

P428 Röntgenstrahlung und Materialanalyse

P428.1 Versuchsziel

- Untersuchung der charakteristischen Röntgenstrahlung einer unbekannten Anode und Auflösung der Feinstruktur der K_α -Linie von Molybdän mittels Bragg-Reflexion an einem NaCl-Einkristall.
- Anwendung der Röntgenfluoreszenz zur zerstörungsfreien Analyse chemischer Zusammensetzungen.
- Untersuchung der Gitterstruktur kristalliner Stoffe mit Hilfe des Laue-Verfahrens.

P428.2 Notwendige Vorkenntnisse

- Röntgenstrahlen (Erzeugung und Nachweis, kontinuierliches und charakteristisches Röntgenspektrum, Feinstruktur)
- Bragg-Reflektion (Röntgenbeugung, Bragg-Bedingung, Glanzwinkel)
- Röntgenfluoreszenz (Grundlagen, Bestimmung der Massenanteile einzelner Komponenten)
- Laue-Verfahren (Laue-Bedingung, Miller'sche Indizes, Elementarzelle, Glanzwinkel, Netzebenenabstand)
- Geiger-Müller-Zählrohr (Aufbau, Funktionsweise, Totzeit)
- Röntgenenergiedetektor (Aufbau, Funktionsweise, PIN-Photodiode, Vielkanalanalysator)

P428.3 Literatur

- L. Bergmann, C. Schäfer: „*Lehrbuch der Experimentalphysik IV*“
- W. R. Leo: „*Techniques for Nuclear and Particle Physics Experiments*“
- C. Grupen: „*Teilchendetektoren*“
- J. Bienlein, R. Wiesendanger : „*Einführung in die Struktur der Materie*“
- Demtröder: „*Experimentalphysik 3*“
- Haken, Wolf: „*Atom- und Quantenphysik*“
- Für die Auswertung: „*X-Ray Data Booklet*“ (<http://xdb.lbl.gov/>)

P428.4 Aufgaben

Bestimmen Sie mit Hilfe der Bragg-Reflektion an einem NaCl-Einkristall die Wellenlänge und Energie der charakteristischen Röntgenstrahlung einer unbekannten Röntgenröhre. Untersuchen Sie anschließend die Feinstruktur der K_α -Linie von Molybdän in der vierten Beugungsordnung und bestimmen Sie den Wellenlängenabstand $\Delta\lambda$ innerhalb des Dubletts.

Weiterhin nehmen Sie mit dem Röntgenenergiedetektor das Fluoreszenz-Spektrum von vier verschiedenen Legierungen auf und bestimmen die einzelnen Komponenten der **vier** Legierungen. Zusätzlich werden die Massenanteile der einzelnen Komponenten **einer** dieser Proben bestimmt.

Am zweiten Versuchstag wird eine Laue-Aufnahme eines Einkristalls (NaCl- bzw. LiF-Kristall) aufgenommen. Der Röntgenfilm wird entwickelt und die Symmetrie sowie die Gitterstruktur des Kristalls werden untersucht.

P428.5 Durchführung und Analyse

P428.5.1 Bragg-Reflektion

Geräte

- Vollschutzröntgengerät mit unbekannter Anode 1, 2 oder 3
- Kollimator mit 1 mm Spaltbreite
- Goniometer
- Zählrohr im Zählrohrhalter (Sensorarm) mit 1 mm Spaltbreite
- NaCl-Kristall (25 ± 1 mm x 25 ± 1 mm x 3-4 mm)
- PC (USB-Stick **bitte mitbringen**)

Aufbau

Für die ersten beiden Versuchsteile muss das Goniometer eingebaut sein (siehe Abb.P428.1). Sollte dies nicht der Fall sein, findet sich eine Einbauanleitung in der '*Gebrauchsanweisung 554831-Goniometer*' im Ordner im Versuchraum oder der Tutor ist beim Einbau behilflich.

Die unbekannte Röntgenröhre wird folgendermaßen eingebaut:

- Röntgengerät ausschalten, Röntgenröhre gegebenenfalls mehrere Minuten abkühlen lassen.
- Rotes Hochspannungskabel senkrecht nach oben aus dem Kühlkörper ziehen.
- Befestigungsschraube am runden Röhrensockel lösen (nicht abschrauben!).
- Röntgenröhre am Kühlkörper fassen und vorsichtig aus dem Sockel ziehen.

- Röntgenröhre am Glaskörper fassen und Kühlkörper abschrauben (normales Rechtsgewinde).
- Kühlkörper entnehmen und auf das Gerät stellen.
- Röntgenröhre entnehmen und in die vorgesehene Schachtel legen.
- Unbekannte Röntgenröhre aus der Schachtel nehmen und in den Bleiglas-Zylinder eintauchen. Röntgenröhre so in die Fassung stecken, dass die Schräge der Anode zum Messraum weist. Röntgenröhre bis zum Anschlag herunterdrücken.
- Befestigungsschraube am runden Röhrensockel festschrauben.
- Kühlkörper handfest aufschrauben.
- Hochspannungskabel senkrecht von oben soweit in die Bohrung des Kühlkörpers einführen, dass auch die Isolierung in die Bohrung eintaucht.
- Röntgengerät einschalten.

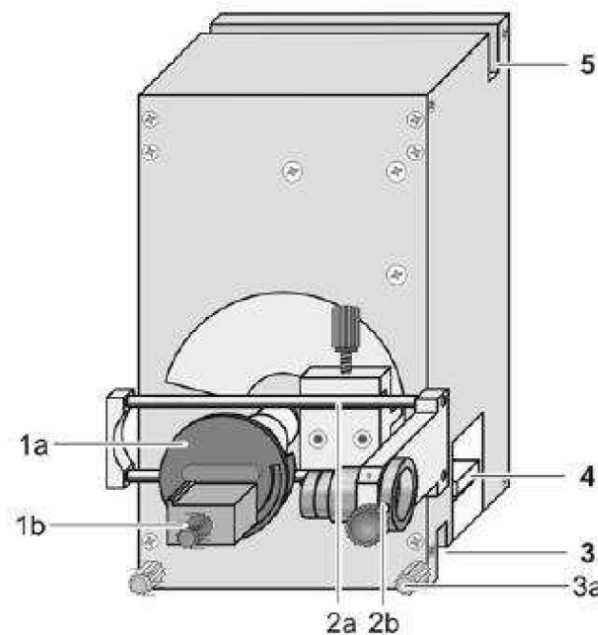


Abbildung P428.1: Aufbau Goniometer; 1: Targetarm mit Targethalter (1a), Targettisch (1b); 2: Sensorarm mit Sensorhalter (2a), Sensoraufnahme (2b); 3: untere Führungsnut mit Rändelschrauben (3a); 4: Pfostenbuchse; 5: obere Führungsnut (LD Handblätter Physik)

Der Kollimator mit der größeren Spaltbreite (1 mm) wird in die Kollimatoraufnahme eingebaut (Führungsnut beachten). Der Sensorarm (ebenfalls mit der größeren Spaltbreite) mit dem Zählrohr wird am Goniometer befestigt und das Zählrohrkabel an die Buchse 'GM-Tube' angeschlossen und festgeschraubt. Zuletzt wird der Targethalter in das Loch im Goniometer eingesetzt und festgeschraubt.

Der Abstand zwischen der Spaltblende des Kollimators und dem Targethalter soll ca. 5 cm betragen, der Abstand zwischen Targethalter und Zählrohr ca. 6 cm. Den NaCl-Kristall flach auf den Targettisch legen, Targettisch vorsichtig bis zum Anschlag anheben und Schraube anziehen (dabei mögliches Verkanten durch leichtes Anpressen vermeiden).

Hinweis:

Der NaCl-Kristall ist hygroskopisch und zerbrechlich: Kristall möglichst trocken lagern, mechanische Belastungen auf den Kristall vermeiden, nur die Stirnseiten des Kristalls anfassen (beiliegende Handschuhe und/oder Pinzette verwenden).

Durchführung

Starten Sie das Programm 'Röntgengerät' am PC. Mit F5 gelangen Sie in die 'Einstellungen' wo Sie folgende Parameter wählen:

- Röhrenhochspannung $U = 35,0 \text{ kV}$.
- Emissionsstrom $I = 1,00 \text{ mA}$.
- Meßzeit pro Winkelschritt $\Delta t = 10 \text{ s}$.
- Winkelschrittweite $\Delta\beta = 0,1^\circ$.
- Taster COUPLED bei den Goniometereinstellungen aktivieren (Warum?).
- Winkeleinstellungen $\beta_{\min} = 2,0^\circ$ und $\beta_{\max} = 25,0^\circ$.
- Mit SCAN Messung und Datenübertragung zum PC starten.
- Um das Spektrum zu speichern, drücken Sie mit der rechten Maustaste auf die Tabelle links neben dem Spektrum. Wählen Sie den Menüpunkt 'Tabelle kopieren'. Öffnen Sie den 'Windows-Editor' (Verknüpfung auf dem Desktop) und fügen Sie die Tabelle ein. Speichern Sie Ihre Ergebnisse für die weitere Auswertung in einem neuen Ordner mit Ihrem Gruppennamen.

Achtung:

Die Messung der Feinstruktur der charakteristischen Röntgenlinien in der vierten Beugungsordnung wird nach der Materialanalyse durchgeführt und über Nacht laufen gelassen, da die gesamte Messdauer knapp 12 Stunden beträgt.

Für die Feinstrukturmessung wird die Molybdän-Anode sowie der hochauflösende Kollimator und der entsprechende Zählrohrhalter mit dünnem Spalt (0,3 mm Spaltbreite) verwendet. Am PC werden die folgende Parameter eingestellt:

- Röhrenhochspannung $U = 35,0$ kV.
- Emissionsstrom $I = 1,00$ mA.
- Meßzeit pro Winkelschritt $\Delta t = 120$ s.
- Winkelschrittweite $\Delta\beta = 0,01^\circ$.
- Taster COUPLED bei den Goniometereinstellungen aktivieren.
- Winkeleinstellungen $\beta_{\min} = 28,5^\circ$ und $\beta_{\max} = 32,0^\circ$.
- Mit SCAN Messung und Datenübertragung zum PC starten.
- Bildschirm über Nacht ausschalten.

Auswertung

Durch das Anpassen von Gaussfunktionen an die Daten oder über das Programm '*Röntgengerät*' (mit der rechten Maustaste auf das Spektrum klicken, Menüpunkt '*Peakschwerpunkt berechnen*' wählen, gewünschten Bereich markieren, Wert wird unten links angezeigt) können die Schwerpunkte der charakteristischen Röntgenlinien berechnet werden. Mit Hilfe der erhaltenen Peakschwerpunkte und dem *Bragg'schen Reflektionsgesetz* kann die Wellenlänge λ der charakteristischen Röntgenstrahlung sowie deren Energie bestimmt werden. Dadurch kann das Anodenmaterial bestimmt werden. Bei der Feinstrukturmessung geben Sie zusätzlich den Wellenlängenabstand $\Delta\lambda$ des Dubletts an.

Vergleichen Sie alle Ergebnisse mit den in der Literatur vorhandenen Werten. Diskutieren Sie, woher die Aufspaltung bei der Feinstrukturmessung zustande kommt und warum sie erst bei höherer Ordnung sichtbar wird!

P428.5.2 Zerstörungsfreie Analyse chemischer Zusammensetzungen

Geräte

- Vollschutzröntgengerät mit Cu-Anode
- Kollimator mit 1 mm Spaltbreite
- Goniometer
- Sensorarm mit Röntgenenergiedetektor
- Kalibriertarget (FeZn-Plättchen)
- Targetsatz Legierungen (1-4)
- Targetsatz Fluoreszenz (verschiedene Materialien)
- PC (**USB-Stick bitte mitbringen**)

Aufbau

Für die Materialanalyse wird die Cu-Röntgenröhre verwendet. Dazu wechseln Sie die Röhre wie in P428.5.1 beschrieben.

