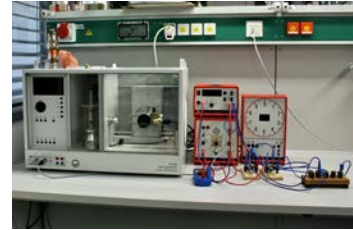




Martin-Luther-Universität
Halle-Wittenberg
FB Physik

Physikalisches Praktikum Master

Stand: 3.11.2020



M06: Strukturaufklärung mit Röntgenmethoden

Der Versuch besteht aus 2 Teilen:

Bei den Röntgenbeugungsexperimenten wird die Röntgenstrahlung als elektromagnetische Welle beschrieben und kann an Kristallgittern gebeugt werden. Daraus lassen sich Informationen über die Struktur der untersuchten Objekte gewinnen.

Auf der anderen Seite können mit Röntgenstrahlen spektroskopische Untersuchungen in Absorption bzw. Emission zum Beispiel an Festkörpern durchgeführt werden. Das lässt Rückschlüsse auf die in der Probe enthaltenen Elemente zu, man erfährt also etwas über die Zusammensetzung der Probe.

Im Verlauf des Versuchs wird dann versucht, den Aufbau um die Laue-Spektroskopie zu erweitern. Hierzu können die Details mit dem Betreuer abgesprochen werden.

Röntgenbeugung:

- 1) Bestimmen Sie experimentell bei einer Röhrenspannung von 30 kV die Totzeit des Zählrohres. Die Intensität wird in Abhängigkeit vom Röhrenstrom im Bereich von 0 bis 1 mA mit mindestens 20 Messpunkten jeweils 10 Mal bestimmt. Der Detektor wird aus dem Primärstrahl (ohne Filter) auf einen Winkel $> 1,0^\circ$ gefahren. Achten Sie darauf, dass der Probenhalter nicht vom Primärstrahl getroffen wird. Die gemittelten Daten werden mit der Beziehung zwischen tatsächlicher und gemessener Impulsrate (siehe im Text) gefittet und daraus die Totzeit bestimmt (vgl. mit Angabe von Leybold $\leq 90 \mu\text{s}$).
- 2) Für einen Steinsalz-Einkristall (Spaltfläche: (100); Gitterkonstante $a = 5,63 \times 10^{-8} \text{ cm}$) sind für mindestens vier Röhrenspannungen und einen Röhrenstrom von 1 mA in ungefilterter Strahlung die Beugungsdiagramme mit einem Bragg-Spektrometer aufzunehmen.
- 3) Mit der Spektrometeranordnung von 2) ist das Anodenmaterial der Röntgenröhre zu bestimmen.
- 4) Aus der spannungsabhängigen kurzwelligen Kante der Röntgenbremsstrahlung ist das Plancksche Wirkungsquantum zu bestimmen (Duane-Hunt-Gesetz).
- 5) Das Absorptionsspektrum von Zirkonium ist graphisch darzustellen. Die Lage der Absorptionskante von Zr ist anzugeben.

- 6) Mit Hilfe monochromatischer Röntgenstrahlung ist die Gitterkonstante eines weiteren Ionenkristalls mit kubischer Symmetrie zu ermitteln (Strukturanalyse). Daraus und mit Hilfe von Kristall-Standardtabellen ist die Zusammensetzung des zweiatomigen Einkristalls anzugeben. Bei Mehrdeutigkeit ist eine begründete Auswahl vorzunehmen.

Röntgenspektroskopie:

- 1) Zunächst muss der EDX-Detektor an Stelle des Zählrohres eingebaut und entsprechend an den Vielkanalanalysator von CASSY angeschlossen werden. Die Messwerterfassung erfolgt mit dem CASSY-Programm, nicht mit dem Röntgenprogramm.
- 2) Entsprechend dem Datenblatt von Leybold wird der EDX-Detektor kalibriert. An dieser Stelle empfiehlt es sich, mit den Einstellmöglichkeiten und der Messwertdarstellung vertraut zu machen.
- 3) Mit Hilfe der bereit gestellten Proben ist das Moseleysche Gesetz sowohl für die K- als für die L-Linien zu überprüfen. Der EDX-Detektor kann in einem Energiebereich von 5 keV bis 50 keV (je nach Einstellung der Verstärkung) messen. Aus Intensitätsgründen sollte nicht in einem Bereich über 25 keV gemessen werden. Die Auswahl der Proben für die Messungen ist geeignet vorzunehmen.
- 4) Proben mit unbekannter Zusammensetzung sollen untersucht werden. Dabei ist die Genauigkeit der Methode hinsichtlich einer quantitativen Analyse abzuschätzen

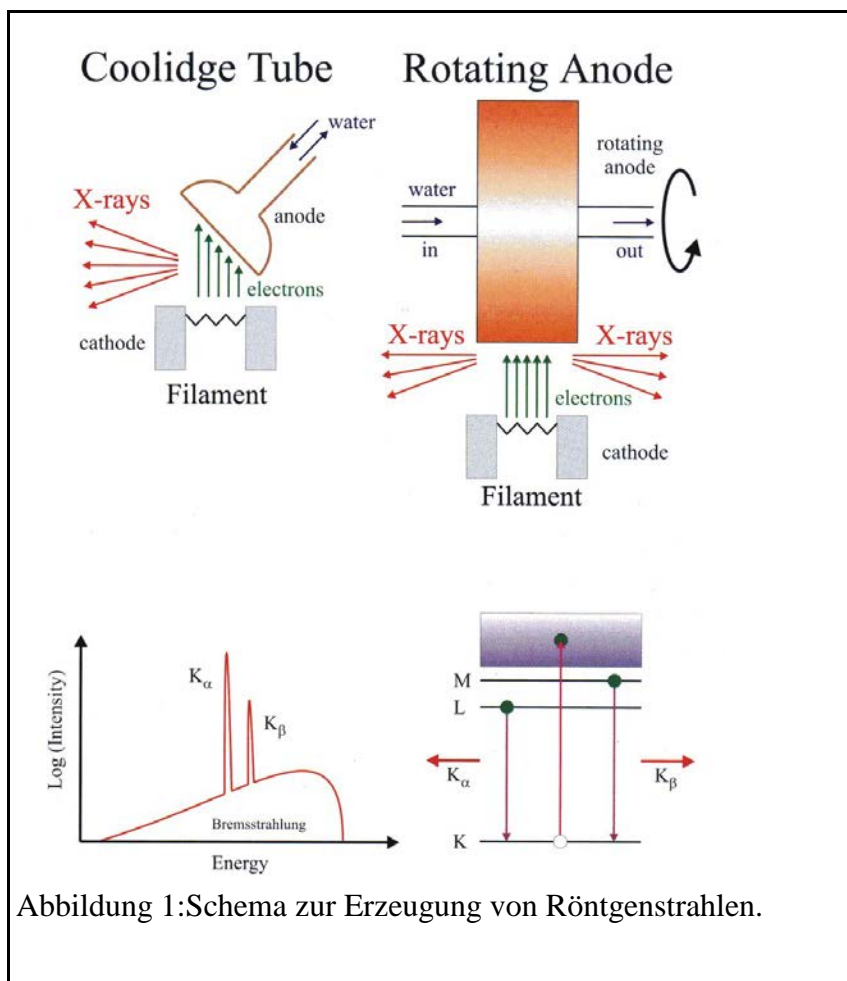
Kontrollfragen:

- ✓ Wie groß ist der Wirkungsgrad bei der Erzeugung von Röntgenstrahlen mit einer konventionellen Röntgenröhre (Umsetzung elektrische Energie in Strahlungsenergie)?
- ✓ Was ist der Unterschied zwischen Röntgenstrahlen und Gammastrahlen?
- ✓ Röntgenstrahlen werden beim Durchgang durch Materie geschwächt. Wovon hängt diese Schwächung ab?
- ✓ In der Abbildung 3 ist ein Absorptionsspektrum zu sehen. Erklären Sie den charakteristischen Verlauf!
- ✓ In der Abbildung 3 sind auch die Emissionslinien abgebildet, sie liegen jeweils „rechts“ von der „Kante“. Warum ist das so?
- ✓ Welche Möglichkeiten gibt es, Röntgenstrahlen nachzuweisen bzw. zu messen?
- ✓ Die Lage der Röntgenreflexe wird durch die Bragg-Gleichung beschrieben. Leiten Sie die Beziehung ab!
- ✓ Welche Faktoren beschreiben die Intensität der Röntgenreflexe?
- ✓ Welchen Einfluss hat die Beschaffenheit der Probe auf die Intensität?
- ✓ Was versteht man unter Primitivität der Elementarzelle, und wie kann man sie mit Hilfe der Röntgenbeugung bestimmen?
- ✓ Berechnen Sie für die NaCl- und die CsCl-Struktur jeweils den Strukturfaktor in Abhängigkeit von den Millerschen Indizes!

Grundlagen:

Erzeugung und Eigenschaften von Röntgenstrahlung

Röntgenstrahlen und auch Gammastrahlen sind elektromagnetische Wellen sehr kurzer Wellenlänge, wobei bestimmte Erscheinungen aber nur beschrieben werden können, wenn man dieser Strahlung gleichzeitig auch einen Teilchencharakter (Photonen) zukommen lässt. Obwohl Röntgen- und Gammastrahlung physikalisch gleicher Natur sind, versteht unter Röntgenstrahlung die Strahlung, die durch beschleunigte Ladungen hervorgerufen wird. Das können geladene Teilchen sein, die sich auf einer Kreisbahn bewegen (Synchrotronstrahlung) oder Elektronen in einer konventionellen Röntgenröhre, die beim Auftreffen auf eine Anode abgebremst werden.



Sowohl bei der konventionellen (Coolidge) als auch bei der Drehanoden-Röhre werden durch Glühemission Elektronen erzeugt, die dann zur Anode hin beschleunigt werden. Beim Auftreffen auf die Anode wird nur ein geringer Teil der Bewegungsenergie $E = e \cdot U$ (e -Elementarladung, U -angelegte Spannung) zum einen durch Abbremsen der Elektronen im elektrischen Feld der Atome (Bremsstrahlung) und durch Elektronenstoßprozesse in der Atomhülle (charakteristische Strahlung) in Röntgenstrahlung umgewandelt. Der Bremsvorgang der

Elektronen vollzieht sich in mehreren Stufen, die Energie wird quasi portionsweise abgegeben. Als Ergebnis erhält man ein vom Material unabhängiges Bremsspektrum mit einer maximalen Energie E bzw. minimalen Wellenlänge. Das Bremsspektrum zeigt ein Maximum, das bei $1,5 \cdot \lambda_{Grenz}$ liegt. Geben Sie den Faktor für Ihren Versuch an!

$$\lambda_{Grenz} = \frac{c \cdot h}{e \cdot U} \quad (1)$$

(c -Lichtgeschwindigkeit, h -Plancksches Wirkungsquantum), bekannt als das Duane-Hunt-Gesetz.

Für die Intensität der Röntgenstrahlung, das ist die Anzahl der Quanten pro Fläche und Zeit, gilt

$$I \propto Z \cdot I_A \cdot U^n \quad (2)$$

(I_A -Anodenstrom, $n = 2$ für ungefilterte Strahlung, bis 5 für gefilterte Strahlung).

Auf das Bremsspektrum aufgesetzt sind die Linien des charakteristischen Spektrums. Durch Wechselwirkung der auftreffenden Elektronen mit den an das Atom gebundenen Elektronen kann an diese Elektronen soviel Energie übertragen werden, dass diese aus ihrer Schale herausgelöst werden. Der frei gewordene Platz wird von einem anderen Elektron eingenommen, das dabei seine gewonnene Energie in Form von elektromagnetischen Wellen abstrahlt. Bei den Übergängen zu den atomkernnahen Schalen ist dies wegen der hohen Bindungsenergie Röntgenstrahlung. Die Wellenlängen der Linien können mit dem Gesetz von Moseley bestimmt werden:

$$\frac{1}{\lambda} = R \cdot (Z - \sigma)^2 \left(\frac{1}{n^2} - \frac{1}{m^2} \right) \quad (3)$$

(R -Rydbergkonstante, Z -Kernladungszahl, σ -Abschirmkonstante, $\sigma=1$ für K -Linien bzw. $\sigma=7,4$ für L -Linien, n, m -Hauptquantenzahlen)

Für die Intensität des Linienspektrums gilt nach Jönsson und Bergen-Davis

$$I \propto (U - U_0)^2 \quad (4)$$

(U_0 -kritische Anregungsspannung für das Anodenmaterial).

Überprüfen Sie im Zusammenhang mit der Aufgabe 3 diese Beziehung und geben Sie die kritische Anregungsspannung an!

Wechselwirkung von Röntgenstrahlung mit Materie

Wenn Röntgenstrahlung mit Materie in Wechselwirkung tritt, kann sie entweder gestreut oder absorbiert werden. Bei der klassischen Beschreibung der Streuung übt die das elektrische Feld der einfallenden Röntgenstrahlung eine Kraft auf die Elektronen aus und regt diese zu Schwingungen an, was dann eine gestreute Welle hervorruft. Die Wellenlänge der gestreuten Welle ist gleich der Wellenlänge der einfallenden, d.h. die Streuung ist elastisch. Trifft eine unpolarisierte Welle auf ein Elektron so wird die gestreute Intensität I_e durch die Thomsonsche Streuformel beschrieben:

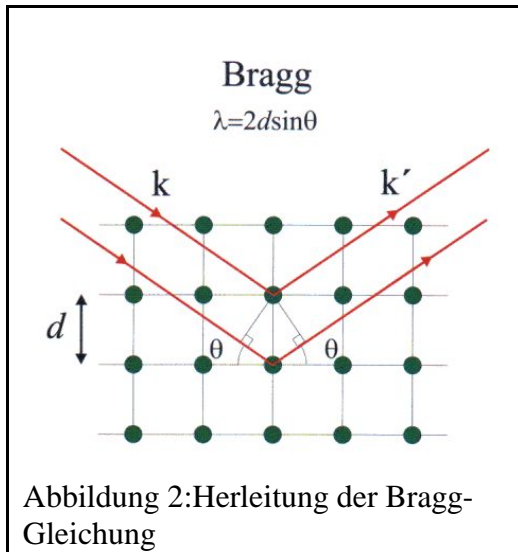
$$I_e = \frac{r_0^2}{r^2} \left(\frac{1 + \cos^2 \theta}{2} \right) I_0 \quad (4)$$

(r_0 -klassischer Elektronenradius, θ -Streuwinkel, r -Abstand, I_0 -einfallende Intensität)

Bei der Streuung der Röntgenwelle am Atom müssen die von den einzelnen Elektronen in der Atomhülle gestreuten Partialwellen phasengerecht aufsummiert werden. Als Ergebnis dieser Betrachtung erhält man den Atomformfaktor f_A .

$$f_A(\vec{Q}) = \int \rho(\vec{r}) \cdot e^{i\vec{Q} \cdot \vec{r}} d\vec{r} \quad (6)$$

($\rho(r)$ -Elektronendichtverteilung, \vec{Q} -Streuvektor)



Im Grenzfalle für $Q \rightarrow 0$ streuen alle Volumenelemente in Phase und der Atomformfaktor f_A ist gleich Z . Im nächsten Schritt wird die von einem Kristall gestreute Intensität abgeleitet. Ein Kristall ist eine periodische Anordnung von Atomen oder Molekülen im Raum. Elementar kann man die Bragg-Gleichung ableiten, indem die Beugung der Röntgenstrahlen an den Atomen als Reflexion an den Netzebenen beschrieben wird. Netzebenen werden durch die Millerschen Indizes angegeben. Die Bedingung für eine konstruktive Interferenz (siehe Abbildung 2) ist durch die Bragg-Gleichung bestimmt:

$$2 \cdot d \cdot \sin \theta = n \lambda \quad (7)$$

Für die Berechnung der gestreuten Intensität ist es notwendig die Streuamplitude für den Kristall

anzugeben.

$$F_{\text{Kristall}} = \sum_{r_j} f_j(\vec{Q}) e^{i\vec{Q} \cdot \vec{r}_j} \sum_{R_n} e^{i\vec{Q} \cdot R_n} \quad (8)$$

(R_n -Gittervektor, r_j -Position des Atoms innerhalb einer Elementarzelle, $R_n + r_j$ gibt die Position des Atoms im Kristall an)

Der 1. Faktor ist die Strukturamplitude der Elementarzelle, d.h. die Summation erstreckt sich über alle Atome in der Elementarzelle. Der 2. Faktor ist die Gitteramplitude, hier wird über alle Elementarzellen des Kristalls summiert. Die gestreute Intensität ist dann

$$I = |F_{\text{Kristall}}|^2 \cdot I_e \quad (9)$$

Aus der Berechnung des Strukturformfaktors ergeben sich die Auswahlregeln für die Reflexe bei den unterschiedlichen Strukturtypen und daraus dann der Bravaisstyp bzw. die Primitivität der Elementarzelle.

Im Sinne der Quantenmechanik ist die Röntgenstrahlung durch Photonen zu beschreiben, d.h. das Röntgenphoton hat einen Impuls $\hbar k$ und eine Energie $\hbar \omega$. Es kann Energie auf das Elektron übertragen werden, mit dem Ergebnis, dass die Energie des gestreuten Photons geringer ist, das ist zum Beispiel beim Compton-Effekt so. Im Unterschied zur Thomson-Streuung ist die Compton-Streuung inelastisch.

Bei der Absorption wird ein Elektron aus dem Atom herausgeschlagen und die überschüssige Energie vom Photon an das Elektron abgegeben. Quantitativ lässt sich die Absorption relativ einfach mit dem linearen Absorptionskoeffizienten beschreiben.

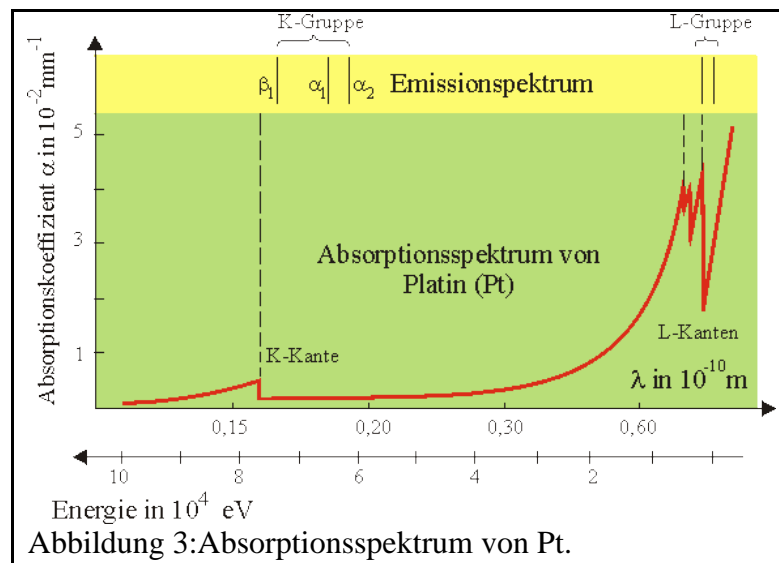
$$I = I_0 e^{-\mu \cdot z} \quad (10)$$

(μ -linearer Absorptionskoeffizient, z -durchstrahlte Dicke)

Das ionisierende Atom relaxiert wieder in den Grundzustand, indem das fehlende Elektron mit einem Elektron aus einer äußeren Schale aufgefüllt wird. Dabei wird ein Photon emittiert, die emittierte Strahlung ist bekannt als Fluoreszenzstrahlung. Die monochromatische Natur der Fluoreszenzstrahlung kann genutzt werden, um das Atom zu bestimmen, von dem diese Strahlung emittiert wurde. Mit dieser Methode oder bei Anregung mit Elektronen im Elektronenmikroskop kann man Substanzen nahezu zerstörungsfrei chemisch analysieren. Die Energie, die beim Übergang von dem höheren Energieniveau zur z.B. K-Schale frei wird, kann aber auch ein Elektron auf einer äußeren Schale herauslösen. Das zweite Elektron wird Auger-

Elektron genannt.

Der Absorptionsprozess zeigt eine ausgeprägte Abhängigkeit von der Photonenenergie der einfallenden Röntgenstrahlung.



In der Abbildung 3 ist das Absorptionsspektrum von Platin dargestellt. Unterhalb der Bindungsenergie für das K-Elektron von 78,395 keV kann das einfallende Photon nur L- oder M-Elektronen herauslösen, bei der charakteristischen Energie der K-Kante steigt die Absorption sprunghaft an. Danach fällt der Absorptionskoeffizient wieder mit E^{-3} . Analoges gilt für die anderen Kantenstrukturen.

Nachweis von Röntgenstrahlung

Die wichtigsten Detektoren für die Röntgenstrahlen sind der Film, das Zählrohr, der pn-Übergang (Halbleiterdetektor), die Digitalkamera mit CCD-Chip als optoelektronischem Bildwandler und Bildplattendetektoren mit Speicherleuchtstoffen. Bei diesem Versuch wird ein Zählrohr verwendet, die anderen Detektorsysteme sollten im Seminar zum Fortgeschrittenen-Praktikum zur Sprache kommen.

Zählrohr

Das Zählrohr ist ein Gasionisationsdetektor. Es besteht aus einem mit Argon und Halogen als Löschgas gefüllten ($p=100\text{mbar}$) Zylinderkondensator. Im kunststoffummantelten Metallzylinder ist in der Längsachse ein dünner Metalldraht gespannt. Zwischen Drahtanode (Radius r_A) und Mantelkatode (Radius r_K) wird eine Gleichspannung U_Z angelegt. Die radial abhängige Feldstärke E_R ist vor der Anode sehr hoch:

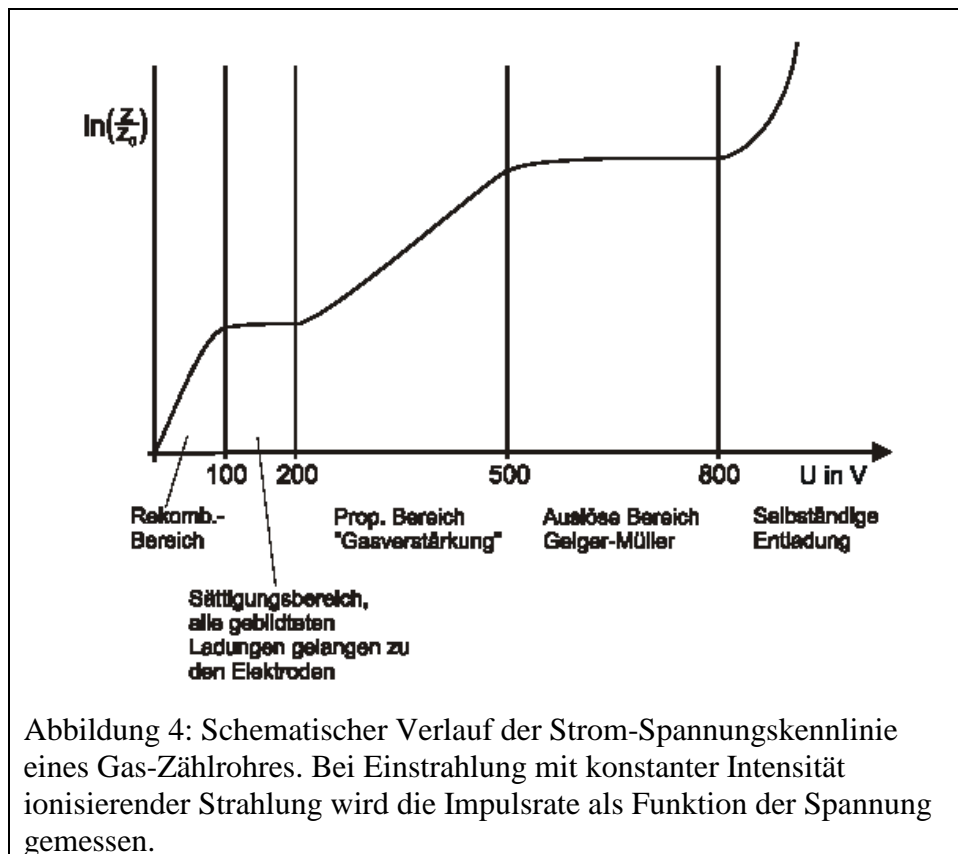
$$E_R(r) = \frac{U_Z}{r} \cdot \frac{1}{\ln\left(\frac{r_K}{r_A}\right)} \quad \text{Anode: } r \rightarrow 0 \quad (11).$$

In das Feld kann durch ein $3\ \mu\text{m}$ starkes Glimmerfenster energiereiche Strahlung eintreten. Je nach der Höhe der Betriebsspannung treten verschiedene Wechselwirkungen auf. Rein theoretisch sollte der Kurvenverlauf wie in der Abbildung 4 dargestellt aussehen.

- ✓ Bei niedrigen Spannungen $U_Z < 100\ \text{V}$ werden bei der primären Röntgenphotoionisation des Gases freie Elektronen (Primärelektronen) erzeugt. Diese ergeben einen Strom zur Anode, der durch Rekombination mit den Ionen im Gasraum im Gültigkeitsbereich des Ohmschen Gesetzes bleibt.
- ✓ Bei höherer Spannung wird die Rekombination unterdrückt. Der Strom erreicht den spannungsunabhängigen Sättigungsbereich. So arbeitet die Ionisationskammer.
- ✓ Bei $U_Z > 200\ \text{V}$ entsteht durch Wechselwirkung der Primärelektronen mit weiteren

Gasatomen eine Sekundärionisation. Die gesamte Elektronenladung ist zur primären Elektronenladung proportional. Der Proportionalitätsfaktor, der so genannte Gasverstärkungsfaktor, ist von der Gasart, dem Gasdruck und der Betriebsspannung abhängig. Sein Wert liegt in der Größenordnung von 100, d.h. ein Primärelektron erzeugt 100 Sekundärelektronen durch Stoßionisation. Da die Anzahl der Primärelektronen von der Energie der einfallenden Röntgenstrahlung abhängig ist, arbeitet der Proportionalzähler als Energieanalysator, das Auflösungsvermögen beträgt einige Prozent.

- ✓ Bei Erhöhung der Spannung über den Proportionalbereich hinaus steigt die Nachweisempfindlichkeit, da ein Teilchen bereits eine Gasentladung auslöst. Die Gesamtladung ist nicht mehr proportional zur absorbierten Energie, weshalb das Auslösezählrohr (Geiger-Müller-Zählrohr) nicht zur Energieanalyse geeignet ist.
- ✓ Wird die Spannung zu groß gewählt, so zündet das Zählrohr, es kommt zur selbstständigen Entladung. Man spricht von einer lawinenartigen Gasentladung, die den elektrischen Durchschlag einleitet (Townsend-Entladung), wodurch in der Regel der dünne Anodendraht zerstört wird.



Die Gasentladung führt am RC-Glied des Impulsratenmessers zu einem Spannungsