

ZULASSUNGSARBEIT

zur Wissenschaftlichen Prüfung für das Lehramt an  
Gymnasien im Frühjahr 1974 in Würzburg

Joachim Straßberger

AUFBAU EINES PRAKTIKUMSVERSUCHS ZUR RÖNTGENSTRAHLUNG

Dozent: Professor Dr. H. Langhoff

Fächerverbindung: 1. Fach (Zulassungsfach): Physik  
2. Fach: Mathematik

## INIALTSVERZEICHNIS

1.	<u>Einleitung</u>	1
2.	<u>Gesetzmäßigkeiten der Röntgenspektren</u>	3
2.1.	Das Emissionsspektrum	3
2.1.1.	Bremsspektrum	3
2.1.2.	Charakteristische Strahlung	4
2.2.	Das Absorptionsspektrum	6
3.	<u>Interferenz von Röntgenstrahlen</u>	8
3.1.	LAUE-Gleichungen	8
3.2.	BRAGG'sche Reflexionsbedingung	9
3.3.	Strukturamplitude S	10
4.	<u>Experimentelle Nachweismethoden für Röntgeninterferenzen</u>	12
4.1.	Das BRAGG-Verfahren	12
4.2.	Das DEBYE-SCHERRER-Verfahren	13
4.3.	Das LAUE-Verfahren	15
5.	<u>Vorbemerkungen zu den Versuchen</u>	16
5.1.	Apparatur	16
5.1.1.	Der Röntgengenerator PW 1008/85	16
5.1.2.	Das Geiger-Müller Zählrohr Victoreen 1 B 85	18
5.1.3.	Das Spektrometer	21
5.2.	Strahlenbelastung und Strahlenschutz	26
6.	<u>Messungen und Meßergebnisse</u>	28
6.1.	Röntgenspektralanalyse	28
6.1.1.	Die Emissionsspektren der Röntgenröhre	28
6.1.2.	Bestimmung des Planck'schen Wirkungsquantums $h$ - Isochromatenmethode	35
6.1.3.	Photographische Aufnahme des Spektrums	37

6.1.4.	Absorptionsspektren	38
6.1.4.1.	K - Absorptionskanten	38
6.1.4.2.	L - Absorptionskanten	43
6.2.	Kristallstrukturbestimmung mit DEBYE-SCHERRER-Aufnahmen	46
6.2.1.	Vorbetrachtungen	46
6.2.2.	Auswertung von DEBYE-SCHERRER-Aufnahmen	48
6.2.3.	Fehlerquellen	50
6.2.4.	DEBYE-SCHERRER-Aufnahmen von Al, Cu, Mo, W	51
6.3.	Untersuchung der Symmetrie einiger Einkristalle mit LAUE-Aufnahmen	54
6.3.1.	Vorbetrachtungen	54
6.3.2.	Indizierung eines LAUE-Diagramms - Gnomonische Projektion	55
6.3.3.	LAUE-Aufnahmen von Al, LiF, Ge, Te und ihre gnomonische Projektion	57
7.	<u>Empfehlungen und Hinweise zur Versuchsdurchführung im Praktikum</u>	63
7.1.	BRAGG-Spektroskopie	63
7.2.	Anfertigung der DEBYE-SCHERRER-Aufnahmen	64
7.3.	Anfertigung der LAUE-Aufnahmen	64
	Anhang: „Anleitung zum Praktikumsversuch“	
	Literaturverzeichnis	
	Erklärung	

## 1. E I N L E I T U N G

1912 gelang von LAUE, FRIEDRICH und KNIPPING der Nachweis der Wellennatur der Röntgenstrahlung durch Beugung an Kristallgittern. 1913 entwickelten W.H. und W.L. BRAGG die Theorie zur Kristallstrukturbestimmung mit Röntgenstrahlen. Seit diesem Zeitpunkt hat sich die Röntgenstrukturanalyse zu einer der wichtigsten Methoden zur Erforschung der Feinstruktur der Materie entwickelt. Neben der qualitativen und quantitativen Analyse der Materie findet sie Anwendung zur Feststellung von kleinen Änderungen der Atomabstände eines bekannten Gitters, zur Erforschung der Kristallstruktur und Bestimmung der Atomordnung in der Elementarzelle des Gitters, zur kristallographischen Orientierung eines Einkristalls, sowie zur Bestimmung von elastischen Spannungen in Werkstoffen u.a.m. Wichtige Anwendungsgebiete der Röntgenspektroanalyse in Physik und Technik sind Bestimmung der Besetzung der Energieniveaus der Atome, Ermittlung des Einflusses der chemischen Bindung, der Temperatur und magnetischer Felder auf die Elektronenverteilung, Bestimmung der Bandbreiten von Kristallen und der Elektronenverteilung in den Elektronenbändern, sowie die Analyse von komplizierten Legierungen.

Ziel dieser Arbeit war der Aufbau und eine didaktisch wie physikalisch sinnvolle Ausarbeitung eines Versuchs für das Fortgeschrittenenpraktikum, mit dem sehr allgemein gehaltenen Titel "Experimente mit Röntgenstrahlen". Es galt, mit den vorhandenen Apparaturen mehrere Experimente durchzuführen, daraus die für das Praktikum geeignetsten Versuche

auszuwählen und die optimalen Versuchsparameter zu ermitteln. Die Arbeit wurde so verfaßt, daß sie auch als eine etwas umfangreichere Anleitung für die Praktikanten dienen kann.

Der Versuch selbst stellt eine gute Verbindung von Atom- und Festkörperphysik dar. Geht es bei diesen Experimenten doch sowohl um die Physik der Röntgenstrahlen, als auch um die Strukturbestimmung von Kristallen.

Entsprechend gliedert sich auch der Aufbau der Arbeit. Einer Untersuchung der Spektren -- Absorptions- wie Emissionsspektren -- der Röntgenstrahlung, was sich in etwa in den Themenkreis "BRAGG-Spektroskopie" (bzw. Röntgenspektralanalyse) einordnen läßt, folgt der Abschnitt der mehr in die Festkörperphysik geht -- genauer gesagt in die Kristallographie -- und der sich mit dem DEBYE-SCHERRER- und dem LAUE-Verfahren und der Strukturermittlung von Kristallen mit deren Hilfe befaßt (Röntgenstrukturanalyse).

Es ist nicht Sinn der Arbeit, die zu den Versuchen gehörenden theoretischen Grundlagen detailliert darzulegen. Sind diese Gebiete doch so bedeutend in der Physik, daß sie in jedem Buch zu diesem Themenkreis nachgelesen werden können. Jedoch sollten gewisse sich wiederholende Begriffe und Grundtatsachen nicht unerwähnt bleiben. So besteht der erste Teil der Arbeit aus einer knappen Zusammenfassung der Theorie, die zur Durchführung und Auswertung der Experimente unbedingt vorausgesetzt werden muß.

Im Anhang ist die Anleitung beigelegt, die den Praktikanten zum Versuch zur Verfügung steht. Öfters ist im Text auf diese Anleitung verwiesen, damit einige Hinweise zur Versuchsdurchführung nicht zusätzlich aufgeführt werden mußten. Die Experimente wurden so ausgewählt, daß die Versuchsdauer etwa acht Stunden beträgt.

## 2. G E S E T Z M Ä ß I G K E I T E N D E R R Ö N T G E N - S P E K T R E N

Da der Themenkreis "Röntgenspektroskopie" den überwiegenden Teil der experimentellen Arbeit darstellt, sei hier eine knappe Zusammenfassung der Theorie der Röntgenstrahlen angeführt, soweit sie für die späteren Versuche von Bedeutung ist.

### 2.1. Das Emissionsspektrum [1]

#### 2.1.1. Bremsspektrum

Der größte Teil der vom Anodenmaterial einer Röntgenröhre emittierten Strahlung besteht aus einem Wellenlängenkontinuum mit einer der Abb.1 b entsprechenden spektralen Verteilung. Für die kürzeste der in dieser Strahlung enthaltenen Wellenlänge  $\lambda_{\min}$  gilt nach dem DUANE-HUNT'schen Gesetz:

$$\lambda_{\min} [\text{\AA}] = \frac{12,34}{U [\text{kV}]} \quad (1)$$

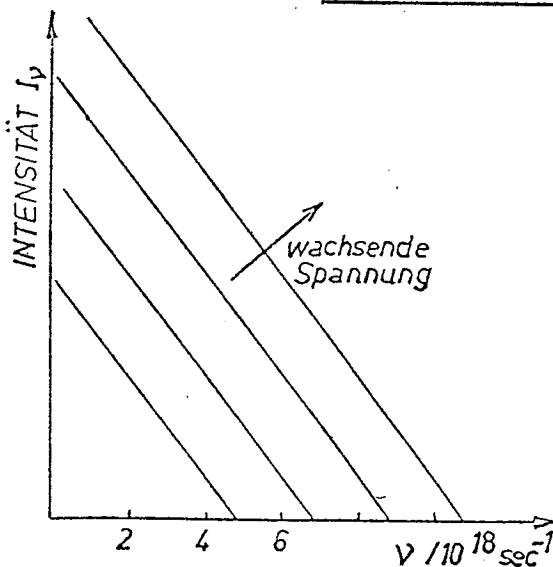


Abb.1a

Spektrale Intensitätsverteilung  $I_\nu$  in Abhängigkeit von der Frequenz  $\nu$

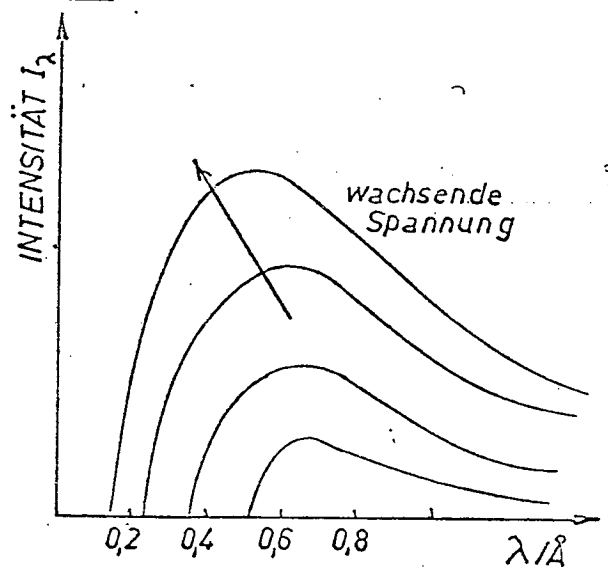


Abb.1b

Spektrale Intensitätsverteilung  $I_\lambda$  in Abhängigkeit von der Wellenlänge  $\lambda$

Mit steigender Anodenspannung  $U$  verschiebt sich die Grenze des Spektrums und das Intensitätsmaximum nach kürzeren Wellenlängen hin. Die Form des kontinuierlichen Spektrums ist dabei für alle Elemente gleich.

Ebenso wächst die Strahlenausbeute mit wachsendem  $U$ . Trägt man nämlich die spektrale Intensitätsverteilung  $I_\nu$  als Funktion der Frequenz  $\nu$  auf, so erhält man parallele Geraden (Abb. 1a). Die spektrale Intensität  $I_\nu$  ist dann gegeben durch

$$I_\nu = \text{const}(\nu_{\text{max}} - \nu)$$

wobei  $\nu_{\text{max}}$  die nach der Einstein'schen Beziehung berechnete Maximalfrequenz ist. Als Gesamtstrahlung erhält man dann

$$I = \int_0^{\nu_{\text{max}}} I_\nu d\nu = \text{const} \cdot \nu_{\text{max}}^2 = \text{Const} \cdot U^2$$

wobei noch der Proportionalitätsfaktor abhängig von der Ordnungszahl  $Z$  des Anodenmaterials ist.

Die klassische Theorie erklärt die Entstehung des Kontinuums aus der Bremsung der schnellen Elektronen im Anodenmaterial. Dabei verlieren die Elektronen einen wesentlichen Teil oder ihre gesamte Energie, die unmittelbar in elektromagnetische Strahlung (Bremsstrahlung) verwandelt wird.

### 2.1.2. Charakteristische Strahlung

Dem kontinuierlichen Spektrum sind die charakteristischen Emissionslinien des Anodenmaterials überlagert. In Abb. 2 ist dies für zwei verschiedene Anoden (Cu, Mo) schematisch dargestellt. Das Emissionsspektrum eines Elements besteht aus mehreren mit K, L, M, N, ... bezeichneten Liniengruppen mit verschiedenen Anregungsbedingungen, die eine eindeutige Identifizierung des Elements ermöglichen.

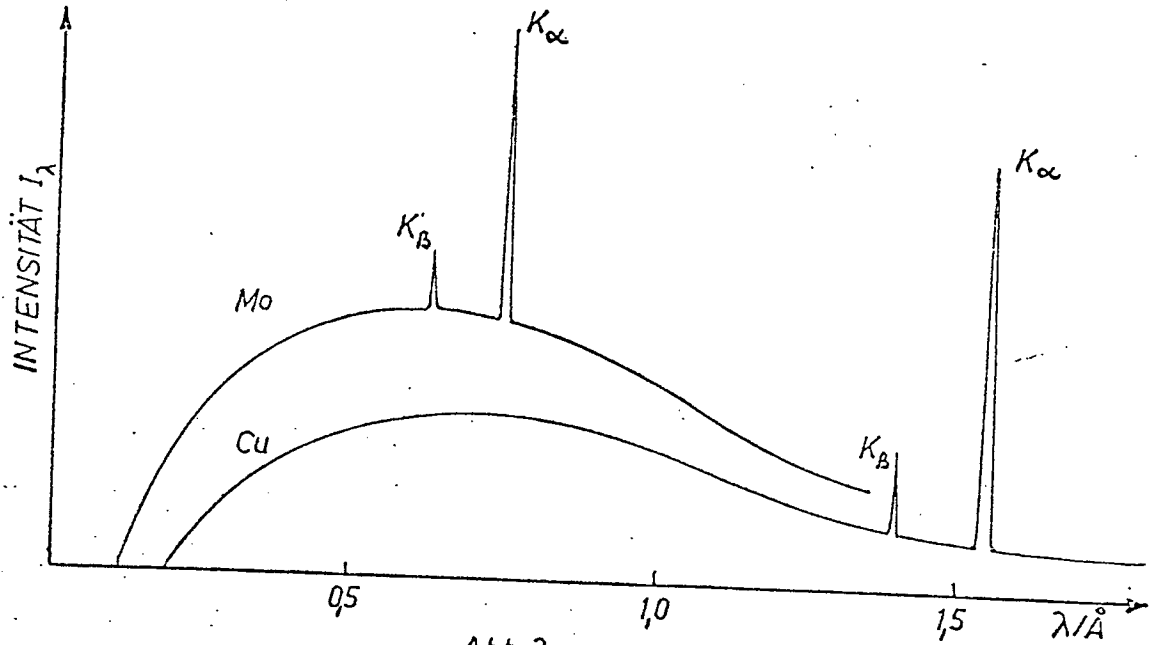


Abb. 2  
Röntgenspektrum einer Molybdän- und einer Kupfer-Anode  
Dem Bremsspektrum sind die charakteristischen Emissions-  
linien überlagert.

Die Entstehung der Röntgenserien kann man an Hand des BOHR'schen Atommodells in einfacher Weise deuten. Ist z.B. die Energie der anregenden Kathodenstrahlen größer als die Ionisierungsarbeit für die Atomelektronen eines bestimmten inneren Energieniveaus, dann kann ein Elektron aus diesem Niveau das Atom als Photoelektron verlassen. Der nunmehr in diesem Niveau frei gewordene Platz kann dann durch ein Elektron einer äußeren Schale ausgefüllt werden. Dieser Vorgang ist von der Emission eines Strahlenquants mit einer der Energiedifferenz der beiden Niveaus entsprechenden Frequenz begleitet. So wird die K-Serie dann emittiert, wenn K-Elektronen die Atome als Photoelektronen verlassen und die im K-Niveau frei gewordenen Plätze aus L-, M-, N-Elektronen ergänzt werden. Alle Übergänge, die das K-Niveau als Endniveau haben, gehören zur K-Serie. Die langwelligeren L-, M- und N-Serien werden immer verwickelter in ihrem Aufbau gemäß der



zunehmenden Aufspaltung der Energieniveaus und der verschiedenen Übergangsmöglichkeiten.

Die Frequenzen der Linien lassen sich nach dem MOSELEY'schen Gesetz

$$\nu = R \cdot c (Z-a)^2 \left( \frac{1}{n^2} - \frac{1}{m^2} \right)$$

berechnen, wobei  $R = 1,097 \times 10^7 \text{ m}^{-1}$  (Rydbergkonstante) und  $a$  eine Abschirmungskonstante bedeuten.

## 2.2. Das Absorptionsspektrum [2]

Ein Röntgenstrahlbündel erfährt beim Durchgang durch Materie in der Strahlenrichtung einen Intensitätsverlust. Die Intensitätsabnahme  $\frac{dI_x}{I_x}$  ist der Weglänge proportional:

$$(*) \quad \frac{dI_x}{I_x} = -\mu \cdot dx$$

Der Proportionalitätsfaktor  $\mu$  heißt **l i n e a r e r A b - s o r p t i o n s k o e f f i z i e n t**. Er hängt von der Art der Materie und der Wellenlänge ab.

$$[\mu] = \text{cm}^{-1}$$

Integration der Gleichung (\*) von 0 bis  $x$  liefert

$$I_x = I_0 e^{-\mu x}$$

Der auf die Einheit der Dichte des durchstrahlten Materials bezogene Absorptionskoeffizient

$$\mu_m = \frac{\mu}{\rho}$$

heißt **M a s s e n a b s o r p t i o n s k o e f f i z i e n t**.

$$[\mu_m] = \text{cm}^2 \text{g}^{-1}$$

Somit erhält man für die durchgelassene Strahlung

$$\boxed{I = I_0 e^{-\mu_m d}} \quad (2)$$

wobei  $I_0$  die Intensität ohne Absorber und  $d=x \cdot \rho$  die Flächen-

dichte in  $\text{gcm}^{-2}$  des Absorbers bedeuten.

Im folgenden wird zur Vereinfachung der Schreibweise der Massenabsorptionskoeffizient nur noch mit  $\mu$  bezeichnet.

Trägt man  $\mu$  in Abhängigkeit von  $\lambda$  auf, so ergibt sich folgendes Bild (Abb.3):

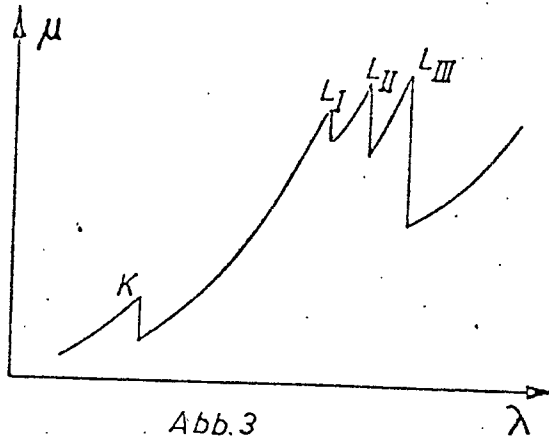


Abb.3

Abhängigkeit des Absorptionskoeffizienten von der Wellenlänge. Schematische Darstellung der Absorptionskanten.

Der Absorptionskoeffizient nimmt mit abnehmender Wellenlänge (zunehmender Energie) ab, wächst aber für bestimmte Wellenlängen an den Absorptionskanten sprunghaft an, um dann weiter stetig abzunehmen. Die Zunahme der Absorption an den Kanten ist darauf zurückzuführen, daß die Anregung der charakteristischen Strahlung des Absorber-

materials, und zwar der ganzen K- oder L-Serie möglich wird.

Die Wellenlängen der Absorptionskanten sind gegeben durch

$$\lambda = \frac{h \cdot c}{E}$$

wobei E die Energie des angeregten Atomniveaus ist.

### 5. INTERFERENZ VON RÖNTGENSTRAHLEN

Voraussetzung zum Verständnis der für die späteren Untersuchungen wichtigen Gleichungen ist die Kenntnis der Bedeutung der Begriffe wie: Basis, Kristallstruktur, Einheitszelle, Gitter, reziprokes Gitter, Miller-Indizes u.a. An dieser Stelle sei auf drei Begriffe kurz eingegangen. Es sind dies:

die LAUE-Gleichungen

die BRAGG'sche Reflexionsbedingung

die Strukturamplitude  $S$

#### 3.1. LAUE-Gleichungen [3]

Trifft ein Röntgenstrahl auf einen Kristall, so wird jedes von ihm erfaßte Atom (durch erzwungene Schwingungen der Elektronenhülle) zum Ausgangspunkt einer kugelförmigen Elementarwelle. Diese Wellen interferieren wegen der Regelmäßigkeit des Kristallbaus unter Ausbildung regelmäßiger Maxima und Minima. Die Lagen der Zonen konstruktiver Interferenz beschreiben die LAUE-Gleichungen:

$$\underline{a} \cdot \underline{\Delta k} = 2\pi \cdot q$$

$$\underline{b} \cdot \underline{\Delta k} = 2\pi \cdot r$$

$$\underline{c} \cdot \underline{\Delta k} = 2\pi \cdot s$$

wobei  $q, r, s = 0, \pm 1, \pm 2, \dots$

$\underline{\Delta k} = \underline{k}' - \underline{k}$  mit  $\underline{k}$  = Wellenzahlvektor der Primärwelle

$\underline{k}'$  = Wellenzahlvektor der gestreuten

Welle

$\underline{a}, \underline{b}, \underline{c}$  Gittervektoren

Mit einigen mathematischen Umformungen lassen sich diese drei Gleichungen zu einer Gleichung zusammenfassen, und zwar zur

### 3.2. BRAGG'schen Reflexionsbedingung

$$2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda \quad (3)$$

mit

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (4)$$

= Abstand der Netzebenen in kubischen Kristallen mit Gitterkonstante  $a$

$\theta$  = Einfallswinkel des Röntgenstrahls mit der Wellenlänge  $\lambda$  (Im Gegensatz zur Optik wird der Winkel  $\theta$  nicht gegen das Einfallslot, sondern gegen die reflektierende Netzebene gemessen)

$n$  = Ordnung der Reflexion

Aus Gleichung (3) erkennt man, daß sich nicht ohne weiteres feststellen läßt, ob ein Reflex 1. Ordnung der Wellenlänge  $\lambda$  vorliegt, oder ein Reflex 2. Ordnung der Wellenlänge  $\lambda/2$  usw.