Zusätzlich wird für diese Messung der Röntgenenergiedetektor verwendet. Dazu muss der Sensorarm mit dem Zählrohr entfernt werden und der Energiedetektor eingebaut werden:

- Anschlußkabel des Tischnetzgeräts zur Stromversorgung des Energiedetektors durch den Leerkanal des Röntgengeräts führen (falls noch nicht geschehen) und an die Mini-DIN-Buchse des Energiedetektors anschließen.
- Sensorarm mit Energiedetektor am Goniometer befestigen.
- Signalausgang des Detektors mittels BNC-Kabel an die SIGNAL IN-Buchse des Röntgengeräts anschließen.
- Anschlusskabel soweit nachführen, dass ein vollständiger Schwenk des Sensorarms möglich ist.
- Tischnetzgerät ans Netz anschließen (nach ca. 2 min leuchtet die Leuchtdiode des Energiedetektors grün und er ist betriebsbereit).
- Die Abstände zwischen Spaltblende des Kollimators und Drehachse sowie zwischen Drehachse und Eintrittsöffnung des Energiedetektors jeweils auf ca. 5-6 cm einstellen.
- Taster COUPLED am Röntgengerät drücken und den Winkel mit Dreheinsteller Adjust auf 45° einstellen. Das Target steht dann 45°, der Sensor bei 90°.

Durchführung

Legen Sie das Kalibriertarget (FeZn-Plättchen) auf den Targettisch. Starten Sie am PC das Programm 'Cassy Lab'. Wählen Sie für die Messparameter folgende Einstellungen:

- Vielkanalmessung aktivieren; 512 Kanäle; negative Pulse; Verstärkung = $-2,5$; Messdauer = 180 s.
- Am Röntgengerät stellen Sie $U = 35,0$ kV, $I = 1,00$ mA ein und schalten mit dem Schalter HV ON/OFF die Hochspannung ein.
- Die Spektrumaufnahme wird nun mit der Taste F9 am PC gestartet.
- Um das Spektrum zu speichern, drücken Sie mit der rechten Maustaste auf die Tabelle links neben dem Spektrum. Wählen Sie den Menüpunkt 'Tabelle kopieren'. Öffnen Sie den 'Windows-Editor' (Verknüpfung auf dem Desktop) und fügen Sie die Tabelle ein. Speichern Sie Ihre Ergebnisse für die weitere Auswertung.

Anschließend nehmen mit den selben Messparametern die Spektren der vier unbekannten Legierungen sowie die Referenzspektren der Elemente Blei (Pb), Eisen (Fe), Gold (Au), Indium (In), Kupfer (Cu), Nickel (Ni), Silber (Ag), Titan (Ti), Wolfram (W), Zinn (Sn), Zink (Zn) und Zirkonium (Zr) auf.

Hinweis: Nicht alle Referenzspektren werden für die spätere Auswertung gebraucht.

Auswertung

Das Spektrum des FeZn-Plättchens wird zur Energieeichung verwendet. In diesem Spektrum sind die K_α - sowie K_β -Linien von Eisen und Zink deutlich zu sehen. Führen Sie anhand dieser vier Linien eine Energiekalibrierung durch (Geradenfit) und übertragen Sie diese auf die Spektren der Legierungen. Bestimmen Sie somit die Bestandteile der Plättchen.

Hinweis: Fehlende Vergleichswerte können dem *X-Ray Data Booklet* entnommen werden.

Massenanteilsbestimmung

Zum Berechnen der Massenanteile wird die Tatsache ausgenutzt, dass die Höhe eines Peaks zur Anzahl der strahlenden Atome n proportional ist. Im Referenzspektrum ist die Anzahl n_0 durch die Dichte des Stoffes ρ , sein Atomgewicht A , die bestrahlte Fläche S und die effektive Dicke d der durchstrahlten Schicht bestimmt:

$$n_0 = S \cdot d \cdot \frac{\rho}{A}$$

Für die Anzahl der Atome jeder Sorte in der Legierung kann in der ersten Näherung der Ausdruck

$$n = n_0 \cdot \frac{H}{H_0} = V \cdot \frac{\rho}{A} \cdot \frac{H}{H_0}$$

benutzt werden. Dabei sind H und H_0 die Höhen entsprechender Peaks im zu analysierenden Spektrum bzw. im Referenzspektrum, $V = S \cdot d$ ist das bestrahlte Volumen. Damit wird der Massenanteil C_i der Elementnummer i in der Legierung zu:

$$C_i = \frac{n_i \cdot A_i}{\sum_i n_i \cdot A_i} = \frac{\rho_i \cdot \frac{H_i}{H_{0,i}}}{\sum_i \rho_i \cdot \frac{H_i}{H_{0,i}}}$$

Bestimmen Sie somit anhand der jeweiligen Resonanz-Linien der Referenzspektren, sowie der Resonanz-Linien im Spektrum einer von Ihnen gewählten Legierung die Massenanteile der jeweiligen Elemente.

Mit welcher chemischen Zusammensetzung stimmen die von Ihnen ermittelten Legierungskomponenten und deren Massenanteile überein?

Wodurch wird das Spektrum evtl. verfälscht (sekundäre Fluoreszenz etc.)? Wie verändert sich das Ergebnis wenn zwischen Drehachse und Eintrittsöffnung des Energiedetektors ein anderer Abstand gewählt wird?

P428.5.3 Laue-Aufnahme

Geräte

- Vollschutzröntgengerät mit Cu- oder Mo-Anode
- Kollimator mit 1 mm Spaltbreite
- Lochblende mit angebrachtem NaCl- bzw. LiF-Kristall zur Laue-Aufnahme
- Filmhalter auf Experimentierschiene
- AGFA Dentus M2 Comfort Röntgenfilm

Aufbau

Für die Laue-Aufnahme wird ein hochempfindlicher Film für Röntgenaufnahmen zur sofortigen Entwicklung verwendet. Jeder einzelne Film ist zur Verwendung bei Tageslicht lichtdicht in eine Kunststoffhülle eingeschweißt.

- Targethalter und Sensorarm ausbauen. Das Goniometer selber kann im Experimentierraum verbleiben.
- Röntgenfilm mittig auf der markierten Fläche des Filmhalters festklemmen und darauf achten, dass der Film möglichst über seine gesamte Fläche plan aufliegt.
- Filmhalter auf der Experimentierschiene verschieben und somit Abstand zwischen Kristall und Film einstellen (15 mm bei NaCl und 11 mm bei LiF).
- Lochblende auf Kollimator aufsetzen und sorgfältig so drehen, dass die Außenkanten des Kristalls möglichst genau horizontal bzw. vertikal verlaufen.

- Experimentierschiene im Experimentierraum des Röntgengeräts montieren (weiße Seite des Films sollte zum Kollimator zeigen).

Durchführung

- Röhrenhochspannung $U = 35 \text{ kV}$, Emissionsstrom $I = 1,0 \text{ mA}$ und $\Delta\beta = 0,0^\circ$ einstellen.
- Messzeit Δt einstellen (1800 s für NaCl und 1200 s für LiF).
- Belichtungsuhr mit Taster SCAN starten.
- Nach Ablauf der Belichtungszeit den Filmhalter mit Experimentierschiene aus dem Experimentierraum entnehmen.
- Röntgenfilm entnehmen und gemäß ausliegender 'Gebrauchsanweisung zum Röntgenfilm' entwickeln.
- Entwicklerdose und Zubehör gründlich säubern.

Auswertung

Ziel der Auswertung ist die Zuordnung der für die Streuung verursachenden Netzebenschar 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 liegt in der x-y-Ebene (siehe Abb. P428.2). 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* erfüllt, verlässt den Kristall unter dem Winkel 2ϑ zur Primärstrahlung und trifft im Punkt $P = (x_p, y_p, 0)$ auf den Röntgenfilm. Es ist also:

$$\tan(2\vartheta) = \frac{\sqrt{x_p^2 + y_p^2}}{L} \quad (\text{P428.1})$$

L : Abstand zwischen Kristall und Röntgenfilm

Die Winkelhalbierende des Winkels 2ϑ gibt die Richtung der Netzebenenchar (hkl) an, die den Reflex verursacht. Die auf der Winkelhalbierenden errichtete Senkrechte durch O bildet mit der Strecke \overline{OP} den Winkel ϑ und schneidet eine Parallele zur z-Achse durch P im Punkt Q . Der Vektor \vec{OQ} hat die Koordinaten (x_Q, y_Q, z_Q) mit

$$\tan(\vartheta) = \frac{z_Q}{\sqrt{x_Q^2 + y_Q^2}} \quad (\text{P428.2})$$

und verläuft parallel zum Vektor \vec{G} des reziproken Gitters ($G = (h, k, l) \cdot \frac{1}{a_0}$; a_0 : Gitterkonstante).

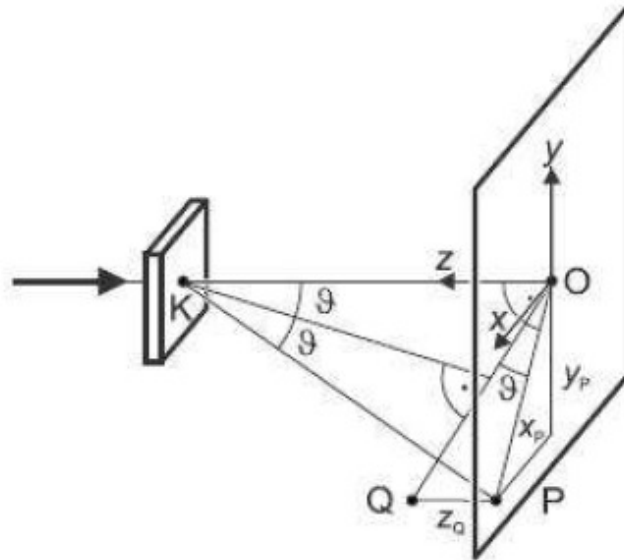


Abbildung P428.2: Geometrische Beschreibung zur Auswertung (LD Handblätter Physik)

Wegen $x_p = x_Q, y_p = y_Q$ und Gleichung (P428.1) ist:

$$z_Q = \sqrt{x_Q^2 + y_Q^2 + L^2} - L \quad (\text{P428.3})$$

Die im Versuch verwendeten Kristalle sind parallel zur (100)–Ebene geschnitten, ihre Kristallachsen stimmen also mit dem Laborkoordinatensystem überein. Daher folgt aus der Parallelität der Vektoren \vec{G} und \vec{OQ} :

$$h : k : l = x_Q : y_Q : z_Q \quad (\text{P428.4})$$

Die gesuchten Indizes h, k, l eines Reflexes auf dem Röntgenfilm sind daher das **kleinste, ganzzahlige, ungemischte Zahlentripel** (Was bedeutet das?), dass Gleichung (P428.4) erfüllt. Aus ihnen können alle Parameter der den Reflex verursachenden Beugung berechnet werden:

- Transparentes Millimeterpapier passend auf Röntgenfilm legen (alternativ am PC einscannen und ausmessen), x_Q – bzw. y_Q –Koordinate der Reflexe ablesen und z_Q –Koordinate gemäß Gleichung (P428.3) berechnen.
- Indizes h, k und l gemäß Gleichung (P428.4) identifizieren.
- Netzebenenabstand d , Glanzwinkel ϑ und Wellenlänge λ aus den Indizes h, k, l berechnen.

Diskutieren Sie zusätzlich den Fehler bei der Zuordnung der *Miller'schen Indizes*.

Viel Erfolg bei der Durchführung!

Stand: 1/2014