

Röntgenstrahlung

Ein Praktikumsversuch

Jan-Philip Gehrcke und Malte Lichtner

Durch angewandte Röntgenbeugung an einem Lithiumfluorid-Kristall gelang es uns, die charakteristische Strahlung der Anodenmaterialien Eisen, Kupfer und Molybdän quantitativ zu untersuchen. Dabei konnten die theoretisch erwarteten Energien bestätigt werden. Desweiteren konnte die Gültigkeit des Moseley-Gesetzes, welches die Energien für Elektronenübergänge zwischen energieentarteten Hauptschalen eines Atoms vorher sagt, verifiziert werden, wobei die Rydbergkonstante und eine Kernladungsabschirmungskonstante bestimmt wurden. Es gelang, das Duane-Huntsche Gesetz zur maximalen Photonenenergie zu bestätigen. Mit einer speziellen Streukörper- und Absorberanordnung wurde der Comptoneffekt quantitativ untersucht und die Comptonwellenlänge grob bestimmt. Desweiteren wurde eine Laueaufnahme für den LiF-Kristall angefertigt und ausgewertet.

Versuchsdurchführung: 28. Februar 2008

Abgabe der Auswertung: 06. März 2008

1 Einleitung

Röntgenstrahlung dient nicht nur der Untersuchung von Knochenbrüchen, sondern wird in der Physik oftmals zur Strukturanalyse unbekannter Materialien verwendet. Dabei wird hochenergetische Strahlung (Erzeugung z.B. mit einer Röntgenröhre oder am Synchrotron) auf einen Festkörper regelmäßiger Atomstruktur geschossen, um dann das entstehende Beugungsmuster zu detektieren und auszuwerten. Auf diese Weise kann die Struktur unbekannter Anordnungen aufgelöst werden. Dies wird heutzutage z.B. an Proteinkristallen durchgeführt, um den Aufbau des einzelnen Proteins zu ergründen. Umgekehrt kann eine bekannte Kristallstruktur dazu verwendet werden, ein unbekanntes Spektrum einfallender Strahlung wellenlängenabhängig in verschiedene Richtungen zu beugen, um dann die Intensitätsverteilung messen zu können.

Mit diesem Versuch sollten die Grundlagen beider Prinzipien angewendet und verstanden werden. So sollten die Spektren verschiedener Anodenmaterialien per Drehkristallverfahren mit einem LiF-Kristall quantitativ untersucht werden. Ein Vergleich mit der Theorie konnte hier zeigen, wie gut eine Spektralzerlegung möglich ist. Andersherum konnte mit einer Laueaufnahme die bekannte Struktur des LiF-Kristalls bestätigt werden.

2 Theorie

2.1 Erzeugung von Röntgenstrahlung

In einer Röntgenröhre werden an einer Kathode durch den glühelektrischen Effekt Elektronen frei, die anschließend durch eine Hochspannung U_A im kV -Bereich zur Anode hin beschleunigt werden. Dort werden sie unter Emission von Strahlung abgebremst. Diese sogenannte Bremsstrahlung hat ein kontinuierliches Spektrum mit einer minima-

len Wellenlänge λ_{min} im Röntgenbereich, die der maximalen kinetischen Energie der primären Elektronen entspricht (Duane-Hunt-Gesetz):

$$\lambda_{min} = \frac{hc}{e U_A} \quad (1)$$

Hier ist h das Plancksche Wirkungsquantum, c die Lichtgeschwindigkeit und e die Elementarladung.

Außerdem können die beschleunigten Elektronen weitere Elektronen aus den inneren Schalen des Anodenmaterials durch Stöße über das Vakuumniveau anheben. Die resultierenden Löcher (unbesetzte Zustände) werden durch Elektronen aus höheren Schalen unter Emission charakteristischer Röntgenphotonen wieder gefüllt. Die Wellenlänge dieser charakteristischen Strahlung hängt von den diskreten Energieniveaus des Anodenmaterials ab. Mit dem Moseley-Gesetz kann die Energie der charakteristischen Strahlung für wasserstoffähnliche Atome berechnet werden:

$$E_{mn} = R_H (Z - \sigma)^2 \left(\frac{1}{n^2} - \frac{1}{m^2} \right) \quad (2)$$

Dabei ist $R_H = 13,6 eV$ die Rydberg-Konstante, Z die Kernladungszahl und σ eine Abschirmkonstante, welche die effektive Abschwächung der Kernladung durch die Elektronenhülle bei größeren Atomen korrigieren soll. In dem Gesetz sind ausschließlich Übergänge zwischen zwei Hauptquantenzahlen (m nach n) und keinerlei Energieaufspaltungen innerhalb der Schalen berücksichtigt. Tatsächlich spalten sich die Energieniveaus und damit die Übergänge durch Spin-Bahn-Kopplung auf. Abb. 1 zeigt das Termschema von Eisen und drei Übergänge für charakteristische Röntgenstrahlung.

Im Röntgenspektrum hebt sie sich die charakteristische Strahlung durch scharfe Peaks hoher Intensität vom

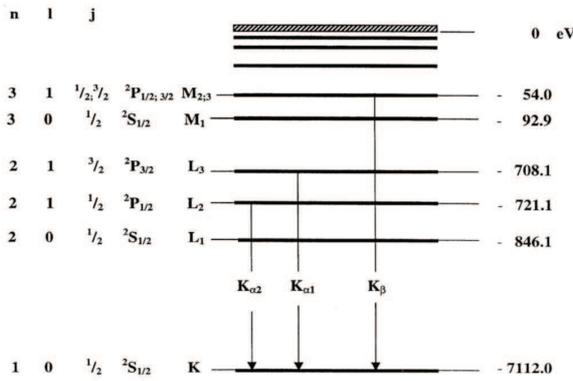


Abb. 1: Termschema von Eisen und die drei Übergänge, die im Versuch am leichtesten zu beobachten sind. K_α entspricht Übergängen aus der L-Schale, K_β einem Übergang aus der M-Schale. Die K_α -Linie ist durch Spin-Bahn-Kopplung in zwei Linien $K_{\alpha 1}$ und $K_{\alpha 2}$ aufgespalten.

Bremsstrahlspektrum ab (siehe Abb. 2). Zur Erzeugung charakteristischer Strahlung muss die Beschleunigungsspannung U_A (Anodenspannung) größer sein als das Ionisationspotential einer inneren Schale U_K . Wird U_A darüber hinaus erhöht, steigt die Intensität nicht-linear weiter an. Die Intensität ist außerdem proportional zur Anzahl der beschleunigten Elektronen und damit zum Anodenstrom I_A . Eine genaue Betrachtung zeigt:

$$I \propto I_A (U_A - U_K)^{3/2} \quad (3)$$

2.2 Wechselwirkung von Röntgenstrahlung mit Materie

Röntgenstrahlung kann auf verschiedene Art mit Materie wechselwirken. Bei der Comptonstreuung werden die Photonen inelastisch an schwach gebundenen (quasi-freien) Elektronen im Festkörper gestreut. Die Änderung ihrer Energie und damit Wellenlänge hängt dabei nur vom Streuwinkel α ab:

$$\Delta\lambda = \lambda_c (1 - \cos \alpha) \quad \text{mit} \quad \lambda_c = \frac{h}{m_0 e c} \quad (4)$$

$m_0 e$ ist die Ruhemasse des Elektrons, λ_c wird als Comptonwellenlänge bezeichnet.

Weiterhin kann Röntgenstrahlung elastisch gestreut werden, indem Elektronen im Festkörper zu Schwingungen angeregt werden und Kugelwellen emittieren. Da die Wellenlänge von Röntgenstrahlung wie die Atomabstände im Festkörper im Å-Bereich liegen, kommt es bei Festkörpern durch die Kristallstruktur zu konstruktiver und destruktiver Interferenz. Unter bestimmten Einfallswinkel und Ausfallswinkeln der Strahlung kann man nun Reflexe (konstruktive Interferenz) beobachten. Die Richtungen der Reflexe werden durch die Bragg-Bedingung beschrieben:

$$\sin \Theta = \frac{\lambda}{2d_{hkl}} \quad (5)$$

Dabei ist Θ der Winkel zwischen Röntgenstrahl und Oberfläche (Glanzwinkel), n die Ordnung des Reflexes

und d_{hkl} die Gitterkonstante der beobachteten Ebenenschar, die durch die Koordinaten ihres Normalenvektors, den sogenannten Millerindizes (hkl) , beschrieben wird. Für ein kubisches Kristallsystem gilt:

$$d_{hkl} = \frac{d}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (6)$$

Hier ist d die Länge der kubischen Einheitszelle im Kristall.

Die Reflexe verschiedener Ebenen können allerdings durch Interferenzen innerhalb der Einheitszelle im Kristall noch abgeschwächt oder verstärkt werden. So werden beispielsweise beim fcc-Gitter (wie LiF) nur Reflexe beobachtet, bei denen alle Millerindizes gerade bzw. alle ungerade sind, andere Reflexe werden vollständig ausgelöscht.

In unseren Versuchen wenden wir hauptsächlich das Drehkristallverfahren an. Dabei wird breitbandiges (bzw. weißes) Röntgenlicht unter dem Glanzwinkel Θ eingestrahlt. Unter dem Winkel 2Θ wird nach der Bragg-Beziehung monochromatisches Licht (Wellenlänge λ entsprechend (5)) mit der Intensität $I(\lambda)$ detektiert, sodass unter Variation des Glanzwinkels die Intensitätsverteilung eines Spektrums aufgezeichnet werden kann.

Beim Laueverfahren wird weißes Röntgenlicht in fester Einstrahlrichtung auf einen kristallinen Festkörper gestrahlt. Nun fängt ein großflächiger Detektor möglichst viele Beugungsreflexe ein. Es entsteht eine Laueaufnahme. Aus der geometrischen Anordnung des Versuchs und den somit bestimmaren Winkeln, unter denen die einzelnen Reflexe der Aufnahme auftraten, lassen sich Rückschlüsse auf die Kristallstruktur ziehen.

3 Versuchsaufbau

Für den Versuch steht eine Box zur Verfügung, in der sicher Röntgenexperimente durchgeführt werden können. Die Röntgenröhre und somit das Anodenmaterial ist von außen leicht auszutauschen. Im Versuch werden folgende Anodenmaterialien verwendet: Eisen (Fe), Kupfer (Cu), Molybdän (Mo). Anodenspannung U_A und Anodenstrom I_A sind regulierbar. Der aus der Röhre ausgekoppelte Röntgenstrahl kann mit verschiedenen Aperturen (unterschiedliche Radien bzw. Absorbermaterialien) kollimiert werden. In den folgenden Strahlengang können weitere Absorber eingebracht werden.

Das Herzstück für die meisten Versuchsteile ist ein schrittmotorgetriebenes Goniometer, welches einen Kristall in $0,1^\circ$ -Schritten (oder größer) in den Glanzwinkel Θ zum Strahlengang drehen kann. Synchron dreht es ständig einen Detektor (Geiger-Müller-Zählrohr mit Totzeit $\tau = 90 \mu s$) nach dem Drehkristallverfahren in den Winkel 2Θ zum Strahlengang (Θ - 2Θ -Scan). Um die Strahlungsintensität für einen festen Winkel zu bestimmen, wird eine Integrationszeit vorgegeben, in der Impulse (Ereignisse im Zählrohr) gezählt werden. Während des gesamten Versuchs wird die Entsprechung zwischen der somit bestimmaren Impulsrate und der Strahlungsintensität vorausgesetzt.

Alle bisherigen Parameter (U_A , I_A , Winkelschritte, Winkelbereich, Integrationszeit) sind mit einem an die Box angeschlossenen PC steuerbar. Somit lassen sich die meisten Messungen vollautomatisch durchführen. Dabei wird die Observable (Intensität bzw. Impulse pro Sekunde) in Abhängigkeit der Variablen (Glanzwinkel Θ , Absorberposition, ...) automatisch aufgezeichnet.

Als Beugungskristall wird ein Lithiumfluorid (LiF)-Kristall verwendet. Dieser hat eine fcc-Gitterstruktur mit einer Gitterkonstanten von $402,8 \text{ pm}$.

Im Versuchsteil zur Bestimmung der Compton-Wellenlänge wird der Kristall durch einen Kunststoff-Streukörper ersetzt. Für eine Laueaufnahme wird das Goniometer komplett ausgebaut. Ein Polaroidfilm wird dann nahe dem Kollimatorenende und senkrecht zur Strahlachse positioniert. Direkt an die Austrittsapertur wird der LiF-Kristall angebracht, sodass nach entsprechend langer Belichtungszeit ein Lauebild auf dem Film entsteht.

4 Versuchsdurchführung und Auswertung

4.1 Charakteristische Strahlung von Kupfer, Eisen und Molybdän

Bei $U_A = 35 \text{ kV}$ und $I_A = 1 \text{ mA}$ wurden Röntgenspektren der drei Anodenmaterialien Kupfer (Cu), Eisen (Fe) und Molybdän (Mo) aufgenommen, um die jeweiligen charakteristischen Linien quantitativ auszuwerten. Dabei wurde der Glanzwinkel von Θ_0 bis Θ_1 in Schritten von $0,1^\circ$ variiert. Für jeden dieser Winkel wurde die Intensität der Röntgenstrahlung über die Anzahl der innerhalb von 2 s auftretenden Ereignisse im Zählrohr (bei Detektorwinkel 2Θ) bestimmt. Für die Messungen an Cu und Mo wurde der Strahl mit einer 1 mm -Apertur kollimiert, für Fe mit einer 2 mm -Apertur. Um die Absorptionseigenschaften von Nickel zu untersuchen, nahmen wir das Kupferspektrum noch einmal mit einer Nickelapertur auf. Ihr Durchmesser beträgt 2 mm . In dieser Messanordnung können nur die (200), (400), ...-Reflexe gemessen werden (nur gerade Vielfache des (100)-Reflexes, also die Ordnungen 2, 4, 6, ...).

Die aufgenommenen Spektren sind in den Abbildungen 2 (Cu), 3 (Fe) und 4 (Mo) dargestellt. Anhand der Messdaten konnten die Positionen der Peaks - also die Peakwinkel Θ , für die die Intensität der K_{α} - bzw. K_{β} -Linien maximal wurde - abgelesen werden. Mithilfe der Bragg-Beziehung (Gleichung (5)) konnten die Energiedifferenzen E_{exp} der für die charakteristischen Linien verantwortlichen Übergänge experimentell bestimmt werden. Die Ergebnisse können mit den Energiedifferenzen E_{theo} verglichen werden, die die Termschemata für die jeweiligen Elemente liefern.

Ein bei allen Winkelmessungen unterlaufener systematischer Fehler wurde nach der Messung korrigiert: Die Eichung des Goniometers war nicht perfekt. Dies fiel beim Vergleich mit der Theorie auf. Wir stellten ein Offset von $0,15^\circ$ fest und addierten diesen Wert zu jedem abgelesenen Winkel. Im Weiteren wurde die Mess- bzw. Ablesegenauigkeit der Peakpositionen wegen der Größe der Winkelschritte auf $\pm 0,15^\circ$ geschätzt. Den abgelesenen Peakwinkeln Θ

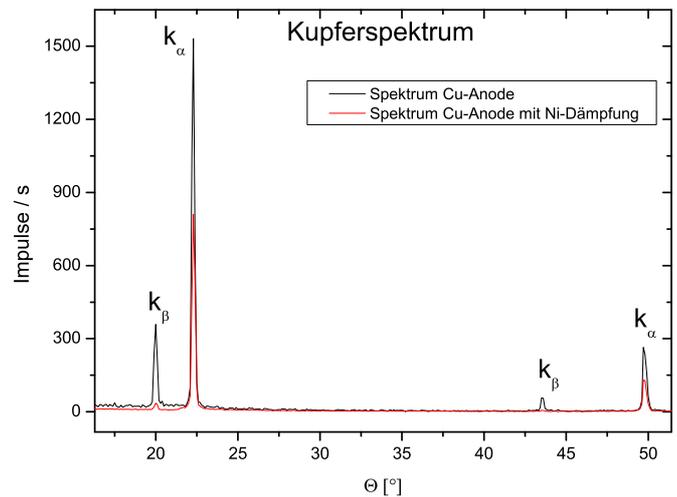


Abb. 2: Röntgenspektrum von Kupfer. Die für das Kupferatom charakteristischen Übergänge (K_{α} - und K_{β} -Linien bis zur vierten Beugungsordnung) sind deutlich sichtbar. Die Intensität der Peaks nimmt ab, wenn ein Nickel-Absorber im Strahlengang untergebracht ist. Diese Dämpfung ist energieabhängig und für die K_{α} -Linie stark ausgeprägt.

$\Theta/^\circ$	n	Linie	E_{theo}/eV	E_{exp}/eV
Kupfer ($\Theta_0 = 3^\circ$; $\Theta_1 = 55^\circ$)				
$20,15 \pm 0,15$	2	K_{β}	8905	8936 ± 64
$22,45 \pm 0,15$	2	K_{α}	8028, 8048	8061 ± 51
$43,65 \pm 0,15$	4	K_{β}	8905	8919 ± 24
$49,85 \pm 0,15$	4	K_{α}	8028, 8048	8055 ± 18
Eisen ($\Theta_0 = 4^\circ$; $\Theta_1 = 80^\circ$)				
$25,75 \pm 0,15$	2	K_{β}	7058	7086 ± 38
$28,65 \pm 0,15$	2	K_{α}	6391, 6404	6420 ± 31
$60,65 \pm 0,15$	4	K_{β}	7058	7063 ± 10
$74,05 \pm 0,15$	4	$K_{\alpha 1}$	6404	6403 ± 5
$74,45 \pm 0,15$	4	$K_{\alpha 2}$	6391	6391 ± 5
Molybdän ($\Theta_0 = 4^\circ$; $\Theta_1 = 65^\circ$)				
$09,05 \pm 0,15$	2	K_{β}	19590	19570 ± 322
$10,15 \pm 0,15$	2	K_{α}	17374, 17479	17468 ± 255
$18,25 \pm 0,15$	4	K_{β}	19590	19660 ± 156
$20,65 \pm 0,15$	4	K_{α}	17374, 17479	17458 ± 121
$28,05 \pm 0,15$	6	K_{β}	19590	19639 ± 96
$31,85 \pm 0,15$	6	K_{α}	17374, 17479	17501 ± 74
$44,75 \pm 0,15$	8	K_{α}	17374, 17479	17490 ± 46

Tabelle 1: Abgelesene und um $+0,15^\circ$ korrigierte Peakwinkel Θ für verschiedene Anodenmaterialien. Den Peaks wurde die jeweilige charakteristische Linie und die Beugungsordnung n zugeordnet. Außerdem sind die Übergangsenergien E_{theo} aus den Termschemata (Literatur) und E_{exp} , berechnet aus Θ , zum Vergleich aufgeführt.

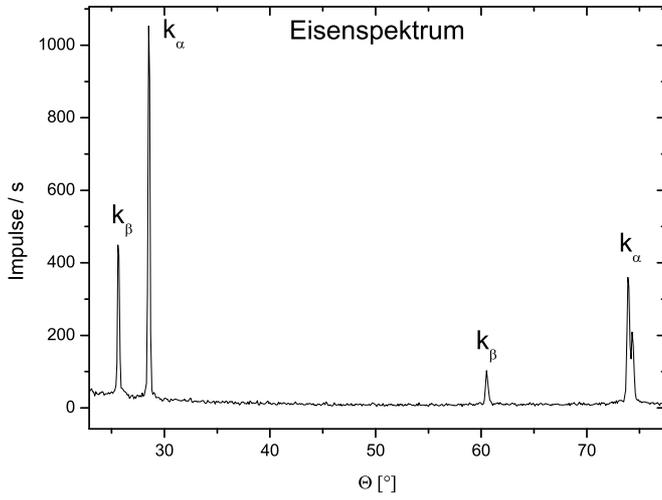


Abb. 3: Röntgenspektrum von Eisen. Die für das Element charakteristischen Übergänge (K_{α} - und K_{β} -Linien bis zur vierten Beugungsordnung) sind in Form von scharfen und hohen Peaks deutlich sichtbar. Die Aufspaltung der K_{α} -Linie in vierter Beugungsordnung lässt sich bereits in diesem Graph sehen.

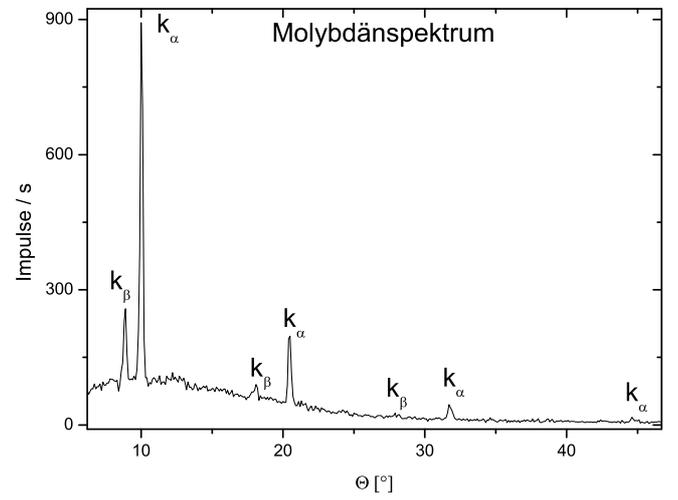


Abb. 4: Röntgenspektrum von Molybdän. Die für das Molybdänatom charakteristischen Übergänge (K_{α} - und K_{β} -Linien) sind bis zur vierten Ordnung deutlich sichtbar. Ab der sechsten Ordnung lässt sich die K_{β} -Linie nicht mehr sicher identifizieren.

wurden jeweils die entsprechenden Linien und Beugungsordnungen n argumentativ und durch einen Vergleich mit der Theorie zugeordnet. Die Messergebnisse sowie der Vergleich zwischen Theorie und Experiment sind in Tabelle 1 veranschaulicht.

Nahezu alle experimentell bestimmten Energien decken sich (nach der Korrektur des systematischen Fehlers) mit den vorhergesagten. Die Fehler der Energien beruhen nur auf dem Fehler von Θ und wurden durch Fehlerfortpflanzung bestimmt. Die Aufspaltung der K_{α} -Linie konnte nur bei Eisen in der vierten Beugungsordnung gemessen werden. Für $K_{\alpha 1}$ und $K_{\alpha 2}$ stimmen hier die experimentell bestimmten Energien bei einem sehr kleinen Fehlerbereich extrem gut mit den theoretischen überein. In allen anderen Fällen, bei denen die Aufspaltung nicht aufgelöst werden konnte, liegt die experimentell bestimmte Energie näher an oder sogar über der theoretischen Energie der $K_{\alpha 1}$ -Linie. Diese ist also dominant gegenüber der $K_{\alpha 2}$ -Linie, was auf eine höhere Intensität durch größere Übergangswahrscheinlichkeit hinweist. Eine genaue Betrachtung der Messdaten (siehe Abb. 10 im Anhang) liefert das gleiche Ergebnis.

In Abbildung 2 ist ebenfalls das durch Nickel gedämpfte Kupfer-Röntgenspektrum aufgetragen. Der Nickel-Absorber hat eine Apertur mit doppeltem Radius gegenüber der nichtdämpfenden Apertur. Daraus ergibt sich die vierfache Fläche. Die aufgetragenen Intensitätswerte entsprechen daher jeweils einem Viertel der gemessenen Intensität, um die Impulsraten zwischen gedämpftem und ungedämpftem Spektrum vergleichen zu können. Für jeden im Spektrum sichtbaren Beugungspeak wurde die maximale Impulsrate etwas oberhalb des höchsten Messwerts abgeschätzt und mit einem relativen Fehler von 5% belegt. Dabei wurde der Untergrund herausgerechnet. Somit konnte die Dämpfung bzw. Transmission γ als Quotient zwischen Intensität I_{Ni} mit Nickel-Absorber und I_0 ohne Absorber bestimmt werden.

Das Ergebnis ist in Tabelle 2 aufgeführt.

Im Fehlerbereich ist γ unabhängig von der Beugungsordnung, was auch so sein muss (es liegt schließlich jeweils die selbe Wellenlänge vor). Da die K_{α} -Linie um ca. einen Faktor sieben stärker absorbiert wird als die K_{β} -Linie, liegt es nahe, dass im Nickel ein Energieübergang existiert, der von Strahlung der Energie der K_{α} -Linie des Kupfers anregbar ist.

Mit den bisher betrachteten Daten ist das Moseley-Gesetz ausnutz- und überprüfbar. Nach Gleichung (2) lassen sich durch Auftragung der Wurzeln der Frequenzen der K_{β} - bzw. der K_{α} -Linien der verschiedenen Materialien über den Kernladungszahlen Z die Rydbergkonstante R_H und die Abschirmkonstante(n) σ der Atome bestimmen. Aus Tabelle 1 wurde für jedes Element jeweils für die K_{β} - und die K_{α} -Linie ein Z - E_{exp} -Wertepaar herausgegriffen. Die Energie für die K_{α} -Linie bei Eisen wurde aus den beiden zugehörigen aufgespaltenen Energien gemittelt, was nicht unbedingt physikalisch zu begründen ist. Jedoch spiegelt auch das Moseley-Gesetz nicht die vollständig korrekte Physik wider. E_{exp} wurde in die Wurzel der Frequenz $\sqrt{\nu}$ umgerechnet (und entsprechend der Fehler fortgepflanzt). Es ergeben sich die in Tabelle 3 aufgeführten Daten. Die Z - $\sqrt{\nu}$ -Wertepaare wurden

Linie	Ordnung n	Transmission γ
K_{β}	2	$0,079 \pm 0,005$
K_{α}	2	$0,531 \pm 0,027$
K_{β}	4	$0,073 \pm 0,005$
K_{α}	4	$0,492 \pm 0,025$

Tabelle 2: Aufgeführt ist die Transmission γ des Nickel-Absorbers in Abhängigkeit der char. Linie bzw. Energie. γ ist der Quotient der Impulsraten I_{Ni} und I_0 der Beugungspeaks mit und ohne Absorption.

Element	Z	E_{exp}/eV	$\sqrt{\nu}/\sqrt{Hz}$
K_{α} -Linien			
Eisen	26	6420 ± 31	$(1,2436 \pm 0,0075) \cdot 10^9$
Kupfer	29	8055 ± 18	$(1,3955 \pm 0,0049) \cdot 10^9$
Molybdän	42	17468 ± 255	$(2,0551 \pm 0,0101) \cdot 10^9$
$K_{\alpha 1}$ -Linien (inkl. FS-Korrektur)			
Eisen	26	6415 ± 31	$(1,2454 \pm 0,0075) \cdot 10^9$
Kupfer	29	8047 ± 18	$(1,3948 \pm 0,0049) \cdot 10^9$
Molybdän	42	17433 ± 255	$(2,0530 \pm 0,0101) \cdot 10^9$
K_{β} -Linien			
Eisen	26	7063 ± 7	$(1,3068 \pm 0,0025) \cdot 10^9$
Kupfer	29	8919 ± 16	$(1,4685 \pm 0,0068) \cdot 10^9$
Molybdän	42	19570 ± 214	$(2,1752 \pm 0,0136) \cdot 10^9$

Tabelle 3: Für jedes der Elemente wurde für jede charakteristische Linie ein geeigneter Energiemesswert herausgegriffen, um $Z\sqrt{\nu}$ -Wertepaare zu erhalten. Diese werden für die grafische Auswertung (Abb. 5) zur Überprüfung des Moseley-Gesetzes verwendet. Die α -Energien entsprechen im Wesentlichen der $K_{\alpha 1}$ -Linie. Entsprechend der Feinstrukturkorrektur aus Gleichung (9) wurden diese Energien auf das Moseley-Grundniveau korrigiert.

grafisch aufgetragen und für K_{β} und K_{α} jeweils linearisiert (siehe Abb. 5). Die Steigungen g_{α} und g_{β} sowie die Achsenabschnitte a_{α} und a_{β} der Ausgleichsgeraden mitsamt ihrer Fehler führen zu jeweils zwei Werten für R_H und σ : $R_{H,\alpha}$; $R_{H,\beta}$; σ_{α} ; σ_{β} .

Sie berechnen sich nach Gleichung (2) zu:

$$R_{H,\alpha/\beta} = \frac{g_{\alpha/\beta}^2 h}{\sqrt{\frac{1}{n^2} - \frac{1}{m_{\alpha/\beta}^2}}} \quad (7)$$

$$\sigma_{\alpha/\beta} = -\frac{a_{\alpha/\beta}}{\sqrt{\frac{R_H}{h} \left(\frac{1}{n^2} - \frac{1}{m_{\alpha/\beta}^2} \right)}} \quad (8)$$

n , das untere Niveau des Übergangs, ist in beiden Fällen (K_{β} - und K_{α} -Linie) gleich 1. Für K_{β} ist $m_{\beta} = 3$ und für K_{α} gilt $m_{\alpha} = 2$. h ist das Plancksche Wirkungsquantum.

Wegen der Wurzelfunktion werden die relativen Fehler von $\sqrt{\nu}$ sehr klein; zu klein, um vernünftig Min/Max-Ausgleichsgeraden legen zu können. Die verwendeten Punkte liegen sehr gut auf ihren jeweiligen Ausgleichsgeraden. Der Fehler für Achsenabschnitt und Steigung der Geraden wird daher direkt aus der Ausgabe des Anpassungsalgorithmus' übernommen, wodurch systematische Fehler aus der Betrachtung entfallen. Es ergibt sich:

$$g_{\alpha} = (5,06 \pm 0,18) \cdot 10^7 \sqrt{Hz}$$

$$g_{\beta} = (5,39 \pm 0,16) \cdot 10^7 \sqrt{Hz}$$

$$a_{\alpha} = (-7,29 \pm 0,51) \cdot 10^7 \sqrt{Hz}$$

$$a_{\beta} = (-9,54 \pm 0,42) \cdot 10^7 \sqrt{Hz}$$

Mit diesen experimentellen Daten und mit den Gleichungen (7) und (8) lassen sich nun die gewünschten Konstanten ermitteln (wobei in Gleichung (8) der Literaturwert

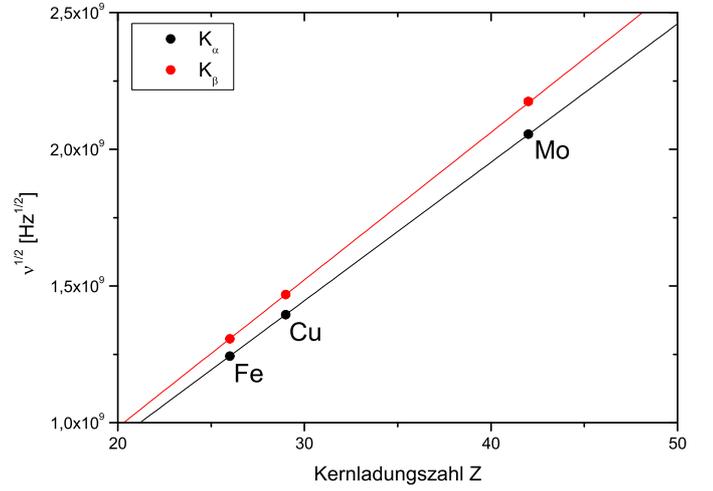


Abb. 5: Um das Moseley-Gesetz zu überprüfen, wurde für die verschiedenen Materialien jeweils für die K_{β} - und die K_{α} -Linie eine $Z\sqrt{\nu}$ -Auftragung angefertigt. Die Steigungen und Abschnitte der Ausgleichsgeraden führen zur Rydberg- sowie Abschirmkonstante.

von $R_H = 13,606 \text{ eV}$ eingesetzt wurde):

$$R_{H,\alpha} = (14,14 \pm 0,10) \text{ eV}$$

$$R_{H,\beta} = (13,53 \pm 0,08) \text{ eV}$$

$$\sigma_{\alpha} = (1,47 \pm 0,10)$$

$$\sigma_{\beta} = (1,76 \pm 0,08 - 0,49)$$

Beide bestimmten Rydbergkonstanten liegen in der richtigen Größenordnung. $R_{H,\beta}$ trifft sogar den Literaturwert. Dass $R_{H,\alpha}$ nicht genau die Theorie widerspiegelt, war zu erwarten. Das Moseley-Gesetz beinhaltet die relativ große Energieaufspaltung durch Spin-Bahn-Kopplung in der L -Schale nicht, sodass das Experiment nicht diejenigen Energien für die K_{α} -Linien erzeugte, die das Moseley-Gesetz vorhersagt. Die Abweichung vom theoretischen Wert ist also sogar erwünscht. Für den Übergang von der M -Schale zur K -Schale (K_{β} -Linie) liefert das Moseley-Gesetz jedoch eine gute Beschreibung.

Die Atome von Fe, Cu und Mo mit den Kernladungszahlen 26, 29 und 42 müssen (leicht) verschiedene Abschirmkonstanten aufweisen, da σ von Z abhängig ist. Die ermittelten Abschirmkonstanten σ_{α} und σ_{β} können also nur eine grobe Näherung sein, die alle drei Atomtypen in etwa beschreibt. Sinn macht, dass σ_{β} größer ist als σ_{α} . Für den von der M -Schale ausgehenden Übergang (β -Linie) ist die effektive Abschirmung größer, da sie durch eine größere Anzahl Elektronen verursacht wird als bei der α -Linie.

Wenn wir die unterschiedlichen K_{α} -Linien nicht auflösen können - was fast immer der Fall ist - resultieren unsere Daten, wie bereits diskutiert, überwiegend aus dem $K_{\alpha 1}$ -Übergang. Gegenüber dem Energieniveau, welches das Moseley-Gesetz widerspiegelt (im Folgenden Grundniveau genannt), ist das Startniveau dieses Übergangs durch Spin-Bahnkopplung und relativistische Effekte insgesamt nach oben verschoben (Feinstruktur mit der Gesamtdrehimpulsquantenzahl $j = 3/2$), sodass die charakteristische Strahlung des Übergangs entsprechend höherenergetischer ausfällt als ohne die Feinstrukturauf-

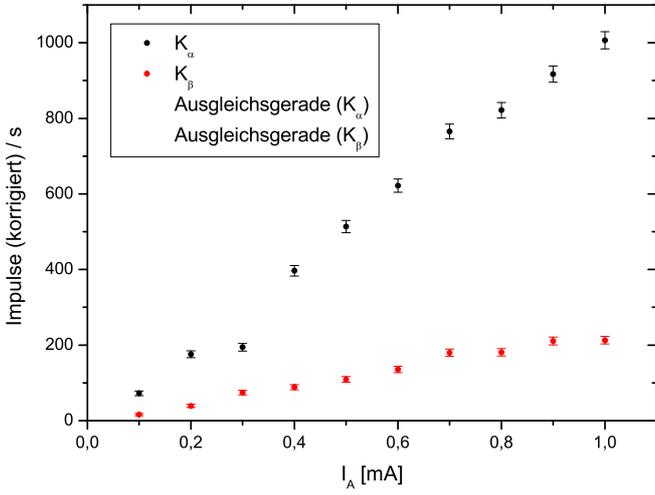


Abb. 6: Der lineare Verlauf der Intensität über dem Anodenstrom I_A bestätigt (3).

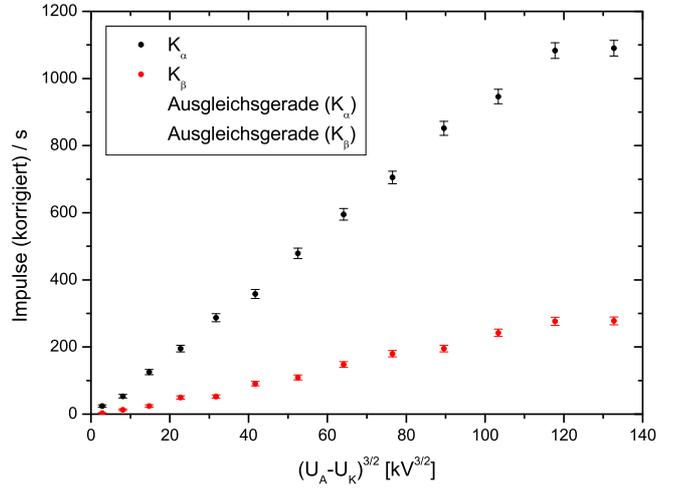


Abb. 7: Der lineare Verlauf der Intensität über $(U_A - U_K)^{3/2}$ mit der Anodenspannung U_A und dem Ionisationspotential für Kupfer U_K bestätigt (3).

spaltung (FS). Die energetische Verschiebung ΔW_{FS} vom Grundniveau aus gesehen erhält man aus der Lösung der Dirac-Gleichung, die Spin und relativistische Effekte berücksichtigt:

$$\Delta W_{FS} = \frac{1}{2} m_e c^2 (Z\alpha)^4 \frac{1}{n^3} \left(\frac{1}{j + 1/2} - \frac{3}{4n} \right) \quad (9)$$

Sie hängt also von den Quantenzahlen n und j ab und geht mit Z^4 (m_e : Elektronenmasse, c : Lichtgeschwindigkeit, α : Feinstrukturkonstante). Wir korrigierten unsere bestimmten Übergangsenergien um $|\Delta W_{FS}|$ nach unten, sodass das Ergebnis einem vom Grundniveau ausgehenden Übergang entspricht, für den Moseleys Gesetz gilt. Dabei verwendeten wir $n = 2$ und $j = 3/2$ (Dominanz der $K_{\alpha 1}$ -Linie). Die entsprechenden korrigierten Energien sind ebenfalls in Tabelle 3 zu finden. Mit diesen korrigierten Werten führten wir ebenfalls eine $Z\sqrt{\nu}$ -Linearisierung durch (hier nicht abgebildet, da praktisch deckungsgleich mit den $K_{\alpha 1}$ -Daten in Abb. 5) und bestimmten die Steigung inklusive Fehler (Ausgabe des Anpassungsalgorithmus) zu

$$g_{\alpha, \text{kor}} = (5,00 \pm 0,28) \cdot 10^7 \sqrt{Hz}.$$

Analog zu voriger Betrachtung ergibt sich folgende Rydbergkonstante:

$$R_{H, \alpha, \text{kor}} = (13,75 \pm 0,15) eV$$

Durch die Feinstrukturkorrektur liegt der Literaturwert also wieder in unserem Fehlerbereich.

4.2 Intensität charakteristischer Strahlung als Funktion von Anodenstrom und Anodenspannung

Durch Bestimmung der Intensität der charakteristischen Röntgenstrahlung von Kupfer bei Variation von Anodenstrom I_A und -spannung U_A sollen nun (3) und das Duane-Hunt-Gesetz (1) überprüft sowie mit letzterem das Planck'sche Wirkungsquantum h bestimmt werden.

Es werden zwei Messreihen mit 1 mm -Apertur und LiF-Kristall in Winkelschritten von $0,1^\circ$ mit jeweils 2 s Integrationszeit aufgenommen. In der ersten Messung wird bei fester Anodenspannung $U_A = 35\text{ kV}$ der Anodenstrom von $I_A = 0,1\text{ mA}$ bis $1,0\text{ mA}$ in Schritten von $0,1\text{ mA}$ erhöht und jeweils der Winkelbereich $\Theta = 19^\circ$ bis 24° (Bereich der beiden K-Linien) untersucht. In der zweiten Messung wird bei festem Anodenstrom $I_A = 1,0\text{ mA}$ die Anodenspannung von $U_A = 11\text{ kV}$ bis 35 kV in Schritten von 2 kV erhöht und jeweils der Winkelbereich $\Theta = 3^\circ$ bis 24° untersucht.

Die gemessenen Intensitäten I werden mit der Totzeitkorrektur korrigiert und die Intensitäten der K_α - und K_β -Linien abgelesen. Abb. 6 (oben) und 11 (Anhang) zeigen diese Intensitäten über I_A und U_A . Abb. 6 zeigt entsprechend (3) einen linearen Verlauf, Abb. 11 einen nicht-linearen Verlauf. Um letzteren genauer zu untersuchen, werden die Intensitäten über $(U_A - U_K)^{3/2}$ mit dem Ionisationspotential für Kupfer $U_K = 8,979\text{ kV}$ aufgetragen (Abb. 7). Der lineare Verlauf in dieser Auftragung bestätigt wieder (3). Sowohl in Abb. 6 als auch in Abb. 7 fallen einige Messpunkte deutlich aus dem linearen Verlauf heraus. Die Ursache für die Abweichung konnte nicht ermittelt werden, kann aber durchaus statistischer Natur sein.

Zur Überprüfung des Duane-Hunt-Gesetzes (1) wurde in allen Messgraphen $I(\Theta)_U$ für alle U_A der Winkel Θ_{min} der Einsatzkante durch lineare Extrapolation bestimmt (siehe Anhang Abb. 13 bis 25). Dabei wurden nur minimale und maximale Extrapolationsgeraden gelegt, da die Lage einer optimalen Geraden aufgrund der großen Streuung der Messwerte meist nicht beurteilt werden konnte. Stattdessen wurde der Mittelwert zwischen min. und max. Θ_{min} gebildet und mit dem bekannten Winkeloffset ($0,15^\circ$) korrigiert. Anschließend wurden $\sin \Theta_{min}$ und λ_{min} über $1/U_A$ aufgetragen (Abb. 12 im Anhang und Abb. 8).

Zur Bestimmung des Planck'schen Wirkungsquantums

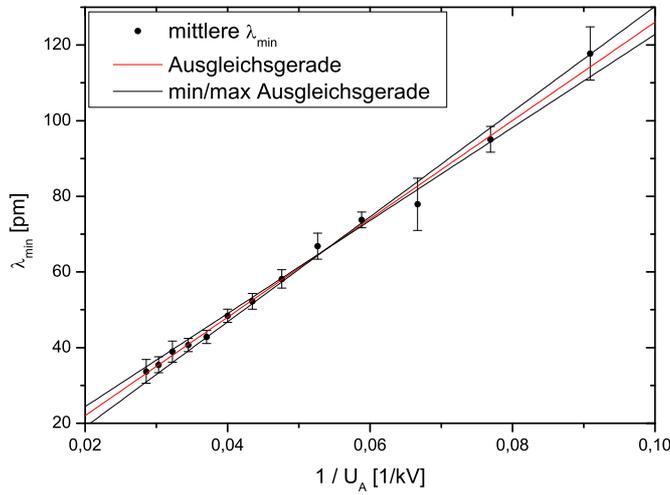


Abb. 8: Der lineare Verlauf von λ_{min} über $1/U$ bestätigt das Duane-Hunt-Gesetz (1). Aus der Steigung wird das Planck'sche Wirkungsquantum bestimmt.

h wird die Steigung m in Abb. 8 bestimmt:

$$m = (1,300 + 0,090 - 0,070) \cdot 10^{-6} \text{ Vm}$$

Aus (1) erhält man damit das Planck'sche Wirkungsquantum

$$h = \frac{me}{c} = (6,95 + 0,48 - 0,38) \cdot 10^{-34} \text{ Js}$$

Dieser Wert stimmt im Rahmen des Fehlers mit dem Literaturwert $h = 6,62 \cdot 10^{-34} \text{ Js}$ überein.

4.3 Compton-Effekt

Wird Röntgenstrahlung durch den Compton-Effekt an einem Kunststoffabsorber gestreut, ändert sich ihre Wellenlänge entsprechend (4). Mithilfe des Transmissionsspektrums $T_1(\lambda)$ eines Aluminiumabsorbers kann $\Delta\lambda$ und damit λ_c ermittelt werden.

Für den gesamten Versuch wird die Kupferanode bei $U_A = 35 \text{ kV}$ und $I_A = 1 \text{ mA}$ verwendet. Zur Bestimmung des Transmissionsspektrums $T_1(\lambda)$ werden zwei Messungen mit 2 mm -Apertur und LiF-Kristall im Winkelbereich $\Theta = 7,5^\circ$ bis $9,5^\circ$ in Winkelschritten von $0,1^\circ$ und jeweils 60 s Integrationszeit durchgeführt. In der ersten Messung wird die Zählrate $N_0(\lambda)$ ohne Absorber, in der zweiten Messung $N_1(\lambda)$ mit Absorber bestimmt. Die Messdaten werden mit Totzeitkorrektur und Winkeloffset ($+0,15^\circ$) korrigiert (siehe Anhang Abb. 27 und 26). Das Ergebnis $T_1(\lambda) = N_1(\lambda)/N_0(\lambda)$ ist in Abb. 9 dargestellt. Die Transmission fällt mit der Wellenlänge ab, der Verlauf wird linear genähert. Die Steigung ist

$$m_T = \frac{\Delta T_1}{\Delta\lambda} = -(7,7 + 1,8 - 1,4) \cdot 10^9 \frac{1}{m}$$

Nun wird der LiF-Kristall durch den Kunststoffstreuer (fester Winkel 135°) und die 2 mm - durch die 5 mm -Apertur ersetzt und drei Messungen unter $\alpha = 90^\circ$ mit 100 s Integrationszeit durchgeführt. In der ersten Messung wird die Zählrate N_2 ohne Absorber, in der zweiten Messung N_3 mit dem Absorber vor dem Kunststoffstreuer

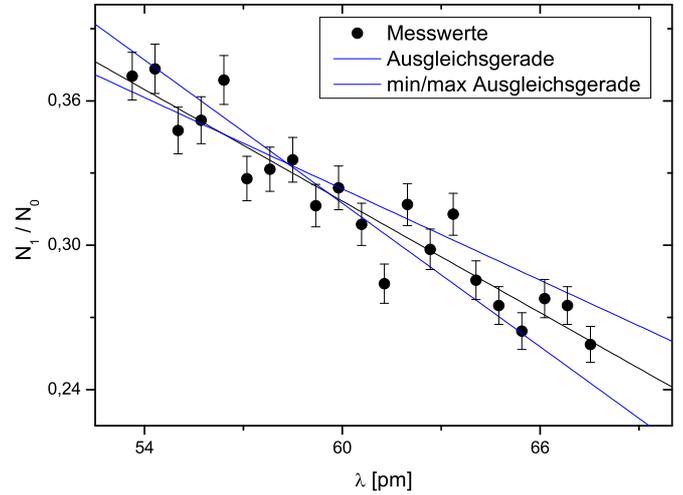


Abb. 9: Transmissionsspektrum des Aluminiumabsorbers.

und in der dritten Messungen N_4 mit dem Absorber hinter dem Streuer gemessen. Zusätzlich wird die Nullrate N_N ohne Absorber und Streuer bestimmt, die von allen anderen gemessenen Raten abgezogen wird, um nicht betrachtenswerte Ereignisse herauszurechnen. Diese vier Messungen werden jeweils vier Mal durchgeführt und gemittelt (siehe Anhang Tabelle 5).

Man berechnet nun die Transmissionskoeffizienten:

$$T_2 = \frac{N_3 - N_N}{N_2 - N_N} = 0,3294 \pm 0,0051$$

$$T_3 = \frac{N_4 - N_N}{N_2 - N_N} = 0,3030 \pm 0,0048$$

Aus diesen erhält man die Comptonwellenlänge:

$$\lambda_c = \Delta\lambda = \frac{T_3 - T_2}{m_T} = (3,4 + 0,8 - 1,1) \cdot 10^{-12} \text{ m}$$

Diese stimmt im Fehlerbereich mit dem Literaturwert $\lambda_{c,Lit} = 2,4 \text{ pm}$ überein. Der große Fehler resultiert hauptsächlich aus der stark fehlerbehafteten linearen Näherung des Transmissionsspektrums $T_1(\lambda)$.

4.4 Aufnahme eines Laue-Bildes

Wie in Abschnitt 3 beschrieben, wurde ein Laue-Bild mit einer Belichtungszeit von ca. 30 Minuten aufgenommen. Das Bild wurde eingescannt (Anhang Abb. 29) und zur besseren Identifikation der Reflexe nachbearbeitet (siehe Anhang Abb. 28). Der Abstand zweier gegenüberliegender Reflexe s wurde jeweils gemessen und mit dem Abstand vom Kristall zum Film $R = 1,86 \text{ cm}$ in den Beugungswinkel

$$\Theta_{mess} = \frac{1}{2} \arctan \frac{s}{R} \quad (10)$$

umgerechnet (siehe Anhang Tabelle 6). Der angegebene Fehler ist der Ablesefehler.

Durch den Vergleich mit theoretischen Winkeln Θ konnten die Reflexe bestimmten Kristallebenen (hkl) zugeordnet werden und die passenden Wellenlängen λ_m , die Netzebenenabstände d_{hkl} sowie die theoretischen Winkel θ

und Wellenlängen λ berechnet werden (Mathematica Notebook siehe Abb. 30 im Anhang). Als Ausschlusskriterium galten hier $\lambda < \lambda_{min}$ und Mischung aus geraden und ungeraden Miller-Indizes (fcc-Gitter). Auch Mehrdeutigkeiten durch höhere Beugungsordnungen konnten so ausgeschlossen werden. Tabelle 4 fasst die Ergebnisse zusammen.

$\Theta_{mess}/^\circ$	λ_m/nm	Reflexe	$\Theta/^\circ$	$d/\text{\AA}$	λ/nm
$17,5 \pm 0,6$	$7,3 \pm 0,3$	(113), ($\overline{113}$)	17,5	1,21	7,3
$17,4 \pm 0,6$	$7,3 \pm 0,3$	(131), ($\overline{131}$)	17,5	1,21	7,3
$17,4 \pm 0,6$	$7,3 \pm 0,3$	($\overline{131}$), ($\overline{131}$)	17,5	1,21	7,3
$17,5 \pm 0,6$	$7,3 \pm 0,3$	($\overline{113}$), ($\overline{113}$)	17,5	1,21	7,3
$26,9 \pm 0,6$	$8,1 \pm 0,2$	(204), ($\overline{204}$)	26,6	0,90	8,1
$24,2 \pm 0,6$	$6,7 \pm 0,2$	(224), ($\overline{224}$)	24,1	0,82	6,7
$24,0 \pm 0,6$	$6,7 \pm 0,2$	(242), ($\overline{242}$)	24,1	0,82	6,7
$26,5 \pm 0,6$	$8,0 \pm 0,2$	(240), ($\overline{240}$)	26,6	0,90	8,1
$24,1 \pm 0,6$	$6,7 \pm 0,2$	(242), ($\overline{242}$)	24,1	0,82	6,7
$24,2 \pm 0,6$	$6,7 \pm 0,2$	(224), ($\overline{224}$)	24,1	0,82	6,7
$31,7 \pm 0,5$	$7,2 \pm 0,1$	($\overline{315}$)	30,5	0,68	6,9
$31,8 \pm 0,5$	$7,2 \pm 0,1$	($\overline{315}$)	30,5	0,68	6,9

Tabelle 4: Ergebnisse des Laue-Bildes. Durch Vergleich der Winkel Θ_{mess} mit theoretischen Winkeln Θ können die Reflexe auf dem Film zugeordnet werden. Aus den Winkeln Θ_{mess} und den Miller-Indizes wurden die passenden Wellenlängen λ_m berechnet. Aus den Winkeln Θ und den Miller-Indizes wurden die Netzebenenabstände d_{hkl} sowie die theoretischen Wellenlängen λ (für senkrechten Einfall) berechnet.

Es ist anzunehmen, dass die Probenoberfläche nicht exakt senkrecht zum Strahl stand. Durch die Mittelung gegenüberliegender Winkel wurde dieser Fehler offenbar gut korrigiert, sodass Messwerte und Theorie für Reflexe mit $l < 5$ gut übereinstimmen. Die Verkippung zeigt sich aber bei den Reflexen ($\overline{315}$) und ($\overline{315}$). Hier waren keine gegenüberliegenden Reflexe zu finden, weshalb keine Mittelung durchgeführt wurde. Diese Werte weichen von der Theorie (bei senkrechtem Einfall) ab, sind aber vermutlich für die verkippete Probe im Rahmen des Fehlers korrekt.

5 Zusammenfassung

Anhand eines einfachen Aufbaus wurden die theoretischen Grundlagen der Röntgenstrukturanalyse und der Spektralzerlegung mittels des Drehkristallverfahrens nachvollzogen und experimentell bestätigt. Dazu zählt die Bestimmung der Energien der charakteristischen Linien von Eisen, Kupfer und Molybdän, die Verifizierung des Moseley-Gesetzes innerhalb seines Gültigkeitsbereiches und die quantitative Auswertung einer Laueaufnahme. In allen Fällen konnten die theoretischen Erwartungen erfüllt werden.

Literatur

[1] Anleitung Fortgeschrittenenpraktikum: Röntgenexperiment

[2] Strassberger: Aufbau eines Praktikumsversuchs zur Röntgenstrahlung

6 Anhang

6.1 Charakteristische Strahlung

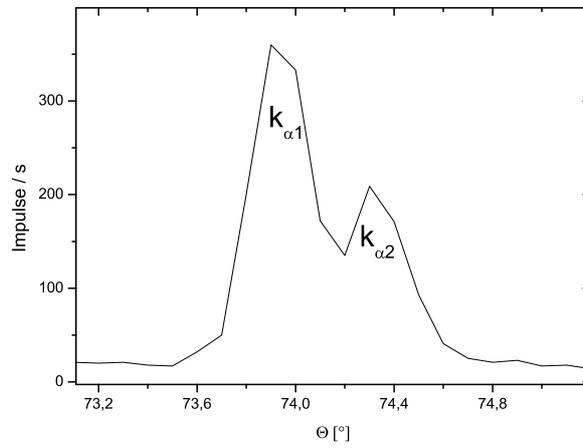


Abb. 10: Röntgenspektrum in vierter Beugungsordnung der K_{α} -Linie von Eisen. Es ist deutlich die Aufspaltung durch Spin-Bahn-Kopplung zu erkennen.

6.2 Intensität charakteristischer Strahlung

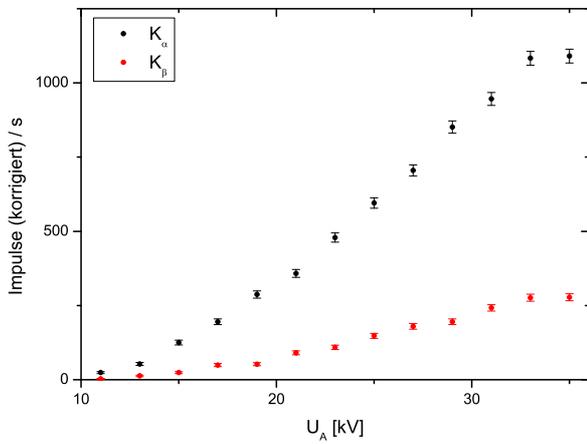


Abb. 11: Intensität über Anodenspannung.

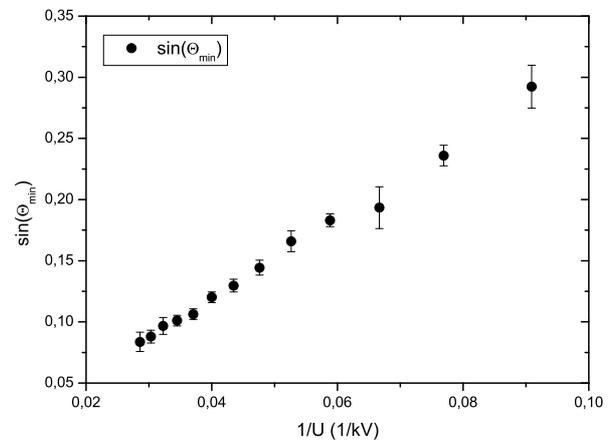


Abb. 12: Der lineare Verlauf des $\sin \Theta_{min}$ über $1/U$ resultiert aus der Braggbedingung (5) und dem Duane-Hunt-Gesetz (1).

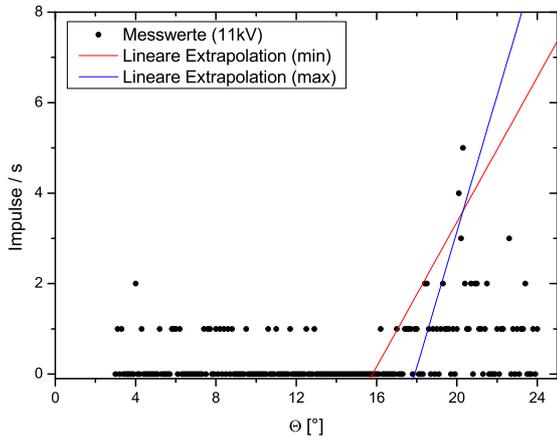


Abb. 13: Einsatzkantenbestimmung für $U_A = 11 \text{ kV}$.

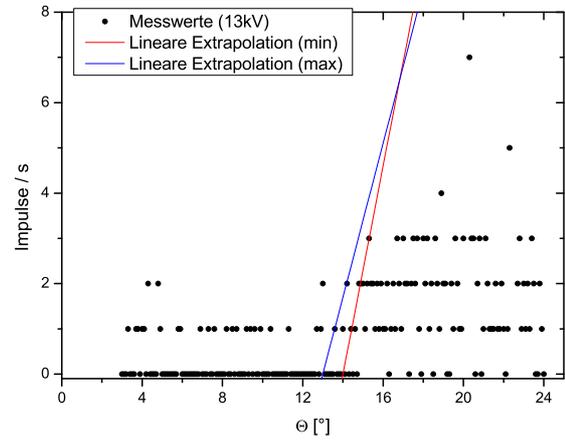


Abb. 14: Einsatzkantenbestimmung für $U_A = 13 \text{ kV}$.

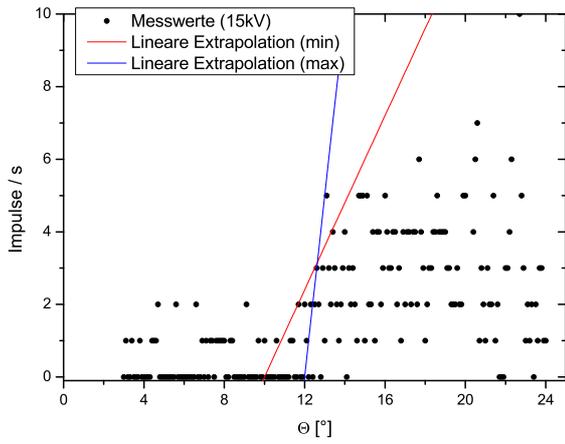


Abb. 15: Einsatzkantenbestimmung für $U_A = 15 \text{ kV}$.

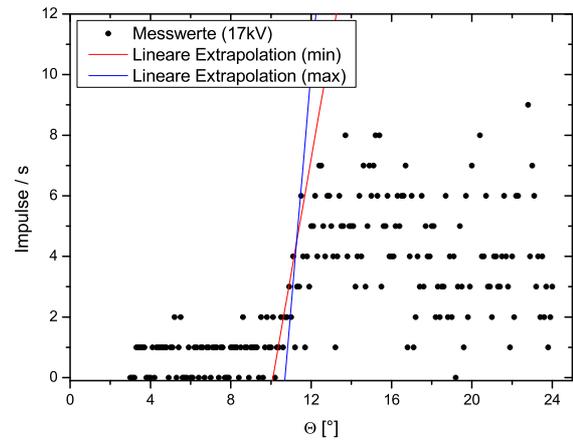


Abb. 16: Einsatzkantenbestimmung für $U_A = 17 \text{ kV}$.

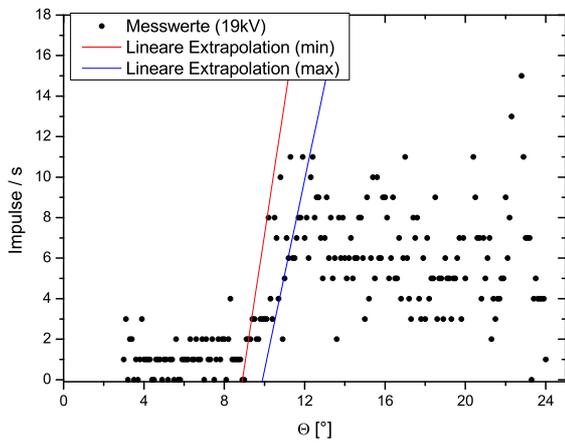


Abb. 17: Einsatzkantenbestimmung für $U_A = 19 \text{ kV}$.

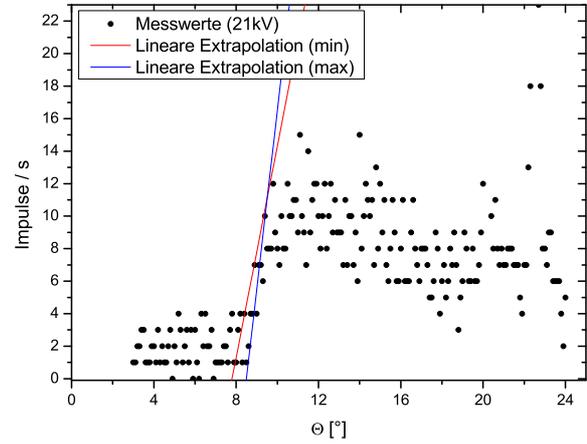


Abb. 18: Einsatzkantenbestimmung für $U_A = 21 \text{ kV}$.

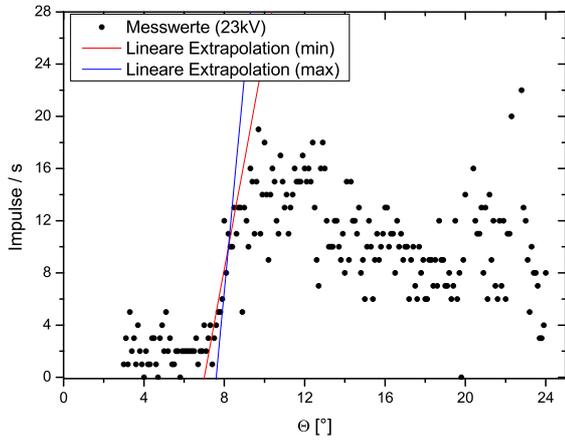


Abb. 19: Einsatzkantenbestimmung für $U_A = 23 \text{ kV}$.

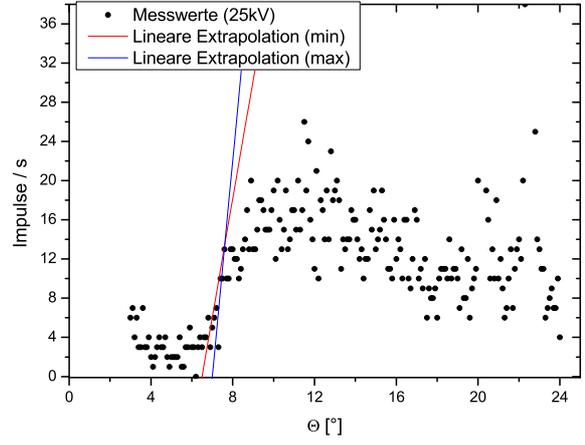


Abb. 20: Einsatzkantenbestimmung für $U_A = 25 \text{ kV}$.

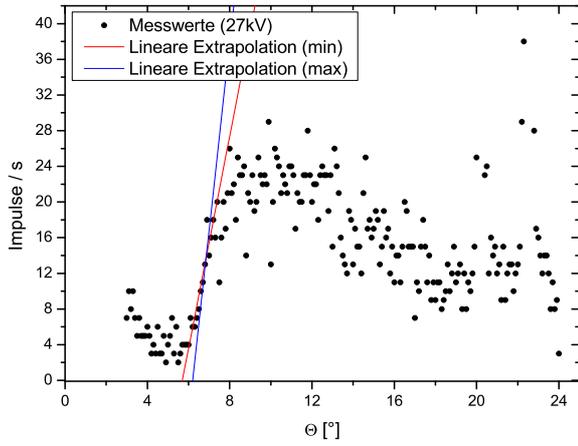


Abb. 21: Einsatzkantenbestimmung für $U_A = 27 \text{ kV}$.

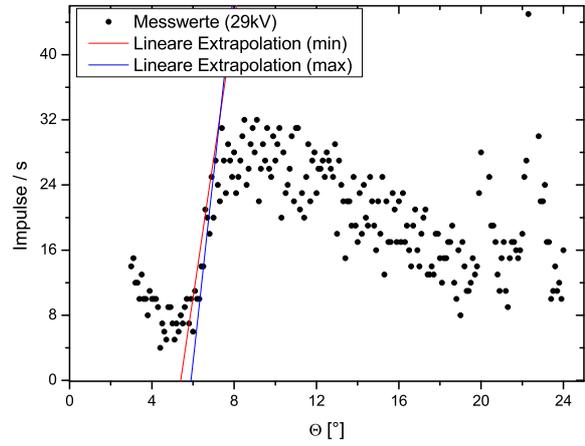


Abb. 22: Einsatzkantenbestimmung für $U_A = 29 \text{ kV}$.

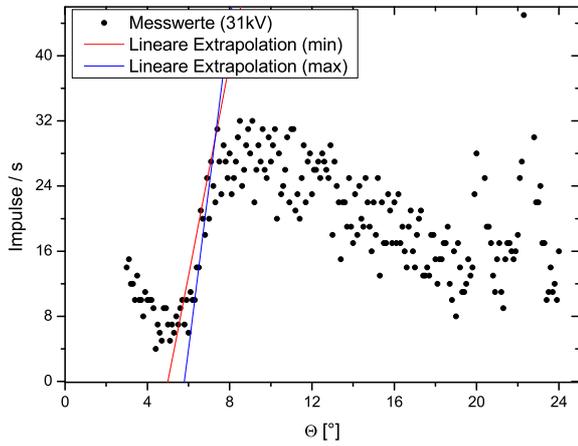


Abb. 23: Einsatzkantenbestimmung für $U_A = 31 \text{ kV}$.

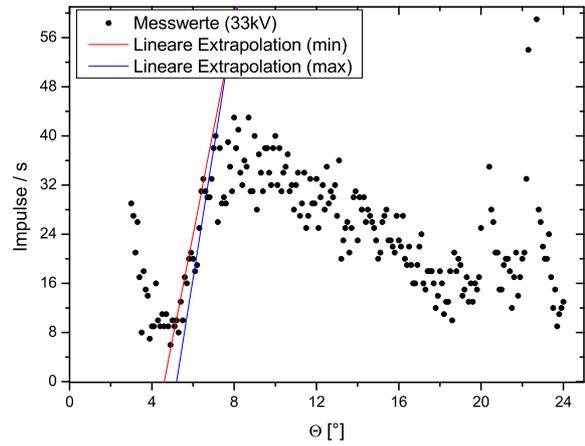


Abb. 24: Einsatzkantenbestimmung für $U_A = 33 \text{ kV}$.

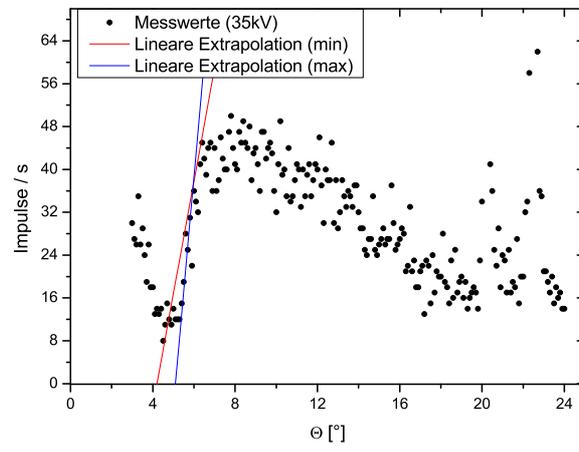


Abb. 25: Einsatzkantenbestimmung für $U_A = 35 \text{ kV}$.

6.3 Compton-Effekt

	N_N	N_2	N_3	N_4
a	6	196	69	64
b	6	195	69	64
c	6	195	67	63
d	5	198	68	62
\emptyset	$5,8 \pm 0,1$	$195,5 \pm 0,8$	$68,3 \pm 0,5$	$63,3 \pm 0,5$

Tabelle 5: Messwerte $a-d$ der Nullrate N_N , der Zählraten N_2 ohne Absorber, N_3 mit dem Absorber vor dem Kunststoffstreuer und N_4 mit dem Absorber hinter dem Kunststoffstreuer sowie die Mittelwerte \emptyset mit Standardfehler.

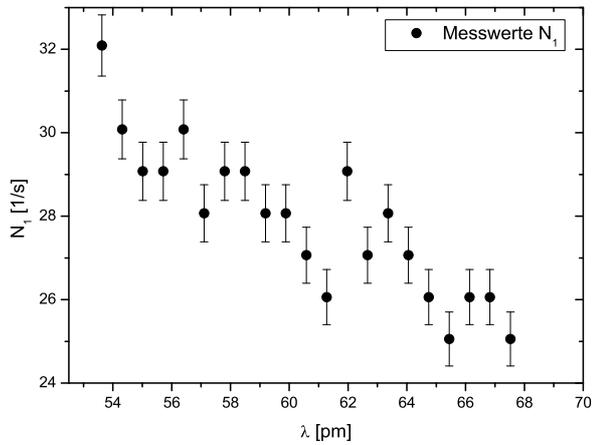


Abb. 26: Cu-Spektrum mit Aluminiumabsorber.

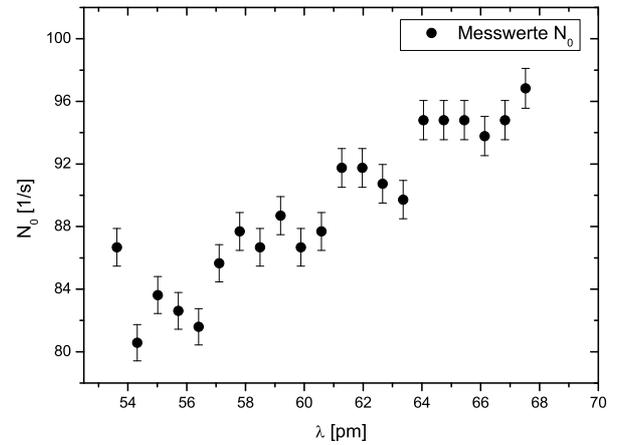


Abb. 27: Cu-Spektrum ohne Aluminiumabsorber.

6.4 Laueaufnahme

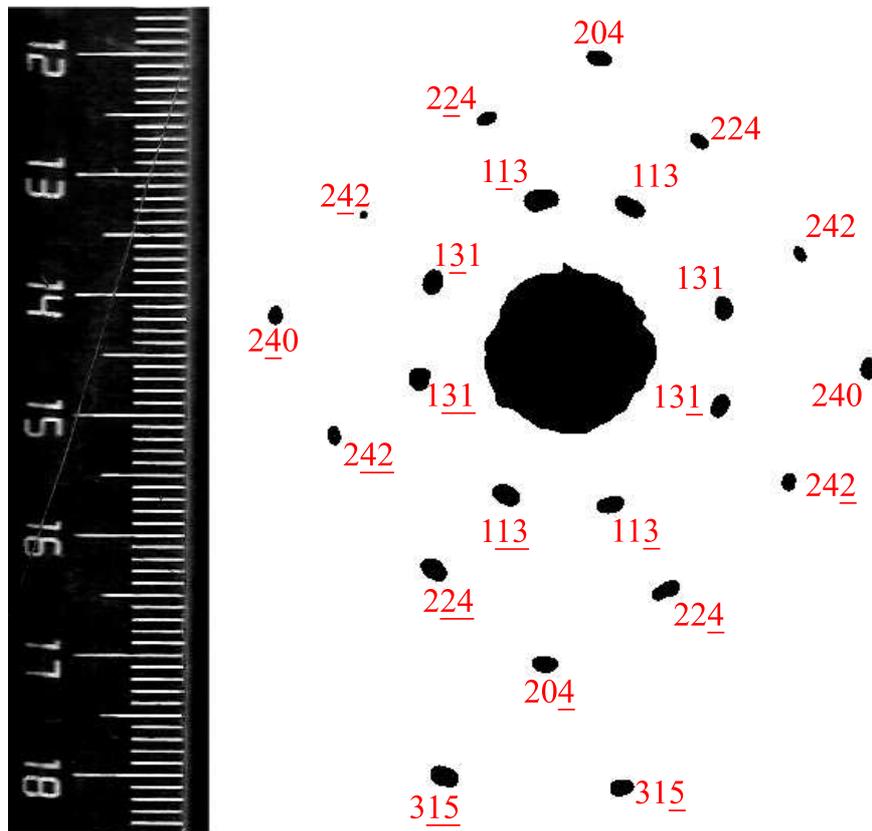


Abb. 28: Nachbearbeitete Laueaufnahme mit zugeordneten Reflexen. Negative Indizes sind unterstrichen. Die Zentimeterskala links wurde benutzt, um softwarebasiert die Abstände zwischen den gegenüberliegenden Reflexen zu bestimmen.

s/cm	$\Theta_{mess}/^\circ$
$2,6 \pm 0,1$	$17,5 \pm 0,6$
$2,6 \pm 0,1$	$17,4 \pm 0,6$
$2,6 \pm 0,1$	$17,4 \pm 0,6$
$2,6 \pm 0,1$	$17,5 \pm 0,6$
$5,1 \pm 0,1$	$26,9 \pm 0,6$
$4,2 \pm 0,1$	$24,2 \pm 0,6$
$4,1 \pm 0,1$	$24,0 \pm 0,6$
$4,9 \pm 0,1$	$26,5 \pm 0,6$
$4,2 \pm 0,1$	$24,1 \pm 0,6$
$4,2 \pm 0,1$	$24,2 \pm 0,6$
$7,5 \pm 0,1$	$31,7 \pm 0,5$
$7,5 \pm 0,1$	$31,8 \pm 0,5$

Tabelle 6: Gemessene Abstände s zweier gegenüberliegender Reflexe in der Laue-Aufnahme und daraus berechnete Beugungswinkel Θ_{mess} .

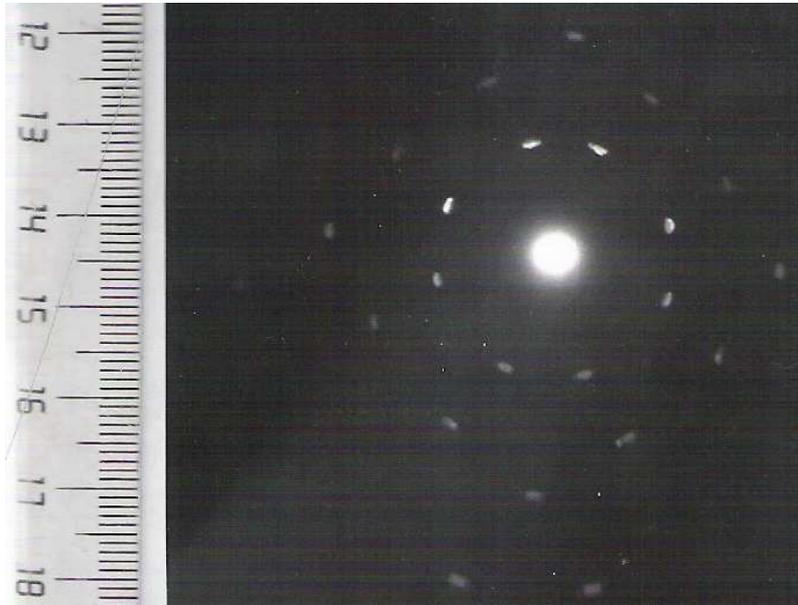


Abb. 29: Originale Laueaufnahme, eingescanned mit Zentimeterskala.

```

a = 4.028 * 10-10; max = 6;
d[h_, k_, l_] :=  $\frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}$ ;
For[h = 1, h <= max, h++,
  For[k = -max, k <= max, k++,
    For[l = -max, l <= max, l++,
      djo = d[h, k, l];  $\theta = \text{ArcSin}[h / \text{Norm}[\{h, k, l\}]]$ ;
       $\lambda = 2 * d[h, k, l] * \text{Sin}[\theta]$ ;
      If[6.09024 * 10-11 <  $\lambda$  &&  $\theta * 360 / 2 / \pi < 32$ ,
        If[(OddQ[h] && OddQ[k] && OddQ[l]) ||
          (! OddQ[h] && ! OddQ[k] && ! OddQ[l]),
          Print["(", h, k, l, ") ":
            d = ", djo * 1010, " A ,
             $\theta = "$ ,  $\theta * 360 / 2 / \pi // N$ , "° ,
             $\lambda = "$ ,  $\lambda * 10^{10}$ , " A"];
        ];
      ];
    ];
  ];
];

```

Abb. 30: Mathematica-Quelltext zur Berechnung der theoretischen Beugungswinkel Θ , Netzebenenabstände d_{hkl} und der entsprechenden Wellenlängen λ .