Die BRAGG-Formel läßt sich auch gemäß Abb.4 geometrisch interpretieren als eine Tiefenreflexion der Röntgenstrahlen an der durch die Miller-Indizes (hkl) gegebenen Netzebenen-

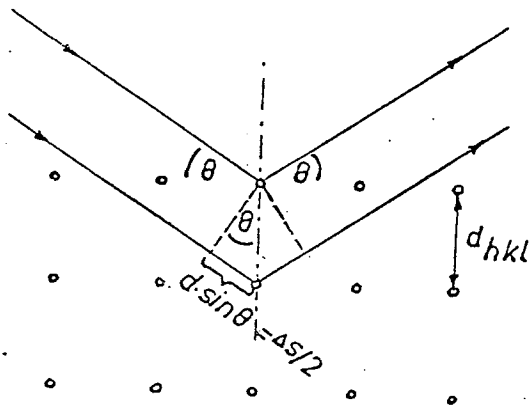


Abb.4

schar. Soll ein Maximum entstehen, so müssen zwei von benachbarten Ebenen der Schar reflektierte Teilbündel einen Gangunterschied  $\Delta s$  von ganzen Wellenlängen haben.

Konstruktive Interferenz  $\Leftrightarrow \Delta s = n\lambda$

Gleichzeitig gilt (vgl. Abb.4)

$$\Delta s = 2d_{hkl} \sin \theta$$

Zur Ableitung der Bragg'schen Reflexionsbedingung  $2d \sin \theta = n\lambda$

### 3.3. Strukturamplitude S [3]

Ein für die späteren Betrachtungen sehr wichtiger Begriff ist die Strukturamplitude. Die LAUE-Gleichungen und Gleichung (3) bestimmen alle Reflexionen (hkl), die an den Netzebenen eines bestimmten gegebenen Kristallgitters möglich sind. Die relativen Intensitäten der verschiedenen Reflexe hängen vom Aufbau der Einheitszelle ab: von der Zahl, dem Ort und der Elektronenverteilung der Atome innerhalb der Einheitszelle.

In jeder Einheitszelle seien nun  $s$  Atome. Bezüglich eines Atoms in einer Ecke der Einheitszelle mögen sich diese Atome an den Stellen

$$\underline{r}_j = u_j \underline{a} + v_j \underline{b} + w_j \underline{c} \quad (u_j, v_j, w_j \in \mathbb{R})$$

befinden, und alle Elektronen des Atoms  $j$  an der Stelle  $\underline{r}_j$  konzentriert sein.  $f_j$ , der atomare Streufaktor, sei ein Maß für das Streuvermögen des Atoms  $j$ . Unter Berücksichtigung dieser Tatsache geht dann in den Ausdruck für die Amplitude der an den Gitteratomen gestreuten Welle multiplikativ ein weiterer Term ein, die sogenannte Strukturamplitude

$$S = \sum_{j=1}^s f_j e^{-i \underline{r}_j \Delta \underline{k}}$$

Mit

$$\underline{r}_j \Delta \underline{k} = 2\pi \cdot (u_j h + v_j k + w_j l) \quad \text{folgt dann}$$

$$S(hkl) = \sum_{j=1}^s f_j e^{-2\pi i (u_j h + v_j k + w_j l)} \quad (5)$$

für die relative Intensität des Reflexes (hkl), denn die Intensität ist dann proportional  $SS^*$ .

Anwendung von (5) auf konkrete Fälle zeigt, daß der Faktor  $S(hkl)$  zur völligen Auslöschung der Reflexe führen kann.

In den beiden folgenden Anwendungen wird vorausgesetzt, daß das Kristallgitter aus gleichen Atomen besteht, d.h. daß alle  $f_j$  gleich sind.

1) bcc - Gitter (Abb.5)

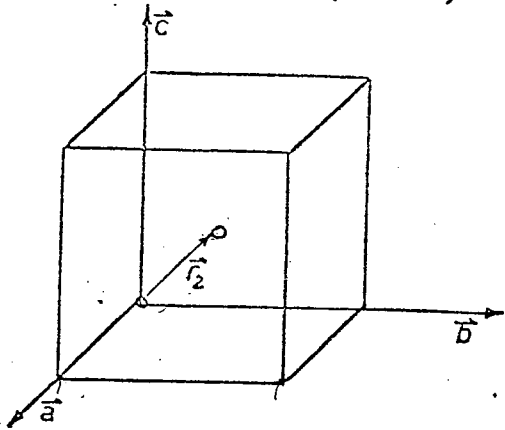


Abb.5

Orte  $\underline{r}_j$  der Atome  $j$  in der Einheitszelle des bcc-Gitters

Die Einheitszelle des bcc-Gitters wird von den Atomen an den Stellen  $\underline{r}_1 = (0,0,0)$  und  $\underline{r}_2 = (1/2, 1/2, 1/2)$  aufgespannt.

$$\Rightarrow u_1=v_1=w_1=0 \text{ und } u_2=v_2=w_2=1/2$$

Mit  $f_1=f_2=f$  folgt für  $S(hkl)$ :

$$S(hkl) = f(1+e^{-i\pi(h+k+l)})$$

Fallunterscheidung:

$(h+k+l)$  gerade  $\Rightarrow S = f(1+1) = 2f$  Verstärkung

$(h+k+l)$  ungerade  $\Rightarrow S = f(1-1) = 0$  Auslöschung

D.h. für das bcc-Gitter gilt

$$\text{Auslöschung} \iff (h+k+l) \text{ ungerade}$$

2) fcc - Gitter (Abb.6)

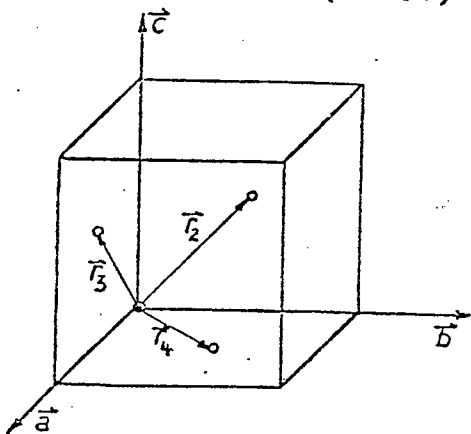


Abb.6

Orte  $\underline{r}_j$  der Atome  $j$  in der Einheitszelle des fcc-Gitters

Die Einheitszelle des fcc-Gitters wird von den Atomen an den Stellen

$$\underline{r}_1 = (0,0,0), \underline{r}_2 = (0, 1/2, 1/2)$$

$$\underline{r}_3 = (1/2, 0, 1/2) \text{ und}$$

$$\underline{r}_4 = (1/2, 1/2, 0) \text{ aufgespannt.}$$

$$\Rightarrow u_1=v_1=w_1=0; v_2=w_2=1/2, u_2=0;$$

$$u_3=w_3=1/2, v_3=0; u_4=v_4=1/2, w_4=0;$$

Somit ist 
$$S(hkl) = f(1+e^{-i\pi(k+l)} + e^{-i\pi(h+l)} + e^{-i\pi(h+k)})$$

Analoge Fallunterscheidung wie oben liefert:

- 0 Indizes gerade, 3 Indizes ungerade:  $S = 4f$
- 1 Index gerade, 2 Indizes ungerade:  $S = 0$
- 2 Indizes gerade, 1 Index ungerade:  $S = 0$
- 3 Indizes gerade, 0 Indizes ungerade:  $S = 4f$

Insgesamt gilt also für das fcc-Gitter

Auslöschung  $\Leftrightarrow$  h,k,l gemischt

Diese Diskussion kann auf kubische Gitter beschränkt bleiben, da nur dieser Gittertyp im weiteren Anwendung findet. Anderen Gitterstrukturen, vor allem solchen, die aus verschiedenen Atomen (mit verschiedenen Streufaktoren  $f_j$ ) aufgebaut sind, liegt eine kompliziertere Theorie zugrunde. Statt Auslöschung erhält man hier meist nur eine Schwächung der Reflexe.

#### 4. EXPERIMENTELLE NACHWEISMETHODEN FÜR RÖNTGENINTERFERENZEN

Die BRAGG'sche Reflexionsbedingung verlangt, daß  $\theta$  und  $\lambda$  aufeinander abgestimmt sind: Röntgenstrahlen der Wellenlänge  $\lambda$ , die auf einen dreidimensionalen Kristall unter einem beliebigen Winkel treffen, werden im allgemeinen nicht reflektiert. Um die BRAGG-Bedingung zu erfüllen ist es notwendig, entweder die Wellenlänge oder den Winkel über einen weiten Bereich zu variieren. Im Experiment erreicht man dies, indem man einen kontinuierlichen Bereich von entweder  $\lambda$  oder  $\theta$  vorgibt. Hierzu werden drei Verfahren, zum Teil mit sehr komplizierten Modifikationen, verwendet.

##### 4.1. Das BRAGG - Verfahren [4]

Von W.H.BRAGG (1913) stammt die in Abb.7 skizzierte Spektrometeranordnung zur Beobachtung von Röntgeninterferenzen.

Ihr Prinzip ist, „einfarbiges“ Röntgenlicht (d.h.  $\lambda = \text{const.}$ ) unter einer Richtung auf einen sich drehenden Einkristall (d.h.  $\theta$  ist variabel) auffallen zu lassen.

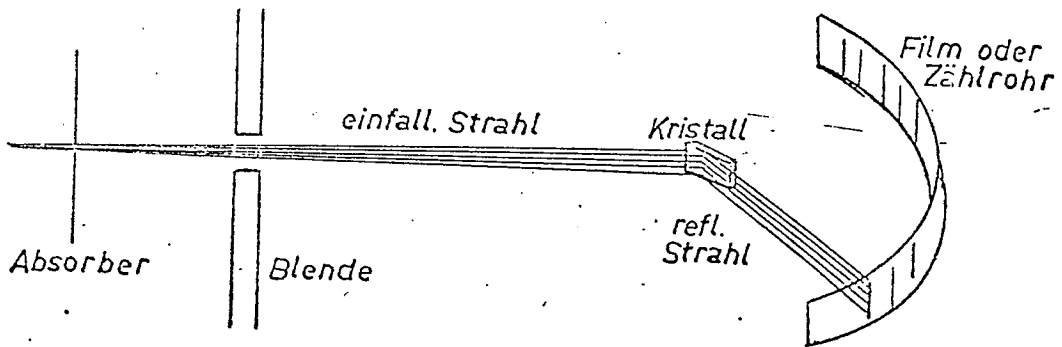


Abb. 7

Das Prinzip des  
BRAGG-Verfahrens

Bei einfarbiger Beleuchtung gelangt nur unter gewissen Winkeln ein reflektierter Strahl zum Detektor oder Film. Durch Ausmessen der Lage und der Intensitätsverteilung der Reflexe lassen sich sodann Rückschlüsse auf die Kristallstruktur ziehen.

Zu diesem Verfahren ist folgende Anmerkung zu machen: In der Praxis - wie auch im Praktikumsversuch - wird häufig die Umkehrung dieses Verfahrens angewandt. Auf einen sich drehenden Einkristall fällt weißes Röntgenlicht. Nach der BRAGG'schen Gleichung werden nur „passende“ Wellenlängen reflektiert, so daß dieses Verfahren zur Herstellung monochromatischer Strahlung dient.

#### 4.2. Das DEBYE - SCHERRER Verfahren [4]

Ein weiteres Verfahren zur Herstellung der Interferenzen stammt von P. DEBYE und P. SCHERRER (1916). Auch bei diesem Verfahren gibt man  $\lambda$  vor und variiert  $\theta$ , so daß es unter diesem Gesichtspunkt nur eine Abwandlung von 4.1. ist.



Der prinzipielle Unterschied gegenüber dem BRAGG-Verfahren ist der, daß kein einheitlich wohlausgebildeter Kristall notwendig ist, sondern im Gegenteil ein möglichst feinkörniges Kristallpulver.

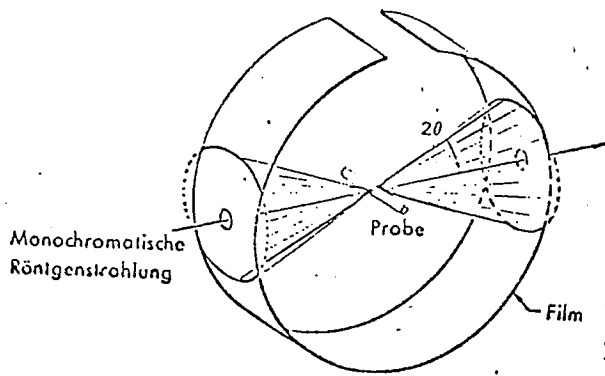


Abb. 8

Das Prinzip des DEBYE-SCHERRER-Verfahrens

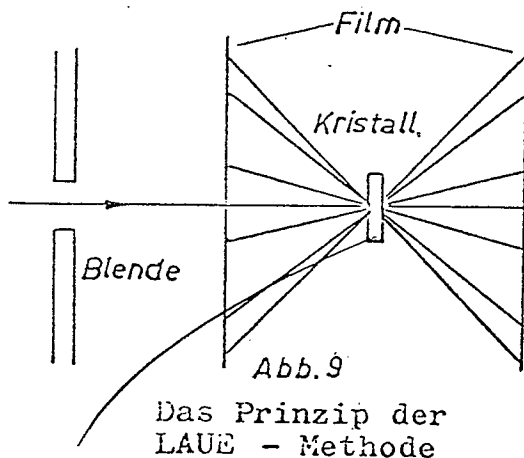
Das Röhrrchen mit dem Kristallpulver steht im Mittelpunkt eines kreisförmig gebogenen Films (Abb. 8) und wird von einem monochromatischen Röntgenstrahl durchstrahlt. In diesem Pulver sind alle möglichen Orientierungen der Kristallite statistisch vorhanden, so daß sich unter den vielen Kriställchen die bestrahlt werden, eine gewisse Anzahl von solcher Lage befindet, daß eine Flächensorte mit dem einfallenden Strahl den Reflexionswinkel  $\theta$  bildet. Andere Kriställchen werden andere Netzebenen in der für sie richtigen Neigung darbieten. Da die Reflexionswinkel  $\theta$  an den verschiedenen Flächensorten wegen der Verschiedenheit der Netzebenenabstände andere sind, erhält man auf dem Film eine Reihe von Reflexen unter verschiedenen Winkeln. Die Interferenzen gleicher Ordnung erfüllen je einen Kreiskegel mit der Spitze im durchstrahlten Kristallpulver und der Öffnung  $2\theta$  um die Richtung des einfallenden Strahls. Die Schnitte dieser Kreiskegel mit dem Film ergeben Scharen konzentrischer Kreise. Durch Messung der Linienabstände am abgerollten Film erhält man die Winkel  $\theta$ , die als Ausgangspunkt zur Strukturbestimmung dienen.

Ein großer Nachteil des Verfahrens ist, daß es bei Kristallen niedriger Symmetrie (z.B. rhombische Kristalle), wo Gleichung (4) mehrere Konstanten enthält, -praktisch unmöglich ist, bei den beobachteten  $\sin^2\theta$ -Werten den betreffenden quadratischen Ausdruck zu finden. Die Reflexe lassen sich auf diesem Weg nicht indizieren.

Bei hochsymmetrischen Kristallsystemen hat das Pulververfahren den Vorteil, daß keine großen Einkristalle benötigt werden. Ein weiterer Vorteil liegt darin, daß die benötigte Apparatur und ihre Anwendung sehr einfach sind.

#### 4.3. Das LAUE - Verfahren<sup>1</sup> [3]

Hier wird ein fest eingespannter Einkristall mit Röntgenlicht, welches ein kontinuierliches Spektrum aufweist, angestrahlt.  $\theta$  ist also fest,  $\lambda$  variabel. In der Verwendung von weißem Röntgenlicht liegt auch der Hauptunterschied zu den beiden erstgenannten Verfahren. Der Kristall beugt nur die diskreten Werte von  $\lambda$ , für die Netzebenen vorhanden sind die die BRAGG-Bedingung erfüllen, d.h. die voneinander den Abstand  $d_{hkl}$  haben und die mit der Einfallsrichtung der Strahlen den Winkel  $\theta$  einschließen. Die schematische Darstellung einer LAUE-Kamera für Röntgenstrahlung zeigt Abb.9.



Auf Planfilm werden entweder die gebeugten durchgelassenen Strahlen (Durchstrahlmethode), oder die gebeugten reflektierten Strahlen (Rückstrahlmethode) aufgenommen. Das Beugungsbild (LAUE-Diagramm) besteht aus

<sup>1</sup> M.v.LAUE, W.FRIEDRICH, W.P.KNIPPING 1912

einem Punktmuster (vgl. 6.3.3.). Wird der Kristall so orientiert, daß Symmetrieachse und einfallender Strahl parallel sind, so weist das LAUE-Diagramm dieselbe Symmetrie auf wie der Kristall. Es eignet sich daher besonders gut zur Einstellung und zur Feststellung von Symmetrierichtungen.

## 5. VORBEREITUNGEN ZU DEN VERSUCHEN

### 5.1. Apparatur

#### 5.1.1. Der Röntngenerator PW 1008/85 (Philips) [5] [6]

Der PW 1008/85 (Abb. 10) ist ein Röntgenbeugungsgenerator vom Selbstgleichrichtertyp.

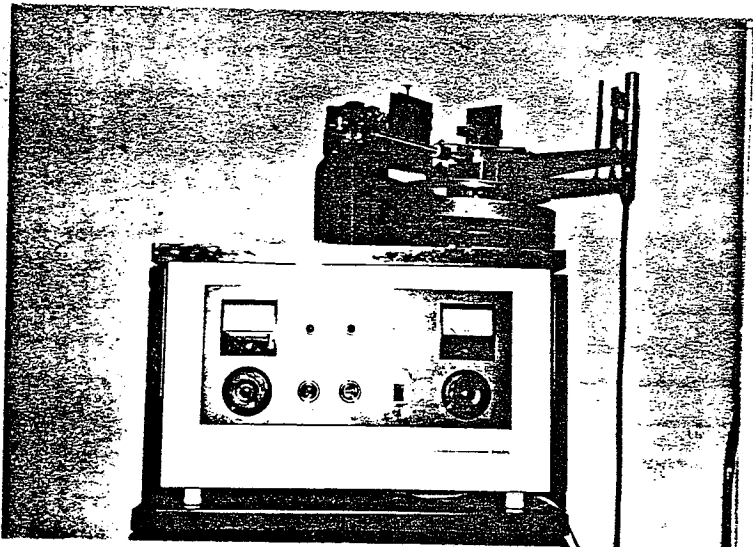


Abb. 10

Der Röntngenerator  
PW 1008/85

Bei einem Röntngenerator dieser Art ist die Röhre direkt mit der Ausgangsklemme des Hochspannungstransformators verbunden, so daß der Röhre Wechselspannung geliefert wird. Der Strom ist gleichgerichtet, da die Röhre als Gleichrichter wirkt (Abb. 11).

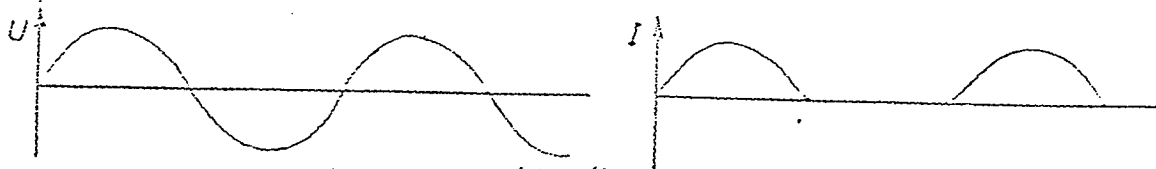


Abb. 11a

Verlauf der Röhrensinnung und des Röhrenstroms

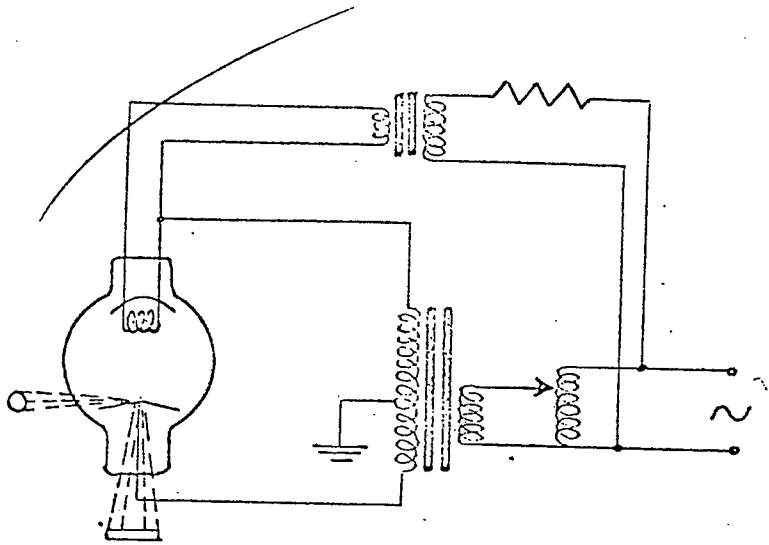


Abb. 11 b

Vereinfachte Schalt-  
skizze eines Röntgen-  
generators vom Selbst-  
gleichrichtertyp.

Die Röntgenröhrenhaube hat vier Strahlenaustrittsfenster. An je zwei gegenüberliegenden Fenstern hat der austretende Strahl entweder einen kreisförmigen oder strichförmigen Querschnitt (Fokus), je nachdem sich das Fenster vor oder seitlich von der V-förmigen Anode befindet.

Jedes Fenster ist mit einer Filterscheibe versehen, die gegenüber dem Fenster und der mechanischen Sicherheitsblende in sechs feste Stellungen gedreht werden kann. Die Filterscheiben enthalten charakteristische Absorber (und zwar Fe, Ni, Zr, Mn, V), die so ausgewählt sind, daß sie die  $K_{\beta}$ -Strahlung der verschiedenen lieferbaren Röhren (Cu, W, Mo, Co, Fe, Cr) eliminieren. Die Röntgenröhre im Praktikum besitzt eine Cu-Anode.

Außerdem hat jedes Fenster eine offene und zwei geschlossene Stellungen.

Die zur Versuchsdurchführung wichtigsten technischen Daten:

Hochspannung: 25 - 50 kV

einstellbar in 10 Stufen zu je 2,5 kV

Röhrenstrom : 4 - 40 mA

stufenlos einstellbar

Maximal zulässige Belastung: 40 - 50 kV: 30 mA  
10 - 30 kV: 40 mA

Nöglichst sollte jedoch 1 kW nicht überschritten werden.

Zum Ein- und Ausschalten des Röntgengenerators siehe Anhang: „Anleitung zum Praktikumsversuch“

### 5.1.2. Das Geiger-Müller Zählrohr VICTOREEN 1B85

Röntgenstrahlung wird im allgemeinen durch Zählrohre, Ionisationskammern oder der durch sie hervorgerufenen Schwärzung photographischer Platten nachgewiesen. Beim Praktikumsversuch wird zum Nachweis der Röntgenstrahlung das Geiger-Müller Zählrohr Victoreen 1B85 verwendet. Das 1B85 - ein Beta- und Gammazählrohr - besitzt eine nur sehr dünne Al-Wand ( $\approx 1/10$  mm). Zur Abschirmung gegenüber Streustrahlung und zum Schutz vor Beschädigung befindet es sich in einem Bleimantel, der nur an der Stelle der auftreffenden Röntgenstrahlung eine schlitzförmige Öffnung besitzt.

Die im Zählrohr ausgelösten Impulse werden vom Strahlungsmeßgerät BF-SG 11 registriert und von einem digitalen Impulszähler angezeigt. Die Anzahl der Impulse pro Minute (cpm) kann auch am Ratemeter abgelesen werden, was für Justierzwecke am Spektroskop sehr nützlich ist.

Die auf dem mitgelieferten Datenblatt für das Zählrohr angegebenen Werte wurden nochmals überprüft. Dabei ergab sich folgende Zählrohrcharakteristik (Abb.12):

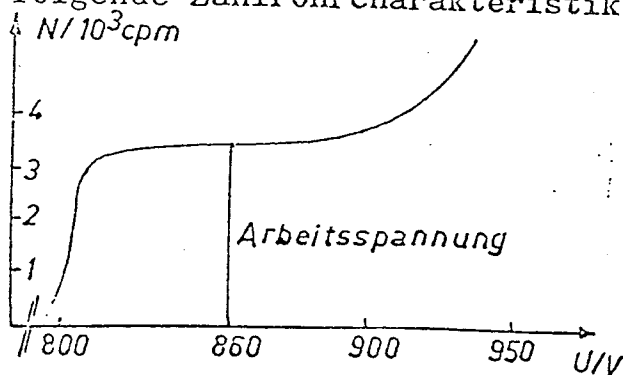


Abb. 12  
Das G.-M. Zählrohr Victoreen 1B85: Zählrohrcharakteristik

Die charakteristischen Werte: Arbeitsspannung: 860 V

Plateaulänge : 180 V

Das Maximum der Ansprechwahrscheinlichkeit - ein weiterer für ein Zählrohr wichtiger charakteristischer Wert - liegt beim Victoreen 1B85 laut Datenblatt bei 50 keV. Der Verlauf der Ansprechwahrscheinlichkeit in dem Energiebereich, der für die Messungen von Interesse ist - etwa zwischen 7,5 und 30 keV - war nicht bekannt.

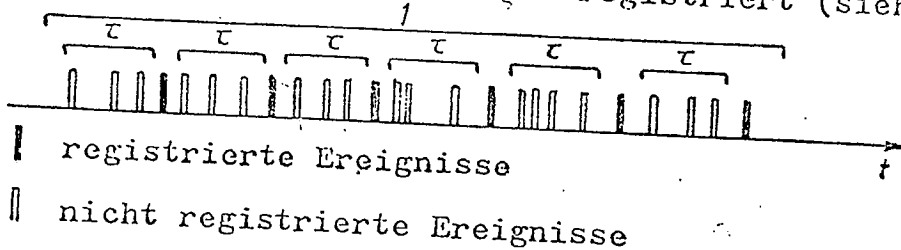
#### Totzeit des Zählrohrs

[7]

Die Detektor- und Registriergeräte geben meist weniger Ereignisse an, als man gemäß einer vorliegenden Impulshäufigkeit erwarten sollte. Die Detektoren können nicht Impulse in unbegrenzt rascher Folge „zählen“, es treten Impulsverluste auf. Dies rührt daher, daß für jedes Meßgerät (Detektor plus Verstärker plus Anzeigegerät) in charakteristischer Weise nach jedem gerade gezählten Impuls eine gewisse „Totzeit“ eintritt, während der das Gerät nicht oder nur in beschränkter Weise auf ein neues Teilchen ansprechen kann. Die Bestimmung und genaue Kenntnis der Zählverluste ist für die gesamte Meßtechnik außerordentlich wichtig. Es kommt ganz auf die verwendete Apparatur an, in welchem Teil der Anlage die größte Totzeit zu suchen ist. Verhältnismäßig hohe Totzeiten liegen bei den Zählrohren vor. Geht man davon aus, daß - wie in unserem Fall - die Totzeit des Zählrohrs größer ist als die der übrigen Apparatur, so kann man mit einer einzigen Totzeit, der des Zählrohrs, rechnen.

Die Zahl  $N$  der im Mittel ohne Zählverluste registrierbaren Vorgänge läßt sich gemäß folgender Überlegung ermitteln:

Von den im Zeitintervall der Länge 1 ankommenden  $N$  Impulsen werden  $N'$  registriert. Die übrigen  $N - N'$  Ereignisse werden aufgrund der Totzeit  $\tau$  nicht registriert (siehe Skizze).



Es gilt nun

$$\frac{\text{Gesamtes Zeitintervall}}{\text{Zeitintervall } \tau} = \frac{\text{Im ges. Intervall enthaltene Impulse}}{\text{Im Intervall } \tau \text{ enthaltene Impulse}}$$

$$\frac{1}{\tau} = \frac{N}{\frac{N - N'}{N'}}$$

$$\Rightarrow N = \frac{N'}{1 - N'\tau}$$

Entwickelt man den Bruch  $\frac{1}{1 - N'\tau}$  und vernachlässigt höhere Potenzen ( $(N'\tau)^n \ll 1$ ), so erhält man

$$N = N'(1 + N'\tau)$$

Zur Bestimmung von  $\tau$  wurde folgendes Verfahren angewandt:  
Es wurden die Zählraten, die man jeweils von einer von zwei etwa gleichstarken Strahlenquellen erhält (zwei radioaktive Präparate oder ein Präparat und die Röntgenröhre), mit der Zählrate verglichen, die beide Quellen zusammen lieferten. Sind  $N_1$  und  $N_2$  und  $N_s = N_1 + N_2$  die wahren Zählraten, so sind gemäß obiger Gleichung die gemessenen Zählraten  $N'_1$ ,  $N'_2$  und  $N'_s$ . Es gelten also die drei Gleichungen:

$$N_1 = N'_1(1 + N'_1\tau) \quad , \quad N_2 = N'_2(1 + N'_2\tau)$$

$$N_1 + N_2 = (N'_1 + N'_2)(1 + (N'_1 + N'_2)\tau)$$

Elimination der wahren Zählraten liefert:

$$\tau = \frac{N'_1 + N'_2 + N'_s}{N_s^2 - N_1^2 - N_2^2}$$

Bei wiederholten Messungen stellte sich heraus, daß der Wert der Totzeit von verschiedenen Parametern abhing. Zunächst von der Einstellung der Schwellen und des Verstärkers des Zählgeräts, sowie vor allem von der Größe der registrierten Zählraten. Bei der verwendeten Diskriminator-einstellung (kurz vor dem Wert, bei dem das Rauschen des Zählgeräts einsetzt) und bei Zählraten  $N'$  ab etwa 4000 cpm ergaben sich Totzeiten von

$$\tau = 100 \mu\text{sec} \text{ bis } \tau = 270 \mu\text{sec}$$

Diese Werte liegen innerhalb der Fehlergrenzen, wenn man eine mittlere Totzeit von

$$\tau = 120 \mu\text{sec}$$

zugrunde legt. Dieser Wert stimmt außerdem verhältnismäßig gut mit dem für das Zählrohr angegebenen Wert (100  $\mu\text{sec}$ ) überein. Daneben wurde die Totzeit mit dem Oszillographen überprüft, indem das kleinste Zeitintervall zwischen zwei aufeinanderfolgenden registrierten Impulsen gemessen wurde. Diese Messungen bestätigten die ermittelte Totzeit.

### 5.1.3. Das Spektrometer

Die Wirkungsweise und Handhabung fast aller im Handel befindlichen Röntgenspektrographen läßt sich letzten Endes im Prinzip immer auf die BRAGG'sche Gleichung zurückführen.

Bei dem im Praktikum zur Verfügung stehenden Spektrometer fällt das weiße Primärstrahlbündel unter dem Einfallswinkel  $\theta$  auf einen Kalkspatkristall (reflektierende Kristallfläche ist die (200)-Ebene, Netzebenenabstand  $d=3,029 \text{ \AA}$ ). Diejenige Wellenlänge  $\lambda$ , welche für diesen Einfallswinkel die BRAGG'sche



Gleichung erfüllt, wird unter demselben Winkel  $\theta$  von den Netzebenen reflektiert und die Intensität vom Zählrohr registriert. Der reflektierte Strahl hat also den Winkel  $2\theta$  gegen den Primärstrahl. Die jeweiligen Stellungen des Zählrohrs und des Kristalls lassen sich am Goniometertisch mit einer Genauigkeit von  $3'$  einstellen.

Für eine schnellere und exaktere Versuchsdurchführung wurde das Spektrometer mit einer Halbwinkelführung versehen, so daß bei einer Drehung des Zählrohrs um  $\Delta\varphi$  der Kristall automatisch um  $\Delta\theta = \frac{\Delta\varphi}{2}$  mitgedreht wird (Abb. 13 u. 14)

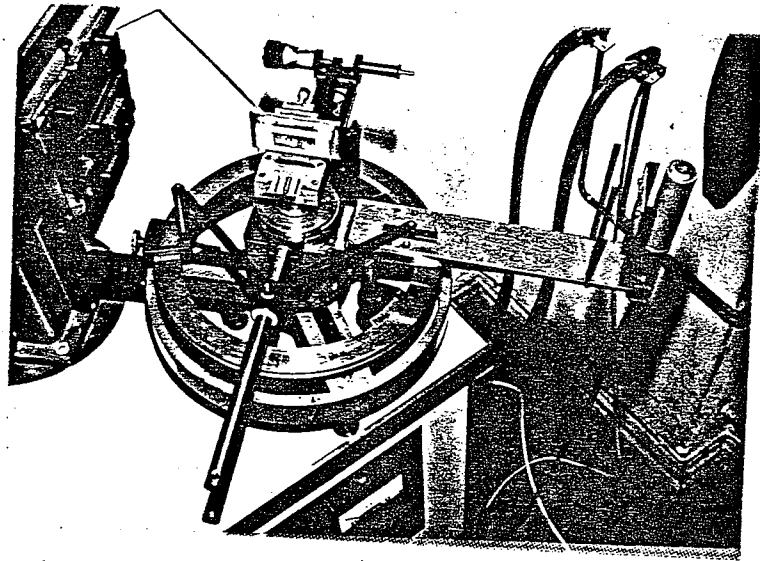


Abb. 13: Spektrometeranordnung. Zu erkennen sind Bleiblende, Kristall in der Mitte des Goniometertisches, Mikrometerschraube zur Feinjustierung des Kristalls, Halbwinkelführung, sowie Zählrohr mit weiterer Bleiblende und Halterung für die Absorptionsfolien.

Das Prinzip der Halbwinkelführung (Abb. 14):

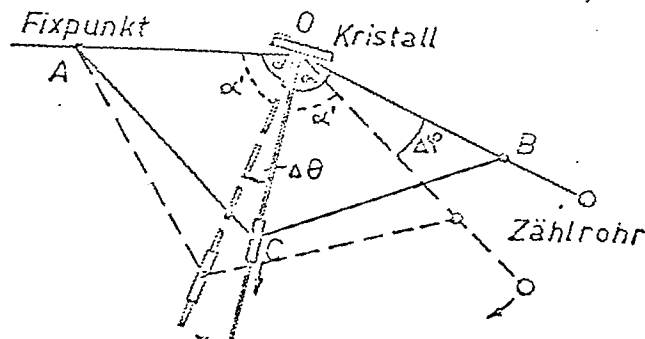


Abb. 14: Prinzip der Halbwinkelführung

Die Punkte A und B sind Fixpunkte, wobei B jedoch bei Bewegung des Zählrohrträgerarms einen Kreis um O beschreibt. Weiter ist  $\overline{AO} = \overline{BO}$  und  $\overline{AC} = \overline{BC}$ . Die Leisten  $\overline{AC}$  und  $\overline{BC}$  sind in allen Endpunkten drehbar gelagert. Daher verschiebt sich der Punkt C auf der Achse OC in Pfeilrichtung - wenn B o.g. Kreis durchfährt - und dreht dabei wegen der Fixpunkteigenschaft von A die Achse OC - und damit den Kristall - in Pfeilrichtung um den Winkel  $\Delta\theta$ . Folgende Winkelbeziehungen treten bei dieser Bewegung auf:

$$\alpha - \Delta\varphi + \Delta\theta = \alpha' = \alpha - \Delta\theta$$

somit:  $\Delta\theta = \frac{\Delta\varphi}{2}$

Um eine höhere Meßgenauigkeit zu erreichen ist es angebracht, den Trägerarm des Zählrohrs zu bewegen, da sich gerade bei kleinen Winkeln der doppelte Winkel genauer einstellen läßt. Die Halbwinkelführung arbeitet so genau, daß sich im Meßbereich - und auch noch darüber hinaus - keine Winkelabweichung am Nonius des mitgedrehten Kristalls feststellen läßt.

#### Justierung des Spektrometers

Zur Justierung von Kristall, Zählrohr und Bleiblenden vgl. Anhang: „Anleitung zum Praktikumsversuch“

#### Blendensystem und Strahlverlauf (vgl. dazu auch Abb.13)

2 cm hinter dem Röhrenfenster befindet sich eine Bleiblende  $S_1$  mit einer Spaltöffnung von etwa 1 mm, die den größten Teil des beim Austritt etwa 1 cm breiten Strahls ausblendet. 6 cm dahinter trifft der Strahl auf ein Blendensystem, bestehend aus zwei Bleiblenden mit 3,5 cm gegenseitigem Abstand. Die erste dieser beiden Blenden  $S_2$

(Öffnung ca. 6 mm) ermöglicht eine horizontale Verengung des Strahls. Die zweite ( $S_3$ ) gestattet einerseits die Regulierung der Strahlbreite am Ort des Kristalls durch Veränderung des Spaltdurchmessers (er sollte etwa 1 mm betragen), andererseits erlaubt sie - durch horizontale Verschiebung - die Einstellung der Strahlrichtung zur Justierung des Strahls auf die Markierungsnadel im Mittelpunkt des Goniometertisches. Schließlich befindet sich ca. 1 cm vor dem Zählrohr ein weiterer Bleispalt  $S_4$  mit einer Öffnung von 1 mm zur Herabsetzung der Streustrahlung.

Da sich das Zählrohr in 43 cm Entfernung vom Spalt  $S_3$  befindet, erfährt der direkte Strahl (also bei entferntem Kristall) eine beträchtliche Aufweitung. (Eine Verengung von  $S_3$  würde die Intensität zu stark herabsetzen!). Bei der Justierung des Zählrohrs ergibt sich daher folgende

Intensitätsverteilung (Brennfleck der Röhre) (Abb. 15):

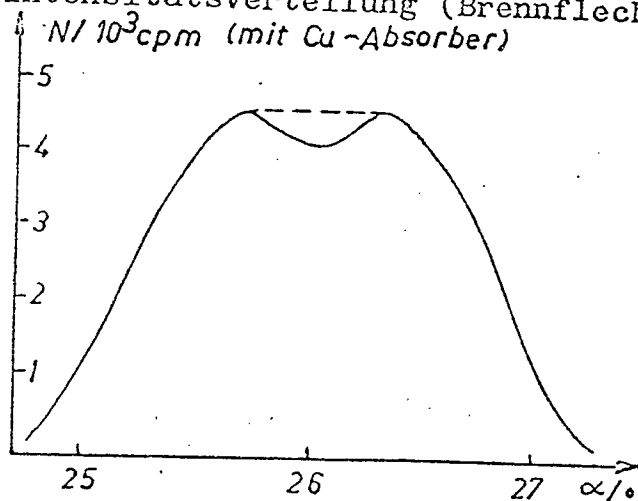


Abb. 15

Intensitätsverteilung des direkten Strahls.  $\alpha$  = Winkel am Goniometertisch.

Die Einbuchtung im zu erwartenden Intensitätsmaximum rührt daher, daß bei zunehmendem Alter einer Röntgenröhre die Form des Brennflecks von der in Abb. 15 gestrichelt gezeichneten Intensitätsverteilung abweicht. Der Grund liegt darin, daß in die Anode regelrecht „Mulden“ eingebrannt werden. Diesen Sachverhalt beweist auch eine Aufnahme des direkten Strahls mit einem Röntgenfilm (Abb. 16). Deutlich sind hier

zwei Intensitätsmaxima zu erkennen. Der Röntgenfilm wurde dabei unmittelbar vor das Zählrohr gehalten und bei 40kV/20mA etwa 5 sec belichtet. Diese Intensitätsverteilung hat wegen ihrer Symmetrie keine Auswirkung auf die Justierung der Spektrometeranordnung.

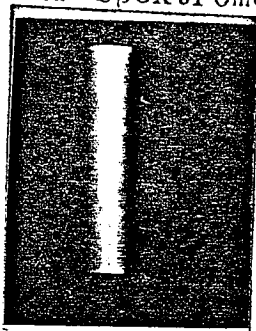
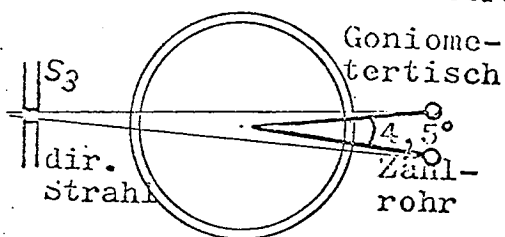


Abb.16

Photographische Aufnahme der Intensitätsverteilung des direkten Strahls.

Wegen der Entfernung Spalt  $S_3$  - Zählrohr (s.o.) hat der direkte Strahl einen Durchmesser von etwa  $4,5^\circ$ , d.h. mit (justiertem) Kristall eine Breite von über  $2^\circ$ . (Gemessen bzgl. der Winkeleinstellung am Zählrohrträgerarm, siehe Skizze). Durch diese Strahlbreite entsteht natürlich bei



der Ausmessung der Röhrenspektren bis etwa  $0,25 \text{ \AA}$  ein beträchtlicher Untergrund (vgl. Abb.18), was sich aber

auf die Messungen nicht weiter auswirkt, da das Spektrum mit der kürzesten Wellenlänge erst bei  $0,27 \text{ \AA}$  einsetzt.

### Auflösevermögen des Spektrometers

[2]

Eine sehr wichtige Größe zur Charakterisierung einer Spektrometeranordnung ist das spektrale Auflösungsvermögen. Darunter wird das Verhältnis der Wellenlänge  $\lambda$  zur Wellenlängendifferenz  $\Delta\lambda_{\min}$ , dem kleinstmöglichen Abstand zwischen zwei aufgelösten Linien, in unserem Fall gegeben durch die kleinste erreichbare Winkeländerung - also  $3'$  - verstanden. D.h.

$$A = \frac{\lambda}{\Delta\lambda_{\min}}$$

Man erkennt, daß das Auflösungsvermögen mit zunehmender Wellenlänge noch größer wird. Bei  $0,5 \text{ \AA}$  besitzen gute Spektrometer ein Auflösungsvermögen von etwa 600. Das im Versuch zur Verfügung stehende Spektrometer besitzt im Bereich der  $K_{\alpha}$ -Linie von Cu, also etwa bei  $1,54 \text{ \AA}$  ein Auflösungsvermögen von

$$A = \frac{1,54 \text{ \AA}}{0,005 \text{ \AA}} \approx 300$$

( $\Delta\lambda = 0,005 \text{ \AA}$  entspricht der Winkeldifferenz von  $3'$  in diesem Bereich)

## 5.2. Strahlenbelastung und Strahlenschutz

Beim Umgang mit radioaktiven Präparaten und Röntgenstrahlen im Praktikum spielt Strahlenschutz eine wesentliche Rolle. In der Umgebung der Röntgenröhre wurde daher mit einem Dosimeter (Vivod: Dosisleistungsmesser (Monitor) MM 3) die Strahlenbelastung ausgemessen.

Abb.17 ist eine Skizze des Teils des Raumes, wo mit Strahlung zu rechnen ist. Schraffiert hervorgehoben sind die Gebiete, in denen die Strahlenbelastung besonders groß ist. Sie beträgt stellenweise etwa  $5 \text{ mrem/h}$  (Röhre bei  $40\text{kV}/20\text{mA}$ ), liegt also für die Praktikanten, die nur an einem Tag an dem Versuch arbeiten, unter den höchstzulässigen Werten. Dennoch sollte von ihnen darauf geachtet werden, daß sie sich während der Messung hinter dem Zählrohr befinden, wo die Belastung vergleichsweise gering ist. (Ein weiterer Grund dafür, die Einstellungen am Zählrohrarm und nicht am Trägerarm des Kristalls vorzunehmen). Das lange Kabel vom Zählrohr zum Zählgerät erlaubt es, daß der Praktikant am Zählgerät in sicherer Entfernung arbeiten kann. Außerdem wurde an der angezeichneten Stelle ein Bleischirm aufgestellt, der die meiste Strahlung in Richtung des Raumes absorbiert.

Bei der Messung am Spektrometer sollten sich die Praktikanten abwechseln, um die Strahlenbelastung pro Person herabzusetzen. Bei der Anfertigung der DEBYE- und LAUE-Aufnahmen ist keinerlei Strahlenbelastung zu befürchten. Allerdings muß während dieser Zeit der Fensterring auf der Seite der Spektrometeranordnung unbedingt in die geschlossene Stellung gebracht werden.

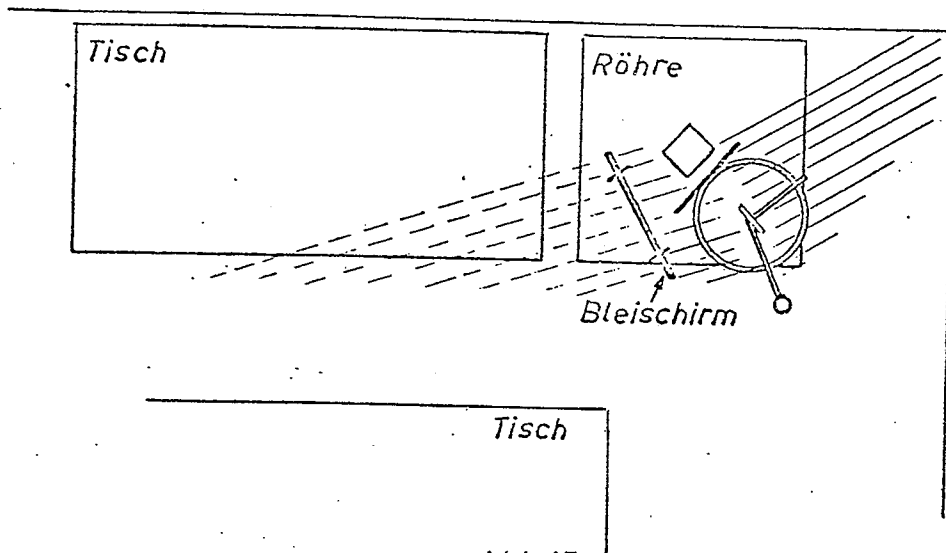


Abb.17

Strahlenbelastung in der Nähe der Röntgenröhre, besonders im schraffierten Bereich.

## 6. MESSUNGEN UND MEßERGEBNISSE

### 6.1. Röntgenspektralanalyse

#### 6.1.1. Die Emissionsspektren der Röntgenröhre

Bei Röhrenspannungen von 25 kV, 35 kV und 45 kV und einem konstant gehaltenen Röhrenstrom von 20 mA wurden die Emissionsspektren der Cu-Anode aufgenommen. Die Abstände der Meßpunkte betragen jeweils 15', im Bereich der Linien wurde in entsprechend kürzeren Abständen gemessen (3' bzw. 6'). Um genügend viele registrierte Ereignisse zu erhalten und damit den statistischen Fehler möglichst klein zu halten, schien eine Meßzeit von 1 min angebracht. Die Messungen wurden jeweils bei  $\theta = 1^\circ$  ( $\Delta \lambda = 0,106 \text{ \AA}$ ) begonnen - kleinere Winkel sind uninteressant, da das Zählrohr in den direkten Strahl gelangt - und etwa bis  $\theta = 16,5^\circ$  ( $\Delta \lambda = 1,72 \text{ \AA}$ ) ausgedehnt.

Die Spektren sind in Abb.18 dargestellt. Man erkennt das Bremskontinuum, welches sich nach 2.1.1. mit wachsender Spannung nach kürzeren Wellenlängen hin verschiebt, die Erhöhung der Strahlenausbeute mit steigender Spannung U, sowie den Untergrund bis etwa  $0,25 \text{ \AA}$ , hervorgerufen durch den direkten Strahl (vgl.5.1.3.). Dem Bremskontinuum überlagert sind für das Anodenmaterial charakteristische Linien verschiedener Intensität. Eine weitere Messung wurde bei 50kV/17mA mit vorgeschaltetem Ni-Absorber durchgeführt. Das Ergebnis ist ebenfalls in Abb.18 (b) eingetragen. Die Lage der Absorptionskante von Ni bei  $1,48 \text{ \AA}$  bewirkt die fast völlige Absorption der  $K_{\beta}$ -Linie des Kupfers, ein Umstand, der für die Anfertigung der DEBYE-Aufnahmen sehr wichtig ist (vgl.6.2.1.)

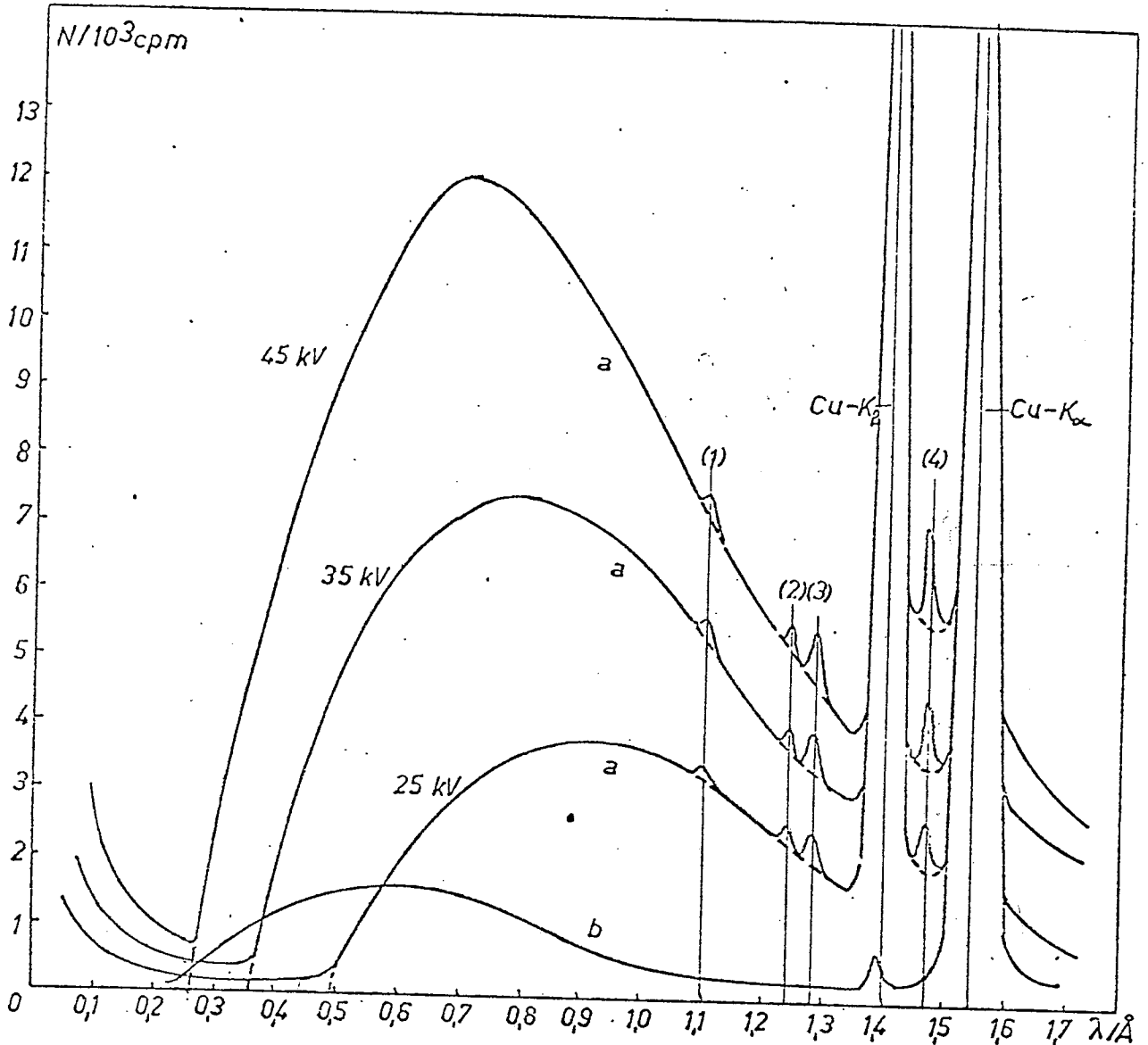


Abb.18

Emissionsspektren der Röntgenröhre mit Cu-Anode bei verschiedenen Beschleunigungsspannungen (a) und das Spektrum bei vorgeschaltetem Ni-Absorber (b)

Die bei den Messungen im Bremskontinuum erhaltenen Zählraten sind alle von einer solchen Größenordnung, daß die Totzeit des Zählrohrs nicht berücksichtigt werden muß. So wäre etwa bei gemessenen 7500 cpm (höchster Punkt im Bremspektrum bei 35 kV) die wahre Zählrate 7620 cpm, eine Abweichung also, die die Form des Bremsspektrums nur geringfügig verändern würde. Dagegen spielt die Totzeit des Zählrohrs bei den Messungen in den sehr intensiven Linien eine



wesentliche Rolle. Die Intensitäten sind in diesen Punkten so groß, daß die Anzeige des Zählgeräts praktisch unabhängig von Stromstärke und Spannung ist und jeweils bei einem Wert zwischen 40000 und 50000 cpm liegt. Die Linien sind daher durch den Einfluß der Totzeit der Zählapparatur verzerrt. Dies wird in der Diskussion unter Punkt c) berücksichtigt.

Der Nulleffekt konnte bei sämtlichen Messungen vernachlässigt werden. Er betrug im Mittel etwa 55 - 60 cpm und liegt damit unter der Grenze der Auftragegenauigkeit.

Ergebnisse und Auswertung der Spektren:

a) Grenzwellenlänge:

siehe 6.1.2.: h-Bestimmung

b) Lage der  $K_{\alpha}$ - und  $K_{\beta}$ - Linien von Cu (Abb. 18(a))

Die K-Linien sind bei folgenden Wellenlängen registriert worden (angegeben sind die Punkte maximaler Intensität):

Messung	Literaturwert
25 kV: $\lambda_{K_{\alpha}} = 1,54 \text{ \AA}$	$\lambda_{K_{\alpha}} = 1,537 \text{ \AA}$
$\lambda_{K_{\beta}} = 1,395 \text{ \AA}$	$\lambda_{K_{\beta}} = 1,389 \text{ \AA}$
35 kV: $\lambda_{K_{\alpha}} = 1,54 \text{ \AA}$	
$\lambda_{K_{\beta}} = 1,395 \text{ \AA}$	
45 kV: $\lambda_{K_{\alpha}} = 1,54 \text{ \AA}$	
$\lambda_{K_{\beta}} = 1,39 \text{ \AA}$	

Tab.1: Lage der  $K_{\alpha}$ - u.  $K_{\beta}$ -Linien von Cu

Man kann aus der guten Übereinstimmung mit dem Literaturwert bereits erkennen, daß die Meßgenauigkeit - was die Spektrometeranordnung betrifft - außerordentlich hoch ist.

Die Aufspaltung der  $K_{\alpha}$ -Linie in die Spindublettlinien  $K_{\alpha_1}$  und  $K_{\alpha_2}$  (Übergang  $L_{III} \rightarrow K$  bzw.  $L_{II} \rightarrow K$ ) konnte wegen deren Abstand von  $0,0038 \text{ \AA}$  nicht beobachtet werden.

c) Wahre Höhe der  $K_{\alpha}$ - und  $K_{\beta}$ -Linien - relative Linienintensitäten

Bei Zählraten um 40000 - 50000 cpm, die in den K-Linien gemessen wurden, gibt die Berücksichtigung der Totzeit des Zählrohrs nicht mehr den wahren Sachverhalt wieder. Die Grenzen der Leistungsfähigkeit der vorliegenden Zählapparatur sind bei derart hohen Intensitäten erreicht. Eine Möglichkeit die tatsächlichen Höhen der  $K_{\alpha}$ - und  $K_{\beta}$ -Linien zu berechnen wäre, die Stromstärke der Röhre herabzusetzen und aus dem Verhältnis der Intensitäten bei verschiedenen Stromstärken im Maximum des Bremsspektrums den Faktor zu entnehmen, um welchen die Intensität in den Linien bei Vergrößerung der Stromstärke tatsächlich steigen müßte. Die Stromstärke müßte sich dann allerdings auf einen Wert weit unter 4 mA einstellen lassen, denn bei größeren Spannungen als 30 kV wird die Zählrate praktisch unabhängig von der Stromstärke.

Um dennoch die wahre Höhe der Linien - und damit das Verhältnis der Linienintensitäten - zu ermitteln, wurden mit verschiedenen Folien Absorptionsmessungen durchgeführt, indem mit vorgeschalteten Absorbern die Intensität geschwächt wurde. Nach (2) läßt sich bei bekannter Foliendicke und bei bekannten Absorptionskoeffizienten für diese Wellenlänge die wahre Höhe der  $K_{\alpha}$ - und  $K_{\beta}$ -Linien berechnen.

Für die Messungen wurden verwendet:

Absorber	Dicke d	$\mu(K_{\alpha})$	$\mu(K_{\beta})$
Sn	30 $\mu$	259 $\frac{\text{cm}^2}{\text{g}}$	196,6 $\frac{\text{cm}^2}{\text{g}}$
Al	300 $\mu$	50,13 $\frac{\text{cm}^2}{\text{g}}$	37,67 $\frac{\text{cm}^2}{\text{g}}$

Die aus den verschiedenen Absorptionsmessungen berechneten Zählraten  $I_0$  weichen untereinander ab, bewegen sich aber in derselben Größenordnung.

Folgende Tab.2 enthält die Intensitäten ohne und mit Absorber, die daraus berechneten tatsächlichen Intensitäten der  $K_{\alpha}$ - und  $K_{\beta}$ -Linien, sowie die relativen Linienintensitäten.

$K_{\alpha}$					
U/kV	$I_{\text{Sn}}$	$I_{\text{Al}}$	$I_0$	I ohne Abs. (zum Vergl.)	rel.Int.
25	705	2998	180000±7400	47773	100
35	1437	7049	392000±11000	50253	100
45	2332	10095	600000±13500	52782	100
$K_{\beta}$					
25	707	1896	45400±1900	22883	25,2
35	1568	4335	102000±2900	42223	26,0
45	2459	7100	163000±3600	48385	27,1

Tab.2: Relative Linienintensitäten der K-Linien von Cu  
Bei den Intensitäten  $I_0$  ist jeweils der Fehler  
größenordnungsmäßig angegeben, gemäß  $I_0 = (I \pm \sqrt{I}) e^{\mu d}$

Durchschnittlich beträgt die Intensität der  $K_{\beta}$ -Linie 26% der Intensität der  $K_{\alpha}$ -Linie (Literaturwert: 20%, in der etwas älteren Literatur, z.B. bei M.Siegbahn, findet man 25%). Man erkennt an den Ergebnissen, daß die Meßwerte

ohne Absorber in den Linien total verzerrt sind, denn hier beträgt das Verhältnis von  $K_{\alpha}$  zu  $K_{\beta}$  bei

der Spannung:	25 kV	35 kV	45 kV
$K_{\alpha}:K_{\beta}$ :	100:48	100:84	100:92

Abb.19 veranschaulicht die Größenverhältnisse von  $K_{\alpha}:K_{\beta}$ , sowie das Verhältnis von Linien zu den Bremsspektren. Die Kurven müßten noch mit der - in diesem Energiebereich unbekannt - Ansprechwahrscheinlichkeit des Zählrohrs korrigiert werden (vgl. 5.1.2.).

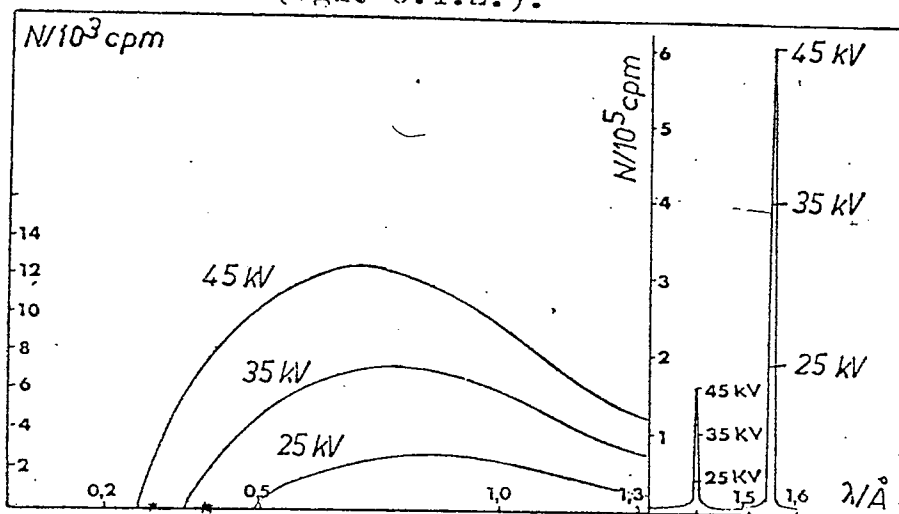


Abb.19

Relative Linienintensität der  $K_{\alpha}$ - und  $K_{\beta}$ - Strahlung.

d) Die schwachen Linien im Spektrum der Cu - Anode:

Bei sämtlichen Messungen wurden im Cu-Spektrum Linien festgestellt (vgl. Abb.18), die sich nur durch Verunreinigungen in der Kupfer-Anode erklären lassen. Ordnet man diesen Linien ihre Wellenlänge zu, so erhält man die stärksten Linien der L - Serie des Wolframs. Dies erscheint plausibel, da die Kathode aus einem Wolframdraht besteht und somit Wolfram-Atome auf die Cu-Anode „aufgedampft“ werden.

Im einzelnen wurden folgende Linien im Spektrum entdeckt und nach der Tabelle (K.Sagel, [1]) den entsprechenden

Übergängen zugeordnet. Die angegebenen Wellenlängen der Linien stellen bereits den Mittelwert der Einzelmessungen dar. (Tab.3)

Nr. It. Abb. 18	$\lambda$ gemessen	Lit.-wert	Linie	Übergang
(1)	1,095 Å	1,096 Å	$L_{\gamma_1}$	$N_{IV} \rightarrow L_{II}$ ~ 1,1 Å
(2)	1,24 Å	1,242 Å	$L_{\beta_2}$	$N_V \rightarrow L_{III}$ ~ 1,25 Å
(3)	1,277 Å	1,279 Å	$L_{\beta_4}$	$M_{IV} \rightarrow L_{II}$ 1,28 Å
(4)	1,472 Å	1,473 Å	$L_{\alpha_1}$	$M_V \rightarrow L_{III}$ 1,47 Å

Tab.3: Die im Spektrum der Cu-Anode registrierten L-Linien des Wolframs.

Laut Literatur-Tabelle existieren noch einige mittelstarke Linien, die allerdings so nahe bei den registrierten Linien liegen, daß sie nicht aufgelöst werden konnten, so z.B.

$L_{\beta_3}$  bei 1,26 Å

$L_{\beta_4}$  bei 1,29 Å

$L_{\alpha_2}$  bei 1,484 Å

Relative Linienintensitäten der L-Serie von Wolfram:

Geht man davon aus, daß sich die Linien  $L_{\alpha_1}$  und  $L_{\alpha_2}$ ;  $L_{\beta_2}$  und  $L_{\beta_3}$ , sowie  $L_{\beta_1}$  und  $L_{\beta_4}$  wegen ihrer benachbarten Lage in ihren Intensitäten addieren, so erhält man folgende relative Linienintensitäten (Tab.4):

	$\alpha_1$	$\beta_1 + \beta_4$	$\beta_1$	$\beta_4$	$\beta_2 + \beta_3$	$\beta_2$	$\beta_3$	$\gamma_1$
25 kV	100	63,5	58,3	nicht beobachtet	37,4	29,2	nicht beobachtet	14,5
35 kV	100	60,5	55,3		34,0	25,8		17,0
45 kV	100	58,5	53,3		31,0	22,8		20,0
Lit.-wert	100	--	52,0	5,2	--	20,0	8,2	9,0

Tab.4: Rel. Linienintensitäten der L-Linien von Wolfram

Da die Höhe der Linien gegenüber dem Untergrund (Bremspektrum) nicht exakt bestimmt werden konnte, ist jeder Wert mit einem Fehler von etwa  $\pm 5\%$  behaftet. Dennoch ergibt sich eine gute Übereinstimmung mit den Literaturwerten im Rahmen der Meßgenauigkeit.

Es wäre noch interessant gewesen, die K-Linien von W festzustellen ( $\lambda_{K\alpha} = 0,208 \text{ \AA}$ ). Allerdings benötigt man hierzu eine Röhrenspannung von  $> 69 \text{ kV}$ .

### 6.1.2. Bestimmung des PLANCK'schen Wirkungsquantums h

#### Isochromatenmethode

Der experimentellen Bestimmung von Naturkonstanten kommt im physikalischen Praktikum eine große Bedeutung zu (z.B. Ermittlung der Elementarladung, der Lichtgeschwindigkeit, der Gravitationskonstanten usw.). Der Versuch „BRAGG-Spektroskopie“ liefert nun eine vorzügliche - und bei sorgfältiger Justierung eine sehr exakte - Methode zur Bestimmung des PLANCK'schen Wirkungsquantums h.

Prinzipiell kann man auf zwei verschiedenen Wegen verfahren: Es gilt die Beziehung

$$eU = h\nu = h \frac{c}{\lambda}$$
$$\Rightarrow h = \frac{eU\lambda}{c}$$

Dieser Ausdruck enthält nur noch U und  $\lambda$  als Parameter. Hält man U konstant und variiert  $\lambda$ , d.h. man durchfährt die kurzwellige Seite des Spektrums - was ja unter 6.1.1. gemacht wurde - so erhält man durch Extrapolation auf  $I_\lambda = 0$  die zur Spannung U gehörige Grenzwellenlänge  $\lambda_{\text{Grenz}}$ . Bei der zweiten Methode nimmt man die Isochromate ( $I_\lambda$  in Abhängigkeit von U) bei einer festen Wellenlänge auf, extra-

poliert auf  $I_\lambda = 0$  und erhält hieraus die Spannung, welche der betreffenden Wellenlänge als Grenzwellenlänge entspricht. Die nach beiden Methoden durchgeführten Messungen ergaben folgende  $h$  - Werte:

1) Aus den Grenzwellenlängen der Spektren (Abb.18, Tab.5)

U/kV	$\lambda_{\text{grenz}}/\text{\AA}$	$h/J_s$	$\bar{h}/J_s$
25	0,495	$6,61 \times 10^{-34}$	
35	0,36	$6,73 \times 10^{-34}$	$6,62 \times 10^{-34}$
45	0,27	$6,5 \times 10^{-34}$	

Tab.5:  $h$ -Bestimmung aus der Grenzwellenlänge

2) Nach der Isochromatenmethode

Bei  $\lambda = 1,052 \text{ \AA}$  und  $\lambda = 0,58 \text{ \AA}$  wurden die Isochromaten aufgenommen (Abb.20)

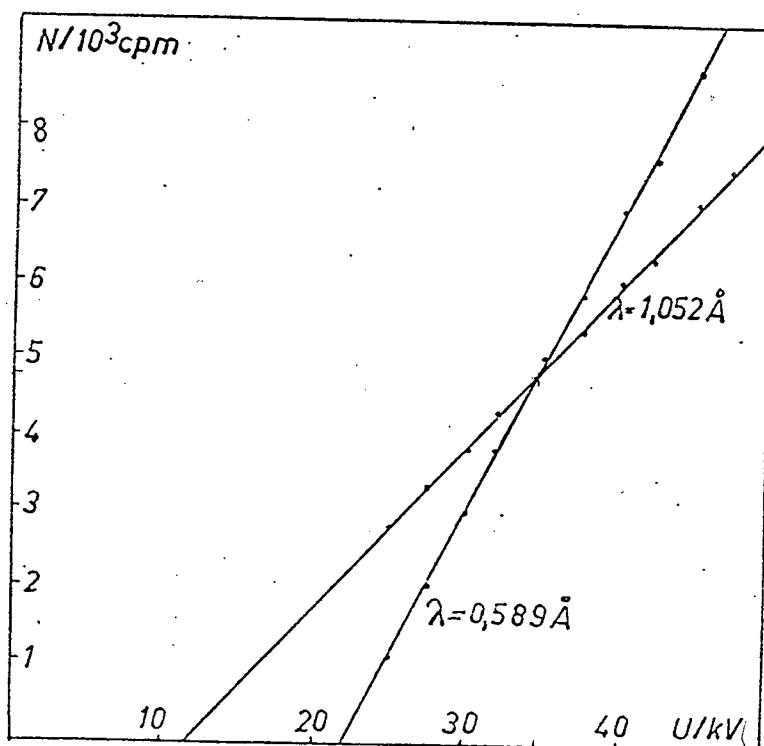


Abb. 20

Bestimmung von  $h$  nach der Isochromatenmethode.

Ergebnisse:

$\lambda_{\text{grenz}}/\text{\AA}$	$U_{\text{grenz}}/\text{kV}$	$h/\text{Js}$	$\bar{h}/\text{Js}$
1,052	11,5	$6,47 \times 10^{-34}$	
0,58	22,0	$6,83 \times 10^{-34}$	$6,65 \times 10^{-34}$

Tab.6:  $h$ - Bestimmung nach der Isochromatenmethode

Der Literaturwert von  $h$  ist  $6,625 \times 10^{-34} \text{Js}$ .

Nach 2.1.1. ist die spektrale Intensität  $I_\nu$  gegeben durch

$$I_\nu = \text{const}(\nu_{\text{max}} - \nu)$$

Ersetzt man hier  $\nu$  durch  $\frac{eU}{h}$  und  $\nu_{\text{max}}$  durch  $\frac{eU_{\text{grenz}}}{h}$  (wobei  $U_{\text{grenz}}$  die zur Grenzfrequenz  $\nu_{\text{max}}$  gehörende Spannung ist), ergibt sich die Abhängigkeit der Intensität  $I_\nu$  von der Anodenspannung:

$$I_\nu = \text{Const}(U - U_{\text{grenz}})$$

Da in unserem Fall jedoch die Röhre mit Wechselspannung arbeitet, also  $U = U(t)$ , ist im allgemeinen die Isochromatenmethode nur unter Vorbehalt anzuwenden, denn  $I_\nu$  kann vor allem im unteren Teil von der Geradenform abweichen.

Bei den Messungen ergaben sich jedoch vernünftige Geraden.

Daher kann das Verfahren dennoch mit einer recht guten

Meßgenauigkeit durchgeführt werden.

Bei beiden Verfahren ist wegen der Unsicherheit bei der

Extrapolation und wegen Spannungsschwankungen mit einem

Fehler von  $\pm 0,2 \times 10^{-34} \text{Js}$ , d.h. von  $\pm 3\%$ , zu rechnen.

### 6.1.3. Photographische Aufnahme des Spektrums

Um zu überprüfen, ob sich die Spindublettlinien  $K\alpha_1$  und  $K\alpha_2$  zumindest auf einem Film trennen lassen, wurde ein Röntgenfilm in den Strahlengang gebracht, indem er mittels



eines Stativs vor dem Zählrohr befestigt wurde. Das Zählrohr läßt sich dann hinter dem Film noch frei bewegen - wobei der Kristall durch die Halbwinkelführung natürlich mitgedreht wird - so daß man durch die am Ratemeter registrierte Intensität jederzeit feststellen kann, in welchem Punkt des Spektrums man sich in etwa befindet. Das Spektrum (40kV/20mA) wurde dann 15 min lang etwa sechzigmal durchfahren. Wie man Abb.21 entnehmen kann, ist auch hier die Aufspaltung nicht feststellbar. Man erkennt jedoch die Linien  $K_{\alpha}$  und  $K_{\beta}$  sehr gut, etwas schwächer  $L_{\alpha_1}$  von Wolfram und ganz schwach den Einsatzpunkt des Spektrums. Links im Bild der direkte Strahl.

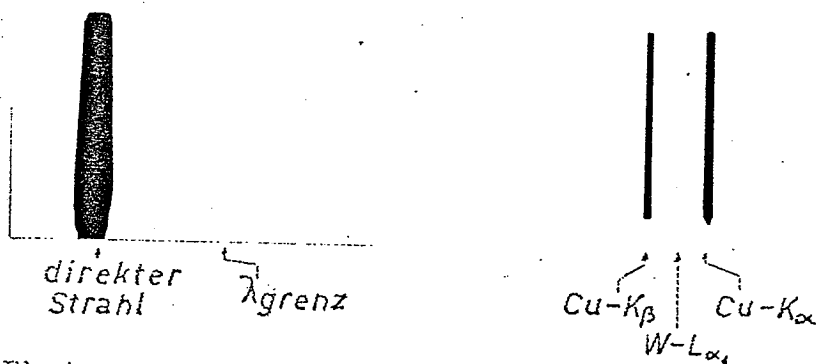


Abb.21: Photographische Aufnahme des Spektrums der Cu-Anode bei 40kV/20mA. Der Film konnte nicht völlig kreisförmig gebogen werden, so daß der Maßstab etwas verzerrt ist.

#### 6.1.4. Absorptionsspektren

##### 6.1.4.1. K - Absorptionskanten

Die Röntgenspektralanalyse erlaubt eine sehr exakte Bestimmung der Energien der Atomniveaus durch Messung der Absorption von Röntgenstrahlen in Materie in Abhängigkeit von der Energie der Strahlen. Diese Energien der Niveaus erhält man nach 2.2. indem man den Verlauf des Absorptions-

koeffizienten  $\mu$  über einen größeren Wellenlängenbereich (d.h. Energiebereich) verfolgt und den Stellen maximaler Absorption - d.h. den Absorptionskanten - die Energie der Röntgenstrahlen entnimmt, die zur Anregung der charakteristischen Strahlung des Absorbermaterials nötig ist.

In dieser Arbeit wurden drei Absorptionsfolien, und zwar Sn ( $d=30 \mu$ ), Ag ( $20 \mu$ ), Pd ( $17,5 \mu$ ), daraufhin überprüft, wie genau sich die Absorptionkoeffizienten und die Wellenlängen der K-Absorptionskanten bestimmen lassen, d.h. inwieweit sie im Praktikum Verwendung finden können. Wegen des beschränkten Wellenlängenbereichs von  $\lambda = 0,247 \text{ \AA}$  ( $\hat{=} \lambda_{\text{Grenz}}$  bei 50 kV) bis etwa  $1,7 \text{ \AA}$  ist die Auswahl an geeignetem Absorptionsmaterial nicht sehr groß, da nur wenig Elemente K-Kanten in diesem Bereich besitzen.

Die Folien können in eine Schiene vor das Zählrohr gesteckt werden. Nach Messung von  $I_0$  (ohne Absorber) und  $I$  (mit Absorber), läßt sich der Absorptionskoeffizient  $\mu$  gemäß

$$\mu = \frac{1}{d} \ln \frac{I_0}{I}$$

berechnen (Benennung lt. 2.2.).

Die Einstellungen der Winkel müssen - vor allem in der Nähe der Kanten - sehr sorgfältig geschehen.

Der Verlauf der Absorptionskoeffizienten wurde bei 40kV/20mA bzw. 50kV/18mA aufgenommen. Für die erhaltenen Werte ergaben sich keine wesentlichen Unterschiede, so daß im Praktikumsversuch die Wahl der Spannung freigestellt werden kann. Sie sollte jedoch wegen der Grenzwellenlänge mindestens 40 kV betragen. Die Absorptionskoeffizienten können dann ab  $\lambda=0,35\text{\AA}$  berechnet werden. In den folgenden Abb.22-24

sind die Absorptionskanten von Sn, Ag und Pd gezeichnet, und zwar liegt jeweils die bessere der Messungen zugrunde.

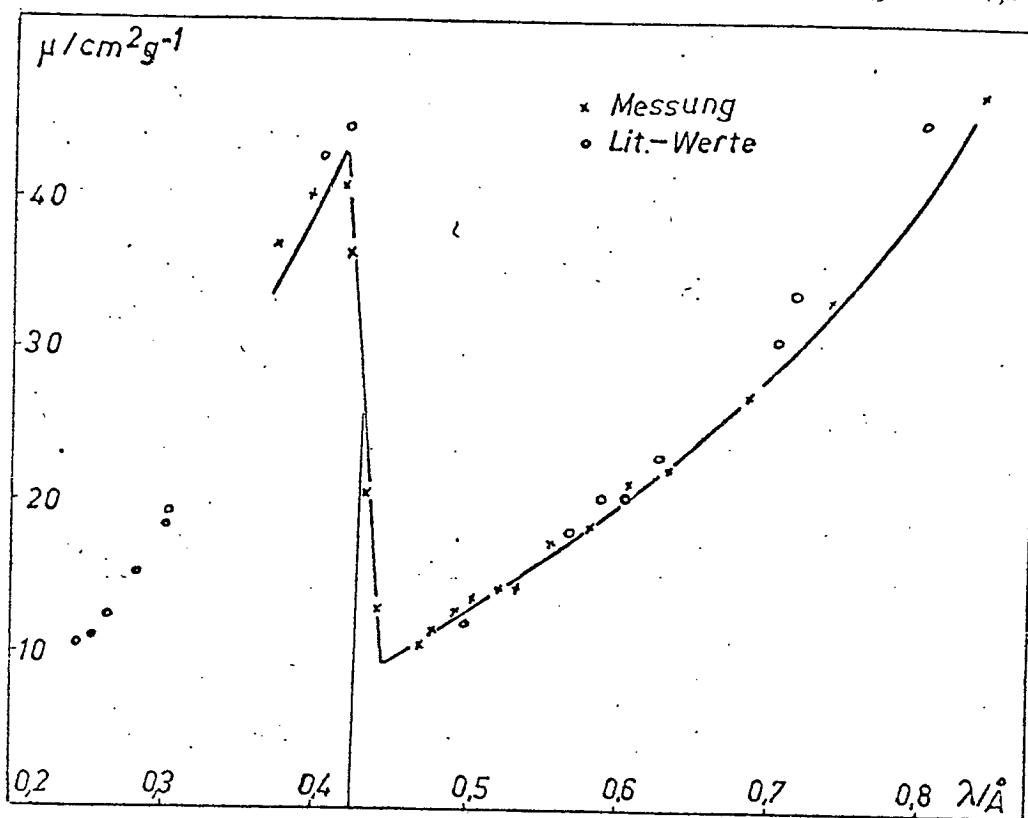


Abb.22: K-Kante Sn

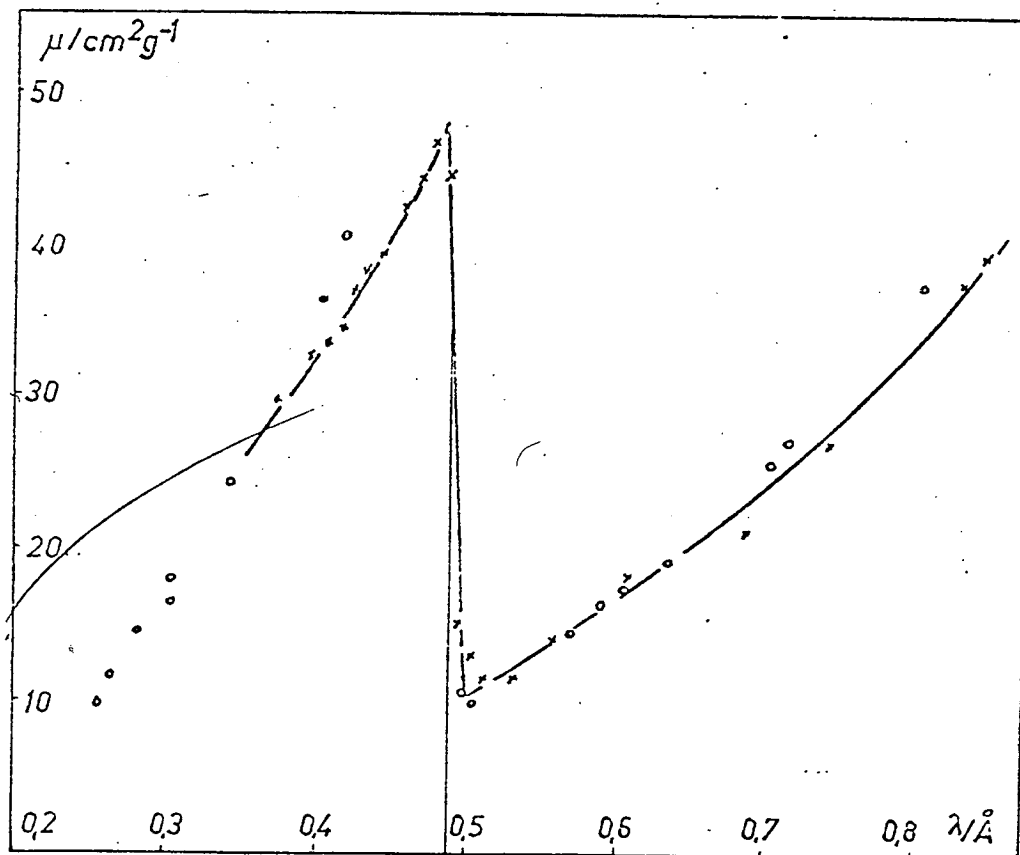


Abb.23: K-Kante Ag

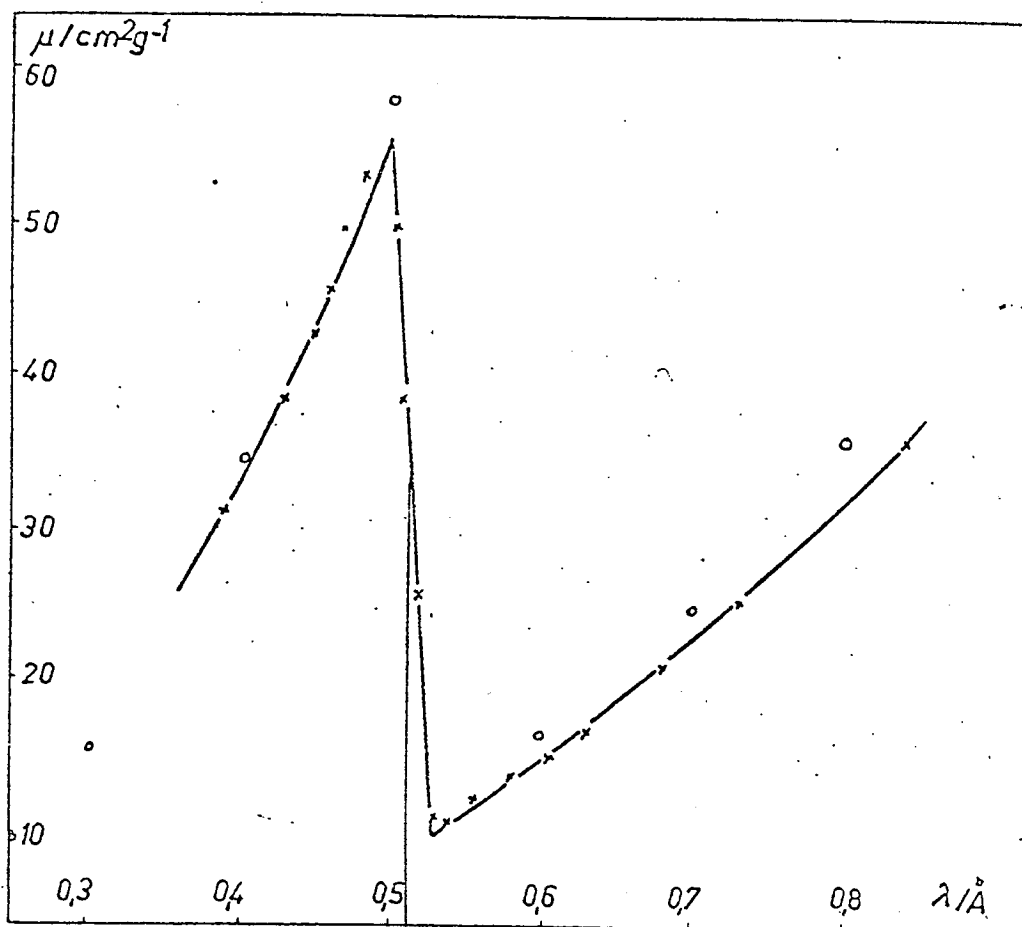


Abb 24: K-Kante Pd

Abb.22-24: Verlauf der Absorptionskoeffizienten  $\mu$  von Sn, Ag, Pd in Abhängigkeit von der Wellenlänge. In die Abbildungen sind außerdem die Literaturwerte eingetragen (entnommen: d'Ans-Lax bzw. Handbook of X-Rays)

Bereits in 6.1.1. wurde der Verlauf des Spektrums mit vorgeschaltetem Ni-Absorber gemessen. Die Absorptionskoeffizienten konnten jedoch nicht berechnet werden, da zum einen von dem in das Röhrenfenster eingebauten Ni-Absorber die Dicke nicht bestimmbar war, zum anderen die verschiedenen Flächen der Fenster ( $\square$ - Fenster ohne Absorber,  $\circ$ - Fenster mit Absorber) die Messungen verfälschen. Jedoch sollte in 6.1.1. auch nur die Elimination der Cu-  $K_{\beta}$ -Strahlung durch einen Ni-Absorber gezeigt werden.

Ergebnisse aus 6.1.4.1.

1) Lage der Absorptionskanten (Tab.7)

Element	$\lambda_K(40kV)/\text{\AA}$	$\lambda_K(50kV)/\text{\AA}$	Lit.-wert
Sn	0,428	0,425	0,423 $\text{\AA}$
Ag	0,489	0,485	0,484 $\text{\AA}$
Pd	0,512	0,510	0,508 $\text{\AA}$

Tab.7: Lage der K-Absorptionskanten der Elemente Sn, Ag und Pd

2) Absorptionskoeffizienten - Absorptionssprünge

Die Absorptionskoeffizienten liegen meist etwas unter den Literaturwerten. Jedoch beträgt die größte Abweichung (kurzwellige Seite der K-Kante von Ag) nur 7%.

Entsprechend decken sich die Höhen der Absorptionssprünge nicht ganz mit den Literaturwerten (Tab.8).

(Abs.-sprung:  $\frac{\text{Absorpt. auf der kurzwell. Seite der Kante}}{\text{Absorpt. auf der langwell. Seite der Kante}}$ )

So ergibt sich:

Element	Absorptionssprung	
	gemessen	Lit.-wert (Sagel)
Sn	4,9	6,6
Ag	5,7	7,0
Pd	6,56	6,8

Tab.8: Absorptionssprünge an den K-Absorptionskanten

Die größeren Abweichungen bei der Quotientenbildung haben ihren Grund darin, daß der kurzwellige Absorptionskoeffizient etwas unter, der langwellige etwas über dem Literaturwert liegt.

Um einen Begriff davon zu vermitteln, wie stark die Intensität durch die Absorber herabgesetzt wird, sind in

folgender Tabelle 9 die Intensitäten an den Kanten ohne ( $I_0$ ) und mit ( $I$ ) Absorber angegeben:

	kurzwell. Seite d. Kante	langwell. Seite d. Kante		
	$I_0$ /cpm	$I$ /cpm	$I_0$ /cpm	$I$ /cpm
Sn	2615	1069	3288	2557
Ag	3343	1248	3566	2803
Pd	3616	1094	3815	2957

Tab.9: Intensitäten an den K-Kanten ohne und mit Absorber

Die guten Ergebnisse erlauben im Praktikum die Verwendung sämtlicher Folien zur Bestimmung der K-Absorptionskanten und damit zur Berechnung der Energieniveaus.

#### 6.1.4.2. L - Absorptionskanten

Die Untersuchung der L-Absorptionskanten eines Absorbermaterials gestaltet sich im allgemeinen sehr viel schwieriger als die der K-Absorptionskanten. Da nur von schweren Elementen die Energien der L-Niveaus im Bereich der Quantenenergien der aus der Röhre PW 1008/85 erhaltenen Röntgenstrahlen liegen und der Absorptionskoeffizient  $\mu$  proportional  $Z^3$  ist ( $Z$ =Kernladungszahl), sind - um brauchbare Meßergebnisse zu erhalten - sehr dünne Folien von Elementen mit hoher Ordnungszahl nötig.

Die geeignetste Foliendicke wurde mittels einer Fehlerabschätzung ermittelt. Als Absorbermaterial wurde Gold verwendet. Es gilt für die Absorption an

der langwelligen Seite der Kante:  $I_1 = I_0 e^{-\mu_1 d}$

der kurzwelligen Seite der Kante:  $I_2 = I_0 e^{-\mu_2 d}$

Diese beiden Punkte liegen so nahe beisammen, daß der Unter-

schied der (an sich verschiedenen) Zählraten  $I_0$  vernachlässigbar ist.

Sei nun  $\Delta := I_1 - I_2$  ( $I_1 > I_2!$ ) der Unterschied der durchgelassenen Intensitäten  $I_1$  und  $I_2$ , dann beträgt die mittlere statistische Schwankung

$$d\Delta = \pm \sqrt{(\sqrt{I_1})^2 + (\sqrt{I_2})^2} = \pm \sqrt{I_1 + I_2}$$

und somit der relative Fehler

$$\frac{d\Delta}{\Delta} = \frac{\sqrt{I_1 + I_2}}{I_1 - I_2} = \frac{\exp(\mu_1 d/2) \sqrt{1 + \exp(-(\mu_2 - \mu_1)d)}}{\sqrt{I_0} (1 - \exp(-(\mu_2 - \mu_1)d))}$$

Nun soll gelten:  $\frac{d\Delta}{\Delta} = \text{Minimum}$ . Berechnet man  $\frac{d\Delta}{\Delta}$  für die  $L_I$ -,  $L_{II}$ -, und  $L_{III}$ -Kanten für verschiedene Werte von  $d$ , so nimmt der relative Fehler für Dicken zwischen  $6\mu$  und  $9\mu$  ein Minimum an. Die Messungen wurden daher mit einer  $7\mu$  dicken Goldfolie durchgeführt.

$\mu$  berechnet sich dann aus  $\mu = \frac{1}{d} \ln \frac{I_0}{I}$  mit  $\frac{1}{d} = 74 \text{ cm}^2 \text{ g}^{-1}$ .

In Abb. 25 sind die L-Kanten von Gold gezeichnet. Der Zeichnung liegt die beste von mehreren Messungen zugrunde (35kV/20mA)

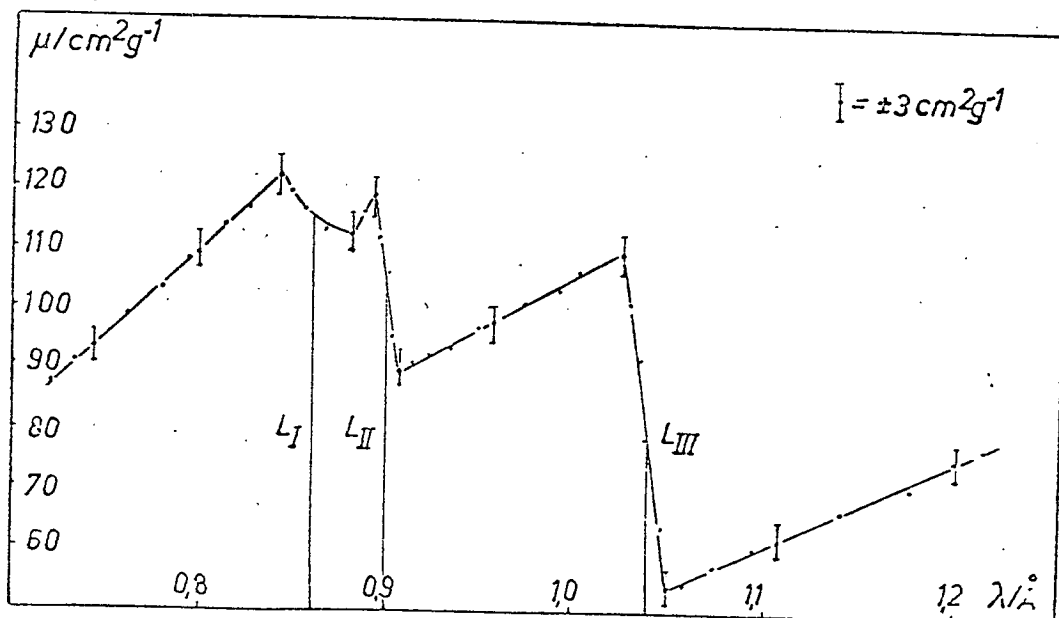


Abb. 25: Verlauf des Absorptionskoeffizienten  $\mu$  von Gold in Abhängigkeit von  $\lambda$  in der Nähe der L-Absorptionskanten.

In Abb.25 erkennt man deutlich den dreimaligen Anstieg und Abfall des Absorptionskoeffizienten entsprechend der nacheinander erfolgenden Anregung des  $L_I$ -,  $L_{II}$ -,  $L_{III}$ -Niveaus durch die Röntgenstrahlung passender Energie und der damit verbundenen Absorption der Strahlen. Außerdem geht aus Abb.25 hervor, daß der Absorptionskoeffizient  $\mu$  sehr viel höher liegt als der der K-Kanten leichterer Elemente. (Man beachte, daß  $\mu$  erst ab  $50 \text{ cm}^2 \text{ g}^{-1}$  aufgetragen ist.)

#### Ergebnisse aus 6.1.4.2.

##### 1) Lage der Absorptionskanten (Tab.10)

	$\lambda/\text{\AA}$ , gemessen	Lit.-wert
$L_I$	0,859	0,861
$L_{II}$	0,898	0,9
$L_{III}$	1,034	1,037

Tab.10: Lage der L-Absorptionskanten von Au

##### 2) Absorptionskoeffizienten - Absorptionssprünge (Tab.11)

	Messung	Literaturwerte	
		Nuclear Data (A7)	Sagel ([1])
$L_I$	1,09	1,13	1,16
$L_{II}$	1,31	1,33	1,39
$L_{III}$	2,1	2,08	2,53

Tab.11: Absorptionssprünge an den L-Kanten von Au

Während auch hier eine recht gute Übereinstimmung der Wellenlängen der L-Kanten mit den Literaturwerten festzustellen ist, liegen die Absorptionskoeffizienten wiederum zu tief. Allerdings fehlt hier der direkte Vergleich mit den Literaturwerten, da diese untereinander differieren. (vgl. etwa



die Werte aus Nuclear Data A7 und Handbook of X-Rays [6] )  
 Die Höhen der Absorptionssprünge stimmen jedoch mit den  
 Werten aus Nuclear Data A7 sehr gut überein.

Intensitäten an den L-Kanten ohne (I) und mit (I) Absorber:

	kurzwell. Seite d. Kante		langwell. Seite d. Kante	
	I <sub>0</sub> /cpm	I/cpm	I <sub>0</sub> /cpm	I/cpm
L <sub>I</sub>	7802	1512	7647	1677
L <sub>II</sub>	7693	1618	6941	2077
L <sub>III</sub>	6113	1475	5974	2845

Tab.12: Intensitäten an den L-Kanten von Au ohne und mit Absorber.

Ein Vergleich von Tab.9 mit Tab.12 zeigt nochmals die wesentlich stärkere Absorption der Röntgenstrahlen durch die Goldfolie (siehe auch S.43:  $\mu \sim Z^3$ ).

## 6.2. Kristallstrukturbestimmung mit DEBYE-SCHERRER-Aufnahmen

### 6.2.1. Vorbetrachtungen

Auf das Prinzip der Kristallstrukturbestimmung nach DEBYE und SCHERRER wurde bereits in 4.2. eingegangen. Die im Praktikum verwendete DEBYE-Kamera zeigt Abb.26. Die zur

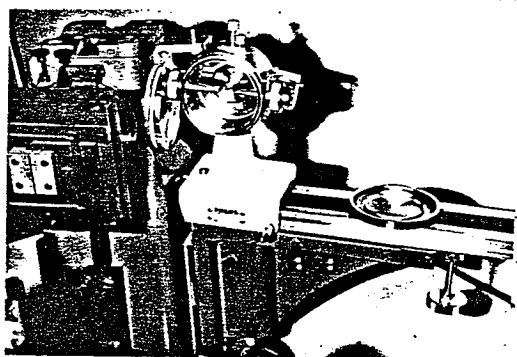


Abb.26: DEBYE-Kamera auf Trägerarm. Zu erkennen: ein- und Austrittsblende, Schrauben zur Justierung der Probe und zum Spannen des Films.

Aufnahme benötigte monochromatische Strahlung erhält man durch Vorschalten der Ni-Blende, die ja die  $K_{\beta}$ -Strahlung des Kupfers fast völlig absorbiert (vgl.6.1.1.) und die übrige im Bremspektrum enthaltene Strahlung stark herabsetzt. Der verbleibende monochromatische

tische Strahl ( $\text{Cu K}_\alpha$ ) tritt durch die Eintrittsblende und trifft auf die Probe, wobei er entweder an passenden Netzebenen reflektiert wird, oder durch die Austrittsblende die Kamera verläßt um dann in der dahinter befindlichen Blende absorbiert zu werden. Im allgemeinen wird das Verfahren so gehandhabt, daß das Pulver in 0,5 mm dicke Gläseröhrchen ohne kristalline Struktur eingeschweißt wird. Diese Röhrchen können jedoch beim Auswechseln sehr leicht beschädigt werden und eignen sich daher weniger für das Praktikum. Dieses Problem wurde dadurch umgangen, daß als Proben dünne Metalldrähte Verwendung fanden, die ja von ihrer Struktur her keine Einkristalle sind, denn alle möglichen Orientierungen der Kristallite sind in ihnen statistisch vorhanden. Außerdem lassen sich sehr leicht neue Proben beschaffen. Ein Elektromotor, der hinter der Kamera angebracht werden kann, dreht während der Dauer der Belichtungszeit die Probe mit 1 Umdrehung/min. Im Prinzip müßte die Probe nicht gedreht werden, was man auch früher nicht getan hat. Es würden sich dennoch die gleichen Interferenzfiguren ergeben, da immer genügend Netzebenen passender Neigung vom Strahl getroffen würden. Jedoch verbessert das Drehen der Probe die Statistik, und die Wahrscheinlichkeit, daß der Strahl an geeigneten Netzebenen zur Reflexion gelangt, wird größer. Dadurch erzielt man eine Verstärkung der auf dem Film registrierten Reflexe.

Da die Aufnahmen von Gitterstrukturen niedriger Symmetrie ohne weitere Hilfsmittel (in der Praxis z.B. durch Beimengung eines Kristallpulvers bekannter Struktur) nicht zu indizieren sind, können im Praktikumsversuch nur Elemente

mit kubischer (bcc oder fcc) Gitterstruktur Verwendung finden. Es wurden daher aus jeder Gruppe zwei Repräsentanten, und zwar Al, Cu (fcc) und Mo, W (bcc) ausgewählt. Die Probendurchmesser liegen in der Größenordnung von 0,3 - 0,5 mm.

Zur Justierung der Halterung der Kamera und Zentrierung der Proben in der Kamera vgl. Anhang: „Anleitung zum Praktikumsversuch.“

Zur Anfertigung der Aufnahmen:

Röhre: 35 kV / 25 mA

Fokus: kreisförmig (ist bereits gegeben durch die feste Montage der Kameralhalterung)

Blende: Nickel

Belichtungszeit: 45 min. (je nach Probendicke auch kürzer)

Entwickeln des belichteten Films: 5min entwickeln (NEUTOL), zwischenwässern, 10min fixieren, 10-15 min wässern.

Die verwendeten Filmplatten (AGFA-GEVAERT: CSRAY T4) können mit der Filmschneidevorrichtung in Streifen geschnitten werden und mit dem Lochstanzer können die gewünschten Aussparungen für die Strahlblenden geschaffen werden. Sämtliche Vorbereitungen müssen in der Dunkelkammer bei Rotlicht geschehen.

### 6.2.2. Auswertung von DEBYE-SCHERRER-Aufnahmen

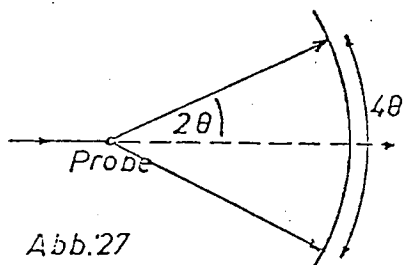


Abb.27  
Verlauf des direkten und des reflektierten Strahls in der DEBYE - Kamera.

Abb.27 ist eine schematische Darstellung des Strahlverlaufs in der DEBYE-SCHERRER-Kamera. Der von den Interferenzstrahlen gleicher Ordnung gebildete Kreiskegel hat einen Öffnungswinkel von  $4\theta$ . Mit Hilfe des bekannten

Kameradurchmessers von 57,3 mm lassen sich den DEBYE-Ringen sofort die zugehörigen Winkel  $\theta$  zuordnen. Diesem Kameradurchmesser entspricht ein Kameraumfang von 180 mm, d.h. 1 mm Film entspricht  $2^\circ$ . Das heißt aber weiter, daß der Durchmesser eines DEBYE-Rings in mm  $2\theta$  in Grad entspricht.

Grundsätzlich gibt es zwei einfache Verfahren, die Reflexe zu indizieren.

a) Graphisches Verfahren [4]

Die DEBYE-Aufnahmen aller kubischen Kristalle unterscheiden sich nur durch den Maßstab, sieht man von der Intensität der Linien ab. Man kann nun die Linien leicht indizieren, indem man sie vom Maßstab unabhängig macht.

Nach (3) und (4) gilt:

$$\sin^2\theta = \frac{\lambda^2}{4a^2} (h^2 + k^2 + l^2)$$

$$\log \sin^2\theta = \log (h^2 + k^2 + l^2) + 2\log \frac{\lambda}{2a}$$

Der Maßstab geht jetzt allein in das letzte Glied ein. Trägt man also aufgrund der Messungen  $\log \sin^2\theta$  auf einem Papierstreifen ab, so muß diese Umzeichnung des DEBYE-Bildes durch Verschieben des Streifens mit einer Darstellung von  $\log(h^2+k^2+l^2)$  zur Deckung gebracht werden können. Man erhält unmittelbar die Bezifferung der Aufnahme und aus der Verschiebung des Streifens die Gitterdimension.

Dieses Verfahren erlaubt eine schnelle Indizierung der Reflexe, wird aber mit wachsenden Indizes ungenauer. Ein dagegen sehr sicheres Verfahren - aber nur für kubische Gitterstrukturen - ist die

b) Numerische Berechnung der Indizes

Man ermittelt zunächst die  $\theta$ -Werte der Reflexe und bildet  $\sin^2\theta$ . Nach

$$\sin^2\theta = \frac{\lambda^2}{4a^2} (h^2 + k^2 + l^2) = A (h^2 + k^2 + l^2)$$

enthalten die  $\sin^2\theta$ -Werte einen gemeinsamen Faktor A.

Man erhält daher sofort  $h^2+k^2+l^2 = \frac{\sin^2\theta}{A}$  und damit die

Indizes der Netzebenen (hkl). Da jetzt A und  $\lambda$  (Cu  $K_\alpha$ )

bekannt sind, läßt sich die Gitterkonstante a aus

$$a^2 = \frac{\lambda^2}{4A}$$

berechnen. Weiter lassen sich aus der Indizierung und der in 3.3. behandelten Strukturamplitude S sofort Aussagen über die - im allgemeinen ja unbekannte - Gitterstruktur machen.

6.2.3. Fehlerquellen [8]

Es gibt zur Indizierung von DEBYE-Aufnahmen eine Fülle von Korrekturfaktoren. Sie sind jedoch für unsere Zwecke wegen der geringen Anzahl der Reflexe nicht von Interesse. Außerdem liegen die Reflexe so weit auseinander, daß eine falsche Indizierung ausgeschlossen ist. Die Korrekturfaktoren betragen meist unter 1%, sie seien jedoch der Vollständigkeit wegen kurz aufgeführt:

- a) Korrektur für den Lochabstand im Film zur genaueren Bestimmung der Durchmesser der Interferenzringe.
- b) Korrektur für die Filmdicke (= 0,8%).
- c) Berücksichtigung des Probendurchmessers.
- d) Berücksichtigung der Absorption der Strahlen in der Probe.
- e) Weitere Fehlerquelle: Brechung der Röntgenstrahlen an der Probe.

6.2.4. DEBYE-SCHERRER-Aufnahmen von Al (fcc), Cu (fcc),  
Mo (bcc), W (bcc).

Die folgenden Abbildungen 28 - 31 sind die DEBYE-SCHERRER-Aufnahmen o.g. Elemente. Die Indizierung wurde nach dem Verfahren b) durchgeführt. Die ermittelten Indizes bestätigen die Gitterstrukturen der Elemente.

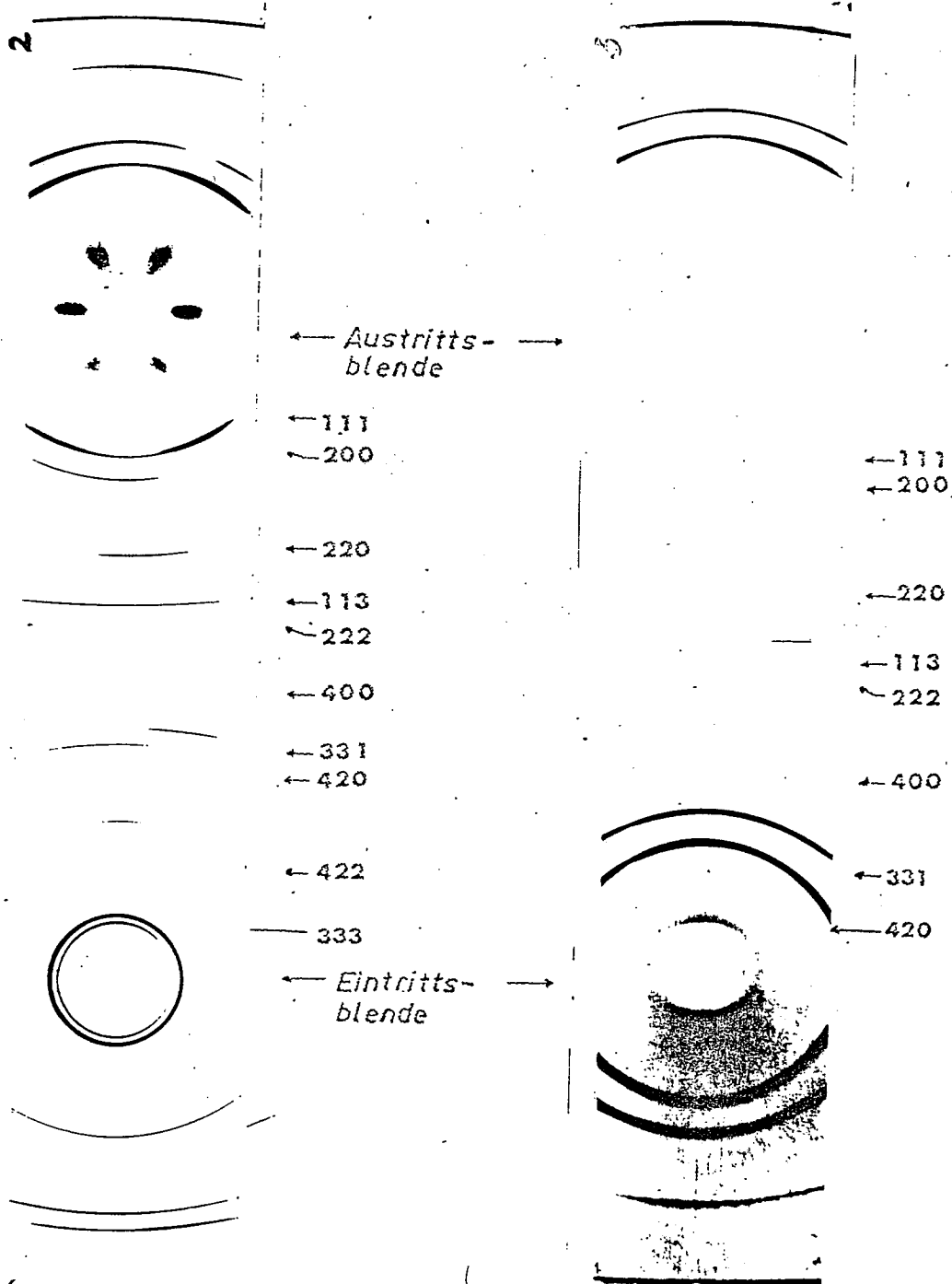


Abb. 28  
(Al)

Abb. 29  
(Cu)

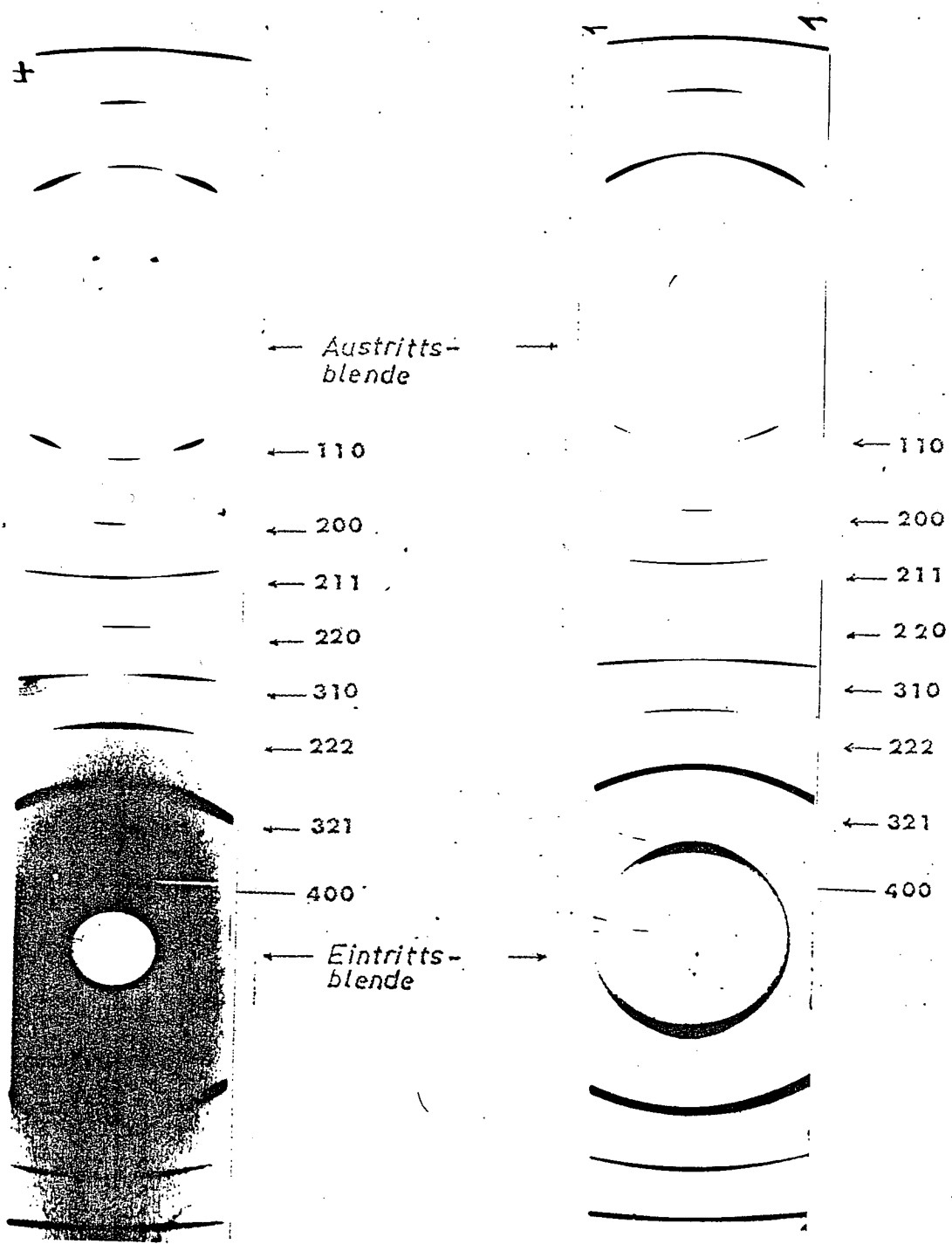


Abb.30. (Mo)

Abb 31. (W)

Abb.28-31: DEBYE-SCHERRER-Aufnahmen von Al, Cu, Mo, W

Die fast gleichen Bilder von Mo und W lassen den Verdacht aufkommen, es könnte sich um Aufnahmen der gleichen Elemente handeln. Das trifft allerdings nicht zu. Vielmehr haben beide Elemente die gleiche Gitterstruktur (bcc) und fast

gleiche Gitterkonstanten, wie man nachfolgender Tab.13 entnehmen kann:

Element	Gitterkonstanten	
	Messung	Lit.-wert
Al	4,05 Å	4,04 Å
Cu	3,63 Å	3,61 Å
Mo	3,14 Å	3,14 Å
W	3,14 Å	3,16 Å

Tab.13: Aus den DEBYE-SCHERRER-Aufnahmen ermittelte Gitterkonstanten von Al, Cu, Mo, W.

Noch einige Bemerkungen zu den Aufnahmen:

- 1) Die symmetrischen Schatten um die Austrittsöffnungen - v.a. bei Al und Mo - rühren von Reflexionen der Röntgenstrahlen an der Austrittsblende her.
- 2) Nach 5.1.3 ist das Auflösungsvermögen definiert als  $A = \frac{\lambda}{\Delta\lambda_{\min}}$ . Mit Hilfe der BRAGG'schen Gleichung ( $\lambda = 2d \sin \theta \Rightarrow \Delta\lambda = 2d \cos\theta \Delta\theta$ , für einen Reflex 1.Ordnung) ergibt sich A auch zu  $A = \frac{\text{tg } \theta}{\Delta\theta}$ . Die Dispersion, d.h. die Entfernung von zwei Linien im Winkelmaß, denen ein Wellenlängenunterschied  $\Delta\lambda$  entspricht, beträgt somit  $\frac{\Delta\theta}{\Delta\lambda} = \frac{\text{tg } \theta}{\lambda}$ . Die Dispersion nimmt demnach mit Annäherung von  $\theta$  an  $90^\circ$  sehr stark zu. Man beobachtet daher bei den äußeren Linien des DEBYE-SCHERRER-Diagramms (vgl. v.a. Al) eine Aufspaltung entsprechend den beiden Wellenlängen des  $K_\alpha$ -Dubletts.
- 3) Bei der Mo-Aufnahme erkennt man auch die Auswirkungen der durch das Ziehen des Drahtes entstandenen Deformierungen (Texturen). Die Linien sind an bestimmten Stellen verstärkt, an anderen abgeschwächt, und



zwar so, daß sich das Diagramm einer Drehkristallaufnahme (vgl. 6.3.3) nähert. Aus der Aufnahme sieht man, daß beim Ziehen eine Orientierung der Kristallite stattgefunden hat, wobei sich eine bestimmte Kristallachse mit größerer oder geringerer Streuung parallel zur Draht- richtung eingestellt hat.

- 4) Die vier Punkte, die vor allem im stark belichteten Rückstrahlgebiet der Mo-Aufnahme zu erkennen sind, stammen von der geringeren Reflexion an den vier Bohrungen, in denen die Befestigungsschrauben der Eintrittsblende stecken.

### 6.3. Untersuchung der Symmetrie einiger Einkristalle mit LAUE - Aufnahmen.

#### 6.3.1. Vorbetrachtungen

LAUE-Aufnahmen werden, wie in 4.3. bereits erwähnt, mit „weißem“ Röntgenlicht hergestellt. Im Experiment erhält man dieses, indem man die Filterscheibe in die Stellung 0 (d.h. ohne Absorber) bringt. Die besten Aufnahmen würde vermutlich eine Röhre mit Wolfram-Anode liefern, da zum einen das W-Spektrum keine Linien enthält (Anregungsspannung  $> 69\text{kV}$ , vgl. 0.1.1.d) ) und außerdem die Strahlenausbeute gegenüber einer Cu-Anode viel größer ist (Intensität  $\sim Z$ , vgl. 2.1.1.).

Zur Anfertigung von LAUE-Aufnahmen wurde eine Kamera gebaut, die in Abb.32 gezeigt ist. Sie läßt sich wie die DEBYE-Kamera am Trägerarm befestigen. Als Strahlblende wird die Eintrittsblende der DEBYE-Kamera eingeschraubt. Die Aufnahmen werden im Rückstrahlverfahren angefertigt.

Zu diesem Zweck werden die Kristalle auf die der Strahl-

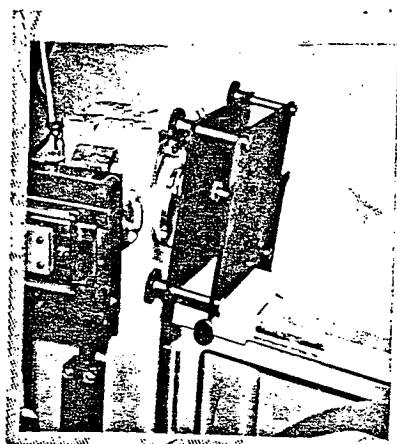


Abb.32  
LAUE-Kamera

blende gegenüberliegenden Platte mit Wachs angeklebt. In die Mitte des Films - am besten eignet sich DUPONT DONEO- wird ein Loch gestanzt, wodurch sich der Film über die Eintrittsblende schrauben läßt. Der Film bleibt während der Belichtung in der Hülle.

Für die LAUE-Diagramme stehen folgende Einkristalle zur Verfügung:

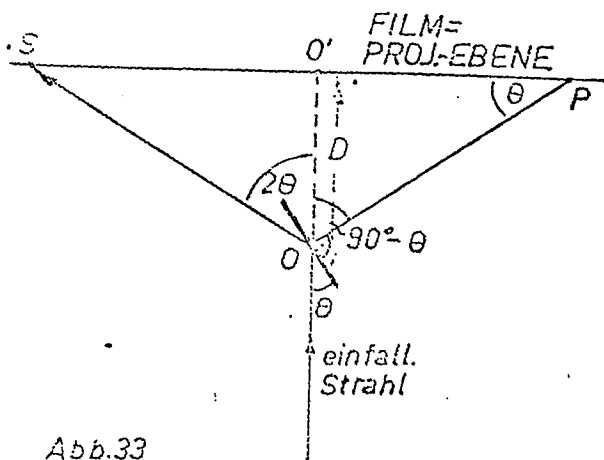
Al (fcc); LiF (fcc); Ge (Diamant); Te (trigonal);

Für die Belichtung und Entwicklung der Filme gelten die gleichen Daten wie für DEBYE-SCHERRER-Aufnahmen.

### 6.3.2. Indizierung eines LAUE-Diagramms -

#### Gnomonische Projektion [6]

LAUE-Diagramme werden gewöhnlich graphisch indiziert, indem man die Reflexionspunkte in „gnomonische Pole“ umzeichnet. Diese sind die Schnittpunkte der Normalen der reflektierenden Netzebenen mit der Projektionsebene, die meist mit der Ebene des Diagramms zusammenfällt. Hat man LAUE-Diagramme, wo der einfallende Strahl parallel zur kristallographischen Achse (also z.B. parallel  $a$ , Abb.5) und senkrecht zum Film verläuft (symmetrische Diagramme), so entspricht das gnomonische Netz einem ebenen Netz des reziproken Gitters und wird entsprechend indiziert. Die Geometrie der Projektion verdeutlicht Abb.33:



Der Reflex auf dem Film sei S  
 O'S: Mittelpunkt Film - Reflex  
 OO'=D: Film - Kristall  
 OP: Kristall - Projektions-  
 punkt(L(hkl))  
 O'P: Projektionsebene  
 P : Projektionspunkt

Abb.33

Die Geometrie der gnomoni-  
 schen Projektion.

Man entnimmt der Zeichnung:

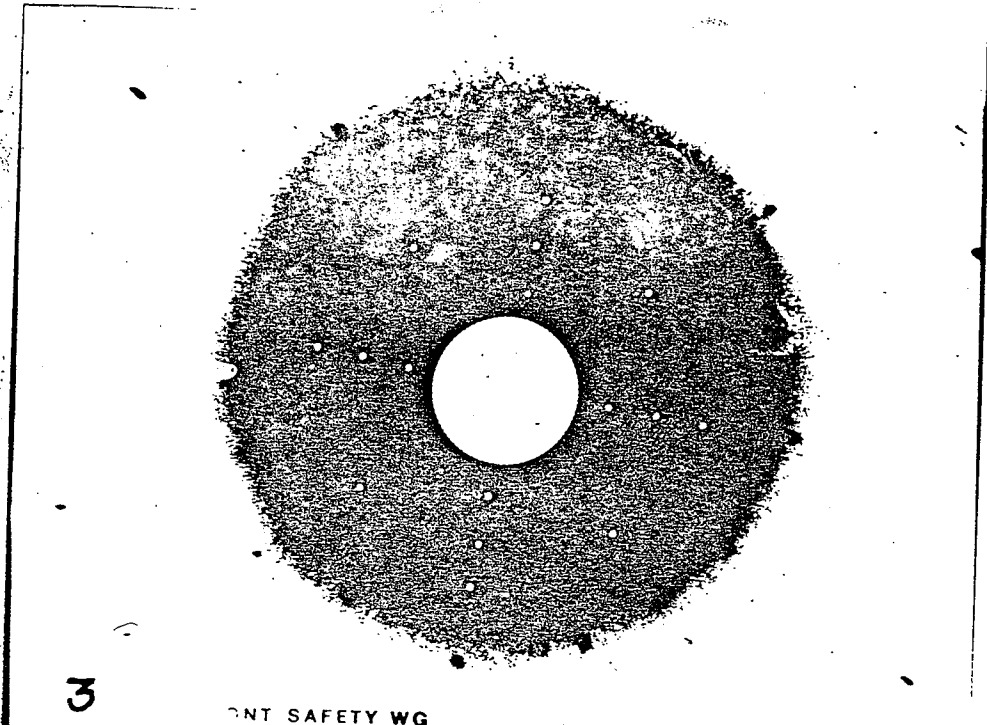
$$O'S = D \operatorname{tg} 2\theta$$

$$O'P = D \operatorname{tg}(90^\circ - \theta) = D \operatorname{ctg} \theta$$

Daraus erhält man den Punkt P, denn S, O', P liegen auf ei-  
 ner Geraden. Man muß also den Abstand O'S jedes Reflexes  
 ausmessen, aus  $\operatorname{tg} 2\theta = \frac{O'S}{D}$   $\theta$  bestimmen und O'P gemäß  
 $O'P = D \operatorname{ctg} \theta$  für jeden Punkt berechnen. Sind alle Pro-  
 jektionspunkte markiert, werden passende Netzlinien gezeich-  
 net und die Punkte wie in den folgenden Beispielen (Abb.34-  
 -36) indiziert. Bei der gnomonischen Projektion eines ku-  
 bischen Kristalls bilden die Netzlinien Quadrate mit D als  
 Einheit der Seitenlängen.

Für eine Reflexion, die man als zu der reflektierenden  
 Ebene mit den Miller-Indizes (hkl) zugehörig indiziert hat,  
 sind nach der BRAGG'schen Gleichung  $2d \sin \theta = n\lambda$  weder n  
 noch  $\lambda$  noch auch, bei unbekannter Kristallstruktur, d be-  
 kannt. Man weiß also i.a. nicht, von welcher Wellenlänge  
 der Reflex stammt.





3

ONT SAFETY WG

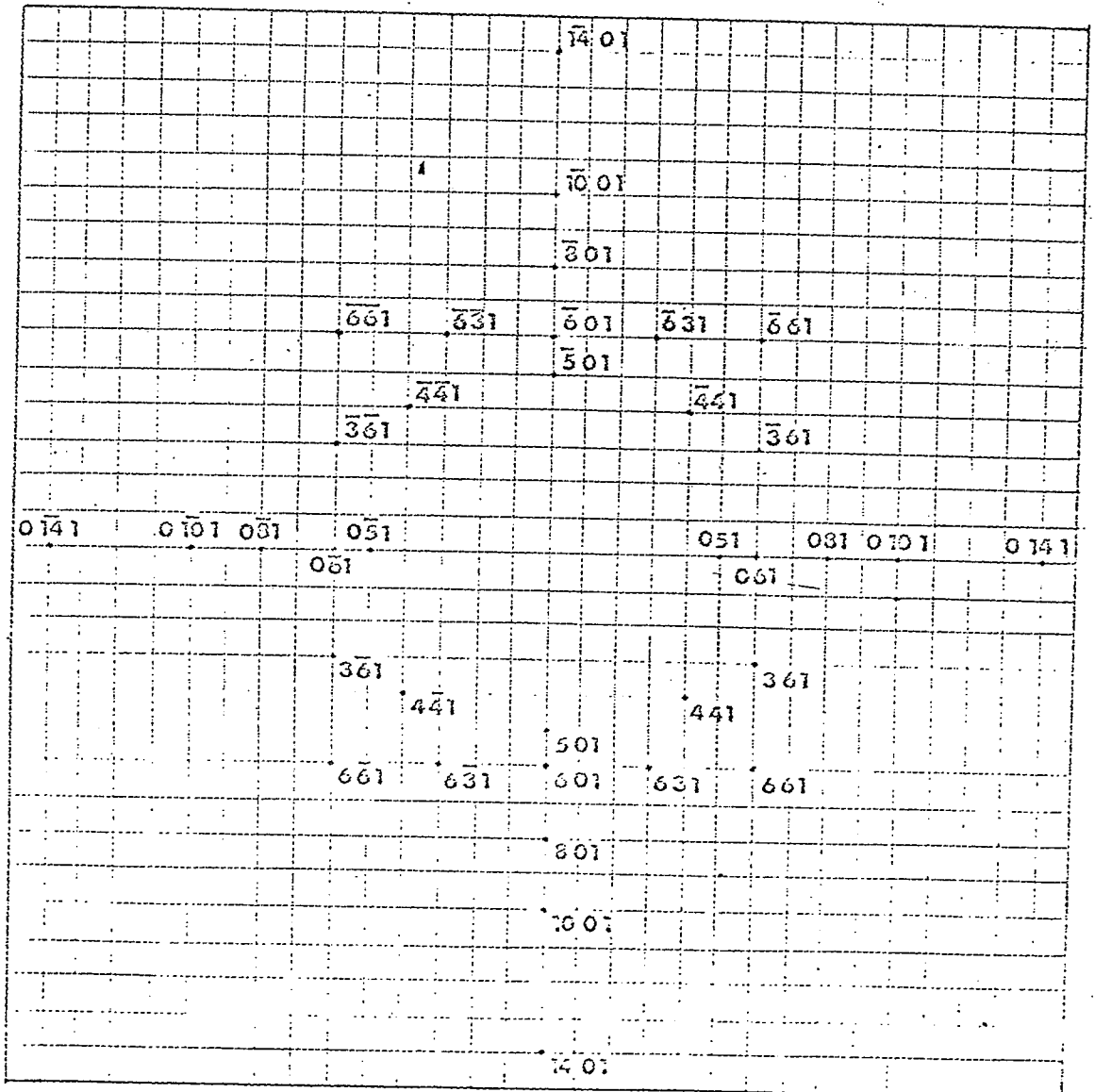


Abb.36



Abb.37

Abb.34: LAUE-Aufnahme von Al: 4-zählige Symmetrie (invariant bei Drehung um  $\frac{\pi}{2}$ )

Abb.35: LAUE-Aufnahme von LiF: 4-zählige Symmetrie

Abb.36: LAUE-Aufnahme von Ge: 4-zählige Symmetrie (die im Positiv nicht erscheinenden Reflexe wurden nachträglich eingezeichnet)

Abb.37: LAUE-Aufnahme von Te: 3-zählige Symmetrie (invariant bei Drehung um  $\frac{2\pi}{3}$ )  
 Wegen des komplizierten Aufbaus des Kristalls und der Vielzahl der Reflexe wurde diese Aufnahme nicht indiziert.

Reflexe mit niedrigen Indizes (z.B. (111)) treten wegen des Abstandes Film - Kristall nicht auf. Sie erscheinen außerhalb des Films. Erst bei Verkleinerung des Plattenabstandes

könnten sie auf dem Film registriert werden. Dadurch kommen allerdings die übrigen Reflexe enger zu liegen, wodurch das Diagramm unübersichtlich wird.

Ein kubischer Kristall besitzt 3 vierzählige Symmetrieachsen und zwar sind dies die Normalen auf die Ebenen  $(001)$ ,  $(010)$ ,  $(100)$ . Erhält man also LAUE-Aufnahmen vierzähliger Symmetrie, wie in den Abbildungen 34, 35, 36, so muß der Strahl parallel zu einer dieser Achsen auf den Kristall gefallen sein (Abb. 38)

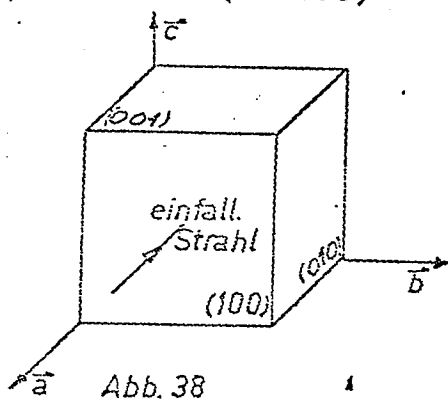


Abb. 38  
Einschubrichtung des Strahls

Weit komplizierter werden die LAUE-Diagramme von Einkristallen, die nicht senkrecht zu einer Symmetrieachse angeschliffen sind, oder gegen den einfallenden Strahl geneigt sind (wie in Abb. 39)

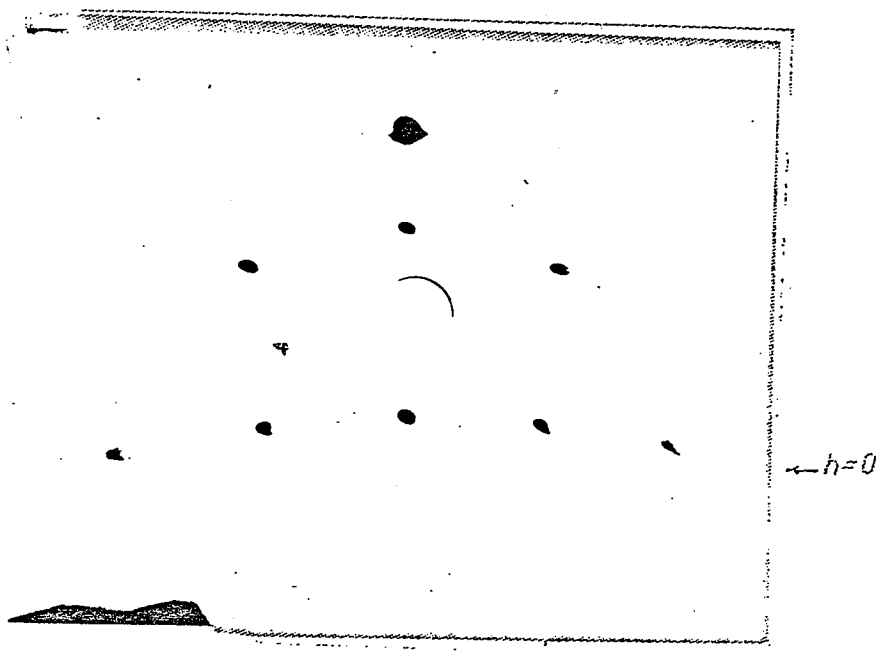


Abb. 39: LAUE-Aufnahme des Al-Einkristalls, welcher etwa  $20^\circ$  gegen den einfallenden Strahl geneigt wurde.

Man entnimmt Abb. 39, daß eine Anzahl neuer Reflexe erscheint, während andere verschwinden oder abgeschwächt werden. Die Aufnahme ist nur noch symmetrisch bezüglich der senkrechten Achse, dagegen liegen Reflexe mit gleichem Index  $h$  auf Hyperbeln.

Manchen Praktikanten fällt es schwer, sich den Unterschied der Interferenzbilder, die bei LAUE-Aufnahmen (Punktmuster) und bei DEBYE-SCHERRER-Aufnahmen (Kreise) entstehen, zu verdeutlichen. Deshalb möchte ich zum Schluß nochmals darauf eingehen.

Interferenzringe („DEBYE-Ringe“) erhält man grundsätzlich bei Aufnahmen von Proben polykristalliner Struktur (Vielkristalle). Primär erhält man auch hier Interferenzpunkte, die jedoch wegen den vielen möglichen Orientierungen der Kristallite in der Probe so eng beisammen liegen, daß insgesamt ein kreisförmiges Interferenzbild entsteht.

Interferenzpunkte bekommt man grundsätzlich bei Aufnahmen von Einkristallen. Um dies zu verdeutlichen, zeigt Abb. 40 eine Drehkristallaufnahme von LiF. Die Aufnahme wurde genau wie eine DEBYE-SCHERRER-Aufnahme hergestellt (allerdings in einer breiteren Kamera), sieht aber wie eine LAUE-Aufnahme aus, da als Probe ein LiF-Einkristall verwendet wurde.

Das Drehkristallverfahren nimmt übrigens eine Zwischenstellung zwischen dem LAUE- und dem DEBYE-SCHERRER-Verfahren ein. Es lassen sich allerdings mehr Aussagen über einen Kristall als beim LAUE-Verfahren machen, da die zur Reflexion gelangende Wellenlänge bekannt ist (monochromatische Strahlung).



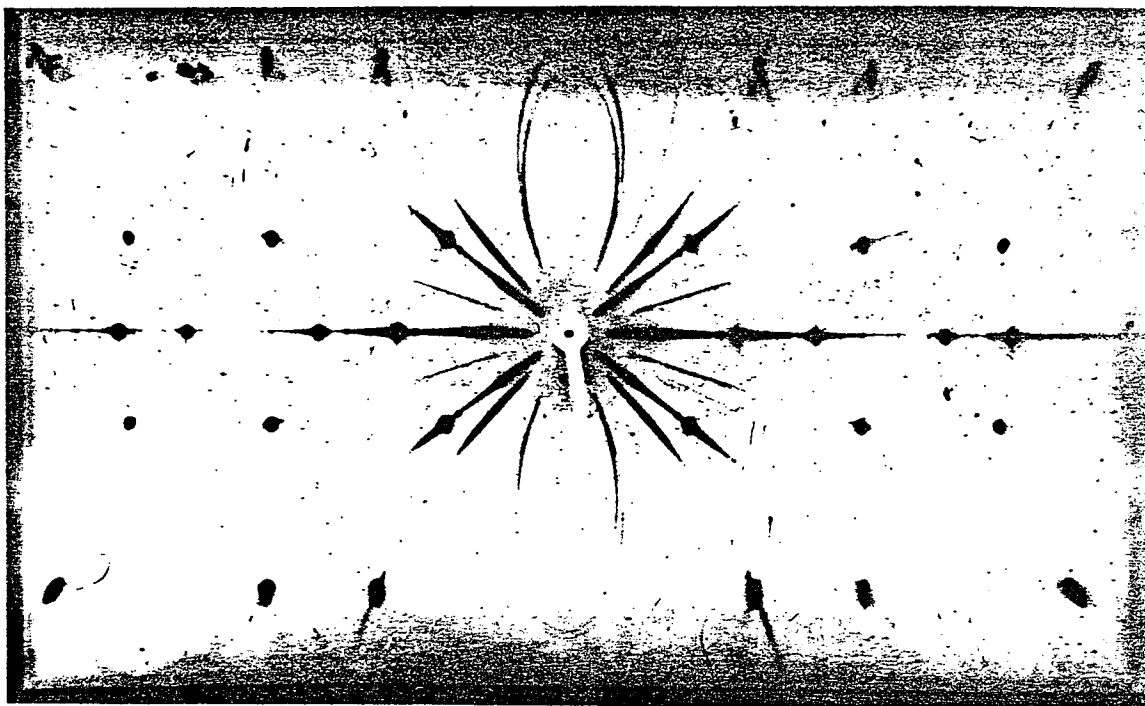


Abb.40: Drehkristallaufnahme eines LiF-Einkristalls. Aufgenommen mit Cu  $K_{\alpha}$  bei 35kV/20mA. Der Kristall wurde bei der Aufnahme um die  $[100]$ -Achse gedreht. (Bei kubischen Kristallen ist Richtung  $[hkl] \perp$  Ebene  $(hkl)$ !).

## 7. Empfehlungen und Hinweise zur Versuchsdurchführung im Praktikum.

### 7.1. BRAGG - Spektroskopie

Nicht alle der in 6.1. diskutierten Experimente lassen sich im Praktikum durchführen. Als interessant und lehrreich für den Praktikanten können folgende Versuche angesehen werden:

- 1) Justierung des Spektroskops, Vertrautwerden mit der Apparatur (Dauer ca. 1 h)
- 2) Bestimmung der Totzeit des Zählrohrs ( $\frac{1}{4}$  h)
- 3) Emissionsspektrums der Cu-Anode bei einer Spannung  $\geq 40$  kV, gleichzeitige Aufnahme des Absorptionsspektrums eines Elements (wahlweise Ag, Pd, Sn; alle Elemente eignen sich gleich gut), sowie Überprüfung der Absorption der Cu  $K_{\beta}$ -Strahlung durch Ni ( $2\frac{1}{2}$  h)

- 4) Identifizierung der im Spektrum enthaltenen Linien.
- 5) Bestimmung der wahren Höhen der Cu-Linien durch Absorptionsmessungen ( $\frac{1}{4}$  h)
- 6) Berechnung des Massenabsorptionskoeffizienten, Ermittlung der Energie des K-Niveaus aus gemessener Wellenlänge  $\lambda_K$
- 7) h-Bestimmung aus der Grenzwellenlänge des Spektrums bzw. nach der Isochromatenmethode ( $\frac{1}{2}$  h)

Die Lage und der geringe Abstand - vor allem der  $L_I - L_{II}$ -Kanten - gestalten die Messungen der Absorptionskoeffizienten an den L-Kanten außerordentlich schwierig. Teilweise dürfen die Meßpunkte nicht weiter als 3' auseinanderliegen, um die Wellenlängen, die von Interesse sind, zu erhalten. Das erfordert einen sehr großen Zeitaufwand, so daß dieser Punkt als Praktikumsversuch nicht geeignet sein dürfte.

### 7.2. Anfertigung der DEBYE-SCHERRER-Aufnahmen

Wegen der langen Belichtungszeit empfiehlt es sich, nur zwei Aufnahmen zu machen, und zwar je eine von einem flächen- und einem raumzentrierten Gitter. Besonders ist bei der Aufnahme auf die exakte Zentrierung der Probe zu achten, da nur so eine gute Aufnahme gewährleistet ist. Es sollten die Reflexe indiziert und die Gitterkonstanten bestimmt werden. (Versuchsdauer incl. Entwickeln ca.  $1\frac{1}{2}$  h)

### 7.3. Anfertigung der LAUE-Aufnahmen

Im Praktikum sollten die Aufnahmen zweier Kristalle - möglichst mit verschiedener Symmetrie - angefertigt werden. Eine Indizierung der Reflexe erübrigt sich, da auch in der Praxis nur Symmetrien und kristalline Verformungen mit LAUE-Aufnahmen untersucht werden. (Dauer etwa  $1\frac{1}{2}$  h)

## ANHANG

Anleitung zum Praktikumsversuch:

### Experimente mit Röntgenstrahlen

Literatur: Gerthsen, Physik, S. 442-454;  
Schpolski, Atomphysik, S. 89-120;  
Kittel, Solid State Physics, Kap. 2;  
Huber/Staub, Physik III,1 (Atomphysik), S. 179-192

Stichworte: Erzeugung von Bremsstrahlung, Spektren, charakteristische Röntgenstrahlung, Wechselwirkung mit Atomen, Röntgenstrahlinterferenzen, Beobachtungsmethoden, Nachweis der Röntgenstrahlung, Absorptionskoeffizient, Absorptionskanten, Auswertung von DEBYE-SCHERRER-Aufnahmen, BRAGG-Verfahren, Strukturamplitude.

- Aufgaben:
- 1) Untersuchung des Emissionsspektrums der Röntgenröhre mit einem BRAGG-Spektrometer und Bestimmung der Wellenlängen von  $K_{\alpha}$  und  $K_{\beta}$  des Kupfers sowie Bestimmung des Planck'schen Wirkungsquantums  $h$ .
  - 2) Aufnahme des Spektrums mit vorgeschaltetem Ni-Filter.
  - 3) Bestimmung der Absorptionskoeffizienten von Pd (oder Ag) im Wellenlängenbereich von 0,3 - 0,9 Å (Absorptionskante).
  - 4) Anfertigung zweier DEBYE-SCHERRER-Aufnahmen von Al und W, Indizierung der Reflexe und Bestimmung der Gitterkonstanten.
  - 5) Anfertigung zweier LAUE-Aufnahmen von Al und Te.

Zubehör: Röntgenanlage für die Maximalleistung von 1 kW. Die Röntgenröhre besitzt eine Cu-Anode und wird mit Wechselspannung (max: 50 kV) betrieben. Sie hat 4 Strahlfenster, vor die wahlweise Fe, Ni, Zr oder kein Absorber geschaltet werden können. BRAGG-Spektrometer mit Kalkspatkristall (Gitterkonstante 3,029 Å), 3 Spaltblenden, Geiger-Müller Zählrohr mit elektronischer Apparatur, bestehend aus Hochspannungsversorgung, Verstärker, Zähler und Zählratenmesser, Fluoreszenzschirm. DEBYE-SCHERRER-Kamera (Durchmesser 57,3 mm) mit justierbarer Halterung, Justierfernrohr mit eingebautem Fluoreszenzschirm, Motor zur Drehung der Proben, optische Justiereinrichtung zur Ausrichtung der Proben, Filmschneidevorrichtung. Kamera zur Anfertigung der LAUE-Aufnahmen, Lochstanzer für LAUE-Filme, sowie: Markierungsnadel,

Absorptionsfolien Ag, Pd, Sn, Au, Cu;

Einkristalle Al, LiF, Te, Ge;

Proben für DEBYE-Kamera: Cu, W, Mo, Al;

2 Blenden für DEBYE-SCHERRER- und LAUE-Aufnahmen,

Umrechnungstabelle  $\theta \rightarrow \lambda$

Durchführung: Einschalten der Röntgenröhre:

- 1) Wasserzufuhr weit genug aufdrehen
- 2) mA- und kV-Schalter auf Minimalwert
- 3) Schiebeschalter nach oben schieben
- 4) Schwarze Drucktaste betätigen

- 5) Röhrenstrom und Hochspannung auf den gewünschten Wert bringen (1 KW nicht überschreiten!).

Abschalten der Röntgenröhre:

- 1) mA- und kV-Schalter auf Minimalwert
- 2) Rote Drucktaste betätigen
- 3) Wasser abdrehen

Justierung des Spektrometers

Durch die Justierung soll erreicht werden, daß ein eng ausgeblendetes Strahlenbündel auf die Drehachse des Goniometers gerichtet ist, und daß die Drehachse in der Oberfläche des Kristalls liegt. Die Grobjustierung wird zunächst bei 30 kV und 15 mA durchgeführt. Filterscheibe der Röhre:

a) Grobjustierung des Strahls

Die Breite der Spaltblenden sollte hierbei möglichst nicht geändert werden. Mit den Stellschrauben an den Bleispalten läßt sich eine Horizontal- bzw. Vertikalablenkung des Strahls erreichen.

Die Drehachse wird durch eine Nadel markiert. Unter Leuchtschirmkontrolle werden die Spalte so einjustiert, daß der Strahl symmetrisch zur Markierungsnadel verläuft. Der Strahl soll bei der Nadel eine Breite von etwa 1 - 2 mm besitzen.

b) Justierung des Zählrohrs

Entsprechend dem Zählrohrplateau von 800 V - 930 V (Werte gelten für Victoreen 1 B 85) wähle man eine Arbeitsspannung von 860 V und eine Zählzeit von 1 min. Da das Zählrohr sich bei der Justierung im direkten Strahl befindet

(Nadel entfernen!), würde es wegen seiner Totzeit die wahren Zählraten nicht mehr registrieren. Man bringt daher den Cu-Absorber vor das Zählrohr, mißt im Bereich der maximalen Zählraten in Winkelabständen von  $15'$  und ermittelt aus der graphischen Auftragung der Zählraten die Nullstellung des Zählrohrs.

c) Grobjustierung des Drehkristalls

Hierzu genügt die Einstellung nach der Anzeige des Ratemeters.

Der Kristall wird parallel zum Strahl ausgerichtet. Man überprüft dies, indem man ihn etwas um seine Achse dreht und dabei die Anzeige des Ratemeters beobachtet. Sodann wird der Kristall so lange senkrecht zum Strahl verschoben, bis die Anzeige des Ratemeters halb so groß ist wie ohne Kristall. Zur Überprüfung wird bei der Einstellung der Kristall mehrmals um  $180^\circ$  gedreht. Der Kristall deckt dann genau die Hälfte des Strahls ab, wenn die Anzeige des Ratemeters nach Drehung um  $180^\circ$  in etwa unverändert bleibt und halb so groß ist wie ohne Kristall.

d) Feinjustierung des Drehkristalls

Die genaue Nullstellung des Drehkristalls hat sich jedoch nicht nach seiner Oberfläche, sondern nach seinen reflektierenden Netzebenen zu richten. Man ermittelt die endgültige Nullstellung folgendermaßen:

Man dreht den Kristall um  $5^\circ$ , d.h. das Zählrohr um  $10^\circ$ .

Bei fester Einstellung des Zählrohrs (da die Intensität jetzt schwächer ist, entferne man den Cu-Absorber und erhöhe U auf 50 kV, I auf 18 mA) ermittle man mit Hilfe der Mikrometerschraube die Stellung des Kristalls, bei

der maximale Intensität registriert wird. Meßzeit  $t = 2$  min.  
Meßintervalle  $6'$ . Stellt man das Zählrohr wieder auf sei-  
nen alten Nullpunkt, so kommt der Kristall in seine end-  
gültige Nullstellung.

Eine am Spektrometer angebrachte Halbwinkelführung be-  
wirkt, daß bei Bewegung des Zählrohrträgerarms der Kristall  
um den halben Winkel mitgedreht wird.

Zu 1), 2), 3):

Man bestimme die Totzeit des Zählrohrs (Kohlrausch 7.1.3.2.  
2.), indem man das Zählrohr in die Nullstellung bringt  
und die Zählrate als Funktion des Röhrenstromes mißt.

Man messe die Spektren in Winkelintervallen von  $15'$   
(Meßzeit  $t = 1$  min), im Bereich der Kanten und der  $K_{\alpha}$ -  
bzw.  $K_{\beta}$ -Linien in entsprechend kleineren Abständen.

Damit der gesamte Wellenlängenbereich nur einmal durch-  
fahren werden muß, messe man abwechselnd 1), 2) und 3).

Um genügend hohe Intensitäten auch mit Absorber zu er-  
halten, wähle man 50 kV und 18 mA.

- a) Man trage das Emissionsspektrum über der Wellenlänge  $\lambda$   
auf (nicht über  $\theta$ ) und entnehme daraus die Wellenlängen  
von  $K_{\alpha}$  und  $K_{\beta}$ . Man vergleiche mit dem Moseley'schen Ge-  
setz. Außerdem errechne man aus der Grenzwellenlänge  
 $\lambda_{\text{Grenz}}$  (Extrapolation) das Planck'sche Wirkungsquantum.
- b) Man trage das Absorptionsspektrum von Ni über  $\lambda$  auf. Was  
läßt sich daraus erkennen?
- c) Nach Korrektur der Zählraten auf die Totzeit berechne  
man die Absorptionskoeffizienten von Pd (Ag) (Folien-  
dicke steht auf der Folienshalterung). Man gebe die Ener-

gie der Absorptionskante an.

Zu 4):

Zur Justicierung der Halterung für die DEBYE-SCHERRER-Kamera wird das Fernrohr verwendet. Die Halterung wird solange verändert, bis der Strahl durch das Fadenkreuz im Fernrohr geht. Dann wird das Fernrohr durch die Kamera ersetzt. Durch Anbringen des kleinen Fluoreszenzschirmes am Ausgang der Kamera kann die richtige Justicierung der Kamera überprüft werden.

Dann wird die Kamera von der Halterung genommen und die Probe eingesetzt. Mit der optischen Justiervorrichtung wird kontrolliert, ob die Probe gut zentriert ist. Gegebenenfalls wird mit der Schraube an der DEBYE-SCHERRER-Kamera nachjustiert. In der Dunkelkammer kann der Film (Osray T4) bei Rotlicht vorbereitet werden. Mit der Filmschneidvorrichtung wird er zunächst auf die richtige Länge geschnitten. Dann werden die Löcher für die Blenden ausgestanzt (siehe Muster) und der Film in die Kamera eingelegt (Vorsicht, Probe nicht berühren). Aufnahmen bei 35 kV, 25 mA, ca. 30 min. belichten. Entwicklung (Neutol NE Agfa) ca. 5 min., zwischenwässern, 10 min. fixieren und anschließend 15 min. wässern, trocknen.

Zur Indizierung einer DEBYE-Aufnahme:

Der kubischen Gitterstruktur liegt die Formel

$$\sin^2 \theta = \frac{\lambda^2}{4a^2} (h^2 + k^2 + l^2) \quad \text{zugrunde.}$$

Hieraus lassen sich Indizes h, k, l und Gitterkonstante a berechnen.



Man beachte, daß - charakteristisch für raum- bzw. flächenzentrierte Gitter - Ordnungen ausfallen. Das Fehlen bestimmter Ringe kann daher zur Unterscheidung zwischen raum- und flächenzentrierten Strukturen herangezogen werden. Man gebe Gitterstruktur und -konstante (Fehlerangabe) an.

Zur verwendeten Wellenlänge: Man überlege sich, warum das Spektrum mit Ni-Absorber aufgenommen wurde.

Zu 5):

Die LAUE-Aufnahmen werden im Rückstrahlverfahren aufgenommen. Dazu klebe man mit Wachs den Kristall auf das eingeritzte Fadenkreuz. Mit dem Lochstanzer wird in die Mitte des Films ein Loch gestanzt (Dunkelkammer!). Der Film bleibt in der Papierhülle und wird über die Eintrittsblende geschraubt. Zur Aufnahme: 35 kV, 25 mA; Belichtung: 45 min., Entwickeln wie DEBYE-Aufnahmen.

Aus den Aufnahmen ziehe man Rückschlüsse auf die Symmetrie der Kristalle.

LITERATURVERZEICHNIS:

- [1] K.SAGEL: Tabellen zur Röntgenemissions- und Absorptionsanalyse (Springer, Berlin 1959)
- [2] M.A.BLOCHIN: Physik der Röntgenstrahlen (VEB Verlag Technik, Berlin 1957)
- [3] CH.KITTEL: Einführung in die Festkörperphysik (R. Oldenbourg, München und Wien 1969)
- [4] P.P:EWALD: Kristalle und Röntgenstrahlen (Springer, Berlin 1923)
- [5] . . . . . Anleitung zum Röntgengenerator PW 1008/85
- [6] E.F.KAELBLE: Handbook of X - Rays (McGraw-Hill, N.Y. 1967)
- [7] H.NEUERT: Kernphysikalische Meßverfahren (G. Braun, Karlsruhe 1966)
- [8] K.SAGEL: Tabellen zur Röntgenstrukturanalyse (Springer)

Verwendete Tabellenwerke:

K.Sagel [1]

Handbook of X-Rays

Nuclear Data A7

d'Ans-Lax: Handbuch für Chemiker und Physiker

Theissen u. Vollath: Tabellen der Massenschwächungskoeffizienten von Röntgenstrahlen

Herrn Prof. Dr. H. Langhoff danke ich für die interessante und lehrreiche Themenstellung, außerdem für viele wertvolle Anregungen und zahlreiche fördernde Diskussionen.

Herrn Dr. A. Aehlig danke ich für die Betreuung während der Arbeit.

Ich versichere hiermit, daß ich die vorliegende Arbeit  
selbst angefertigt und außer der angegebenen Literatur  
keine weiteren Hilfsmittel benutzt habe.

Würzburg, den 18.6.1973

Joachim Straßberger