF und NaCl. Diskutieren Sie die Fehlerquellen (Justage, statistischer Messfehler, Fehlerfortpflanzung) und berechnen Sie den Fehler der Gitterkonstanten.

Literaturwert LiF:  $a_0 = 402.7 \text{ pm}$  ; Literaturwert NaCl:  $a_0 = 564.02 \text{ pm}$

- Erklären Sie die Unterschiede in den Gitterkonstanten von LiF und NaCl.

### VII.3. Bestätigung des Duane-Huntschen Verschiebungsgesetzes und Bestimmung des Planckschen Wirkungsquantums

Bestimmung der Grenzwellenlänge  $\lambda_{\min}$  in Abhängigkeit von der Röhren-Hochspannung  $U$ .

#### Auswertung

#### Bestimmung der Grenzwellenlänge $\lambda_{\min}$ in Abhängigkeit von der Röhren-Hochspannung $U$ :

Für jedes aufgezeichnete Beugungsspektrum:

- Bestimmen Sie durch Anpassung einer Ausgleichsgeraden an die gemessenen Spektren die Grenzwellenlänge  $\lambda_{\min}$ .

#### Bestätigung des Duane-Huntschen Verschiebungsgesetzes und Bestimmung des Planckschen Wirkungsquantums:

- Bestimmen Sie aus den Daten für  $\lambda_{\min} = f(1/U)$  das *Plancksche* Wirkungsquantum.

Diskutieren Sie die Fehlerquellen (Justage, statistischer Messfehler, Fehler der verschiedenen Fits) und berechnen Sie den Fehler des Ergebnisses.

Literaturwert:  $h = 6.626 \times 10^{-34} \text{ J s}$

### VII.4. Kantenabsorption: Filterung von Röntgenstrahlung

Messung des Beugungsspektrums eines NaCl-Kristalls mit den charakteristischen Linien der Mo-Anode im Wellenlängenbereich zwischen 40 und 80 pm ( $U = 30$  kV).

- Ohne Zr-Filter
- Mit Zr-Filter

#### Auswertung

- Bestimmen Sie aus den gemessenen Spektren die integrale Zählrate  $R_i$  der Peaks der charakteristischen Linien.
- Berechnen Sie den Anteil  $V$  der  $K_{\beta}$ -Strahlung an der gesamten charakteristischen Strahlung.

$$V = R_i(K_{\beta}) / (R_i(K_{\alpha}) + R_i(K_{\beta}))$$

- Diskutieren Sie die Fehlerquellen (Justage, statistischer Messfehler, Fehler des Fits) und berechnen Sie den Fehler des Ergebnisses.

- Vergleichen Sie Ihr Ergebnis mit dem Literaturwert. Diesen finden Sie, wenn Sie auf den Webseiten zum Versuch dem Link - **Interessante oder nützliche Links**- folgen.
- Verifizieren Sie die Wellenlänge der Absorptionskante des Zr-Filters.
- Formulieren Sie die wichtigsten Ergebnisse und Erkenntnisse dieses Versuchs.

### VII.5. Untersuchung der Schwächung von Röntgenstrahlung in Abhängigkeit von Absorbermaterial und Absorberdicke

- a. Messung der Schwächung in Abhängigkeit von der Absorberdicke:
  - i. Ohne Zr-Filter
  - ii. Mit Zr-Filter
- b. Messung der Schwächung in Abhängigkeit vom Absorbermaterial:
  - i. Ohne Zr-Filter
  - ii. Mit Zr-Filter
  - iii. Messung des Nulleffekts

#### Auswertung

##### a) Abhängigkeit der Schwächung von der Absorberdicke:

Aus den Messdaten können Sie die Transmission  $T$  berechnen. Stellen Sie die deren Abhängigkeit von der Absorberdicke  $d$  dar.

In halblogarithmischer Darstellung lässt sich die Schwächung der (mit dem Zirkonfilter) monochromatisierten Röntgenstrahlung sehr gut durch eine Ursprungsgerade beschreiben.

- Bestimmen Sie den Absorptionskoeffizienten  $\mu$  für Mo-Strahlung für Al.
- Diskutieren Sie die Fehlerquellen (Justage der Absorber, statistischer Messfehler, Fehlerfortpflanzung) und berechnen Sie den Fehler des Ergebnisses.
- Vergleichen Sie Ihr Ergebnis mit dem Literaturwert. Diesen finden Sie, wenn Sie auf den Webseiten zum Versuch dem Link - **Interessante oder nützliche Links**- folgen.

##### b) Abhängigkeit der Schwächung vom Absorbermaterial

Unter der Annahme, dass die Zählrate dem Emissionsstrom  $I$  proportional ist, lassen sich die Zählraten (nach Abziehen des Nulleffekts) auf den Emissionsstrom  $I = 1.00 \text{ mA}$  skalieren. Aus den skalierten Daten kann man die Transmission  $T$  erhalten und daraus für  $d = 0.05 \text{ cm}$  den linearen Schwächungskoeffizienten  $\mu$  berechnen.

- Stellen Sie die Abhängigkeit des Schwächungskoeffizienten  $\mu$  von der Ordnungszahl  $Z$  dar.

- Bestimmen Sie  $T$  und  $\mu$  für alle verwendeten Materialien.
- Diskutieren Sie die Fehlerquellen (Justage der Absorber, statistischer Messfehler, Fehlerfortpflanzung) und berechnen Sie den Fehler des Ergebnisses.
- Vergleichen Sie Ihr Ergebnis mit dem Literaturwert. Diesen finden Sie, wenn Sie auf den Webseiten zum Versuch dem Link - **Interessante oder nützliche Links**- folgen.
- Diskutieren und erklären Sie das Verhalten der Schächungskoeffizienten als Funktion von  $Z$ , insbesondere im Bereich um  $Z = 40$ .
- Wie verhält sich der Schächungskoeffizient bei Verwendung eines Zr-Filters? Wie ist dieses Verhalten zu interpretieren?

#### VII.6. Debye-Scherrer-Scan: Bestimmung der Netzebenenabstände und Gitterkonstanten von polykristallinen Pulverproben

- a. Für NaCl
- b. Für KCl

#### Auswertung

- Diskutieren Sie Ihr Messergebnis für den (111) und andere Reflexe mit ungeraden Millerindizes.
- Ermitteln Sie den Glanzwinkel  $\theta$  und berechnen Sie daraus  $\sin^2\theta$ .
- Ganzzahligen Faktor  $Z$  aus  $\sin^2\theta$  ableiten, die Beugungsringe indizieren und mit (V) aus Versuch VII.6 den Faktor  $F$  berechnen.
- Berechnen Sie die entsprechenden Netzebenenabstände  $d_{hkl}$  (Tab. 2) für die gemessenen Reflexe.
- Diskutieren Sie die Fehlerquellen (Justage, Probenpräparation, statistischer Messfehler, Fehlerfortpflanzung) und berechnen Sie den Fehler der Ergebnisse.
- Formulieren Sie die wichtigsten Ergebnisse und Erkenntnisse dieses Versuchs.

#### Debye-Scherrer-Scans an NaCl und KCl:

Tabelle 1: Zerlegung der Werte  $\sin^2\theta$  in die Faktoren  $F$  und  $Z$  für NaCl und KCl

Nr.	$\theta / ^\circ$	$\sin^2\theta$	$n$	$h$	$k$	$l$	$Z$	$F$
1								
2								
...								

In Tab. 1 wird die Zerlegung der experimentell gefundenen Werte  $\sin^2\theta$  in die Faktoren  $F$  und  $Z$ , sowie die jeweils zu  $Z$  gehörenden Millerschen Indizes  $h$ ,  $k$ ,  $l$  und die Beugungsordnung  $n$  aufgelistet. Über den Mittelwert der Faktoren  $F$  kann schließlich auch die Gitterkonstante von NaCl bzw. KCl berechnet werden.

Tabelle 2: Berechnung der  $d$ -Werte für die Beugungssignale von NaCl und KCl

Nr.	$h$	$k$	$l$	$d / \text{pm}$
1				
2				
...				

## VII. 7. Laue-Aufnahme: Untersuchung der Symmetrie und Gitterstruktur kristalliner Stoffe

- a. Für NaCl
- b. Für LiF

### Auswertung einer *Laue*-Aufnahme:

Ziel der Auswertung einer *Laue*-Aufnahme ist die Zuordnung der die Streuung verursachenden Netzebenenschar zu einem auf dem Röntgenfilm beobachteten Reflex. Dazu wird das Koordinatensystem so gewählt, dass sein Ursprung  $O$  dem Aufpunkt des einfallenden Röntgenstrahls auf dem Röntgenfilm entspricht. Der Röntgenfilm steht senkrecht zum Strahl, d.h. er liegt in der  $x$ - $y$ -Ebene (siehe Fig. 7.8). Die  $z$ -Achse zeigt der Ausbreitungsrichtung der Röntgenstrahls entgegen. Der Röntgenstrahl durchdringt den flachen Kristall im Punkt  $K$ ; sein ungebeugter Anteil trifft im Punkt  $O$  auf den Röntgenfilm. Der Anteil der Röntgenstrahlung, der in  $K$  gestreut wird und die *Laue*-Bedingung (II) erfüllt, verläßt den Kristall unter dem Winkel  $2\theta$  zur Primärstrahlrichtung und trifft im Punkt  $P = (x_P, y_P, 0)$  auf den Röntgenfilm.

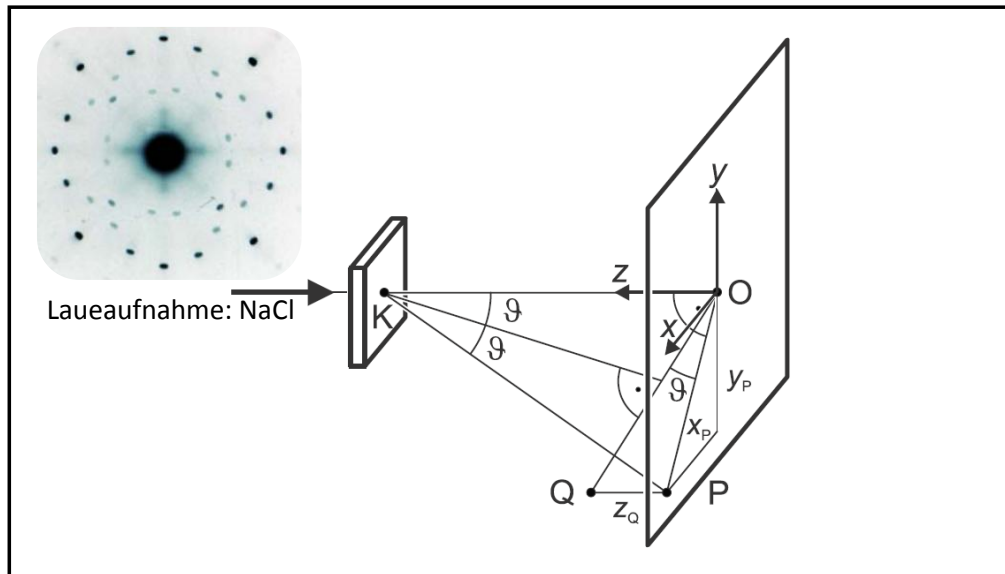


Fig. 7.8 Geometrische Beschreibung eines im Punkt K des Kristalls gebeugten Röntgenstrahls, der die Filmebene im Punkt P durchdringt.

Es ist also

$$(XII) \quad \tan 2\theta = (x_P^2 + y_P^2)^{1/2} / L \quad , \quad L: \text{Abstand zwischen Kristall und Röntgenfilm}$$

Die Winkelhalbierende des Winkels  $2\theta$  gibt die Richtung der Netzebenen­schar  $(h \ k \ l)$  an, die den Reflex verursacht (siehe Fig. 7.3). Die auf der Winkelhalbierenden errichtete Senkrechte durch O bildet mit der Strecke OP den Winkel  $\theta$  und schneidet eine Parallele zur z-Achse durch P im Punkt Q. Der Vektor **OQ** hat die Koordinaten  $(x_Q, y_Q, z_Q)$  mit

$$(XIII) \quad \tan \theta = z_Q / (x_Q^2 + y_Q^2)^{1/2}$$

und verläuft parallel zum Vektor **G** des reziproken Gitters.

Wegen  $x_P = x_Q$ ,  $y_P = y_Q$  und (XII) ist

$$(XIV) \quad z_Q = (x_Q^2 + y_Q^2 + L^2)^{1/2} - L$$

Die im Versuch verwendeten Kristalle sind parallel zur  $(1 \ 0 \ 0)$ -Ebene geschnitten, ihre Kristallachsen stimmen also mit dem Laborkoordinatensystem überein. Daher folgt aus der Parallelität der Vektoren **G** und **OQ**:

$$(XV) \quad h : k : l = x_Q : y_Q : z_Q$$

Die gesuchten Indizes  $h, k, l$  eines Reflexes auf dem Röntgenfilm sind daher das kleinste ganzzahlige ungemischte Zahlentripel, das Gl. (XV) erfüllt. Aus ihnen können alle Parameter der den Reflex verursachenden Beugung berechnet werden: Den Netzebenenabstand  $d$  erhält man aus (VI), die Wellenlänge  $\lambda$  aus (V) und für den Glanzwinkel  $\theta$  folgt aus (XIII) und (XV)

$$(XVI) \quad \theta = \arctan [ l / (h^2 + k^2)^{1/2} ]$$

## Auswertung

- Transparentes Millimeterpapier passend auf Röntgenfilme legen,  $x_Q$ - bzw.  $y_Q$ -Koordinate der Reflexe ablesen und  $z_Q$ -Koordinate gemäß (XIV) berechnen.
- Netzebenenabstand  $d$  gemäß (VI), Glanzwinkel  $\theta$  gemäß (XVI) und Wellenlänge  $\lambda$  gemäß (V) berechnen.
- Daraus durch Anwendung von (XII) und (XV) zum Vergleich mit den Messwerten die Koordinaten  $x_P$  und  $y_P$  bzw.  $x_Q$  und  $y_Q$  zurückrechnen.
- Indizes  $h$ ,  $k$  und  $l$  gemäß (XV) identifizieren.
- Diskutieren Sie die verschiedenen Fehlerquellen (Film-/Probenjustage) ihres Messaufbaus und ihren Einfluss auf das Ergebnis.
- Beschreiben Sie die Symmetrie der Beugungsreflexmuster der Laueaufnahme des NaCl. Welche Rückschlüsse lässt sie für die Symmetrie der NaCl-Struktur zu?
- Formulieren Sie die wichtigsten Ergebnisse und Erkenntnisse dieses Versuchs.

### Tabellen:

Tabelle 1: Koordinaten und erweiterte *Millersche* Indizes der Reflexe in der *Laue*-Aufnahme an NaCl und LiF

(\* berechnet)

[mm]						[mm]	[mm]
$x_Q$	$y_Q$	$z_Q^*$	$h$	$k$	$l$	$x^*$	$y^*$

Tabelle 2: Netzebenenabstand  $d$ , Glanzwinkel  $\theta$  und Wellenlänge  $\lambda$  zu den Netzebenen scharen des NaCl,  $a_0 = 564.02$  pm und LiF,  $a_0 = 402.80$  pm

			[pm]	[°]	[pm]
$h$	$k$	$l$	$d$	$\theta$	$\lambda$

## VIII. Fragen zum Versuch

1. Wie ist ein Zählrohr aufgebaut? Welche Mechanismen begrenzen seine maximale Zählfrequenz?
2. Wie kommt das Röntgenspektrum zustande? Welche Information über die Atomhülle erhalten Sie aus ihm?
3. Wie sieht das Röntgenspektrum der Mo-Strahlung mit und ohne Zr-Filter aus?
4. Wie hängt die Abschwächung von Röntgenstrahlen in Materie von ihrer Energie  $E$  und der Kernladungszahl  $Z$  ab?
5. Wie erklärt man die Existenz der Absorptionskonstanten in Festkörpern in Abhängigkeit von der Energie der Röntgenstrahlung? Wie kann man so einen Sprung zum "Monochromatisieren" von Röntgenstrahlung ausnutzen?
6. Wie ist das Verhältnis von Streuanteil zu Absorptionsanteil?
7. Welche Rolle spielt die Symmetrie in der Physik und insbesondere bei der Röntgenbeugung?
8. Zur Vertiefung: Wie lässt sich aus einem Laue-Diagramm die Kristallorientierung eines Einkristalls bestimmen (qualitativ)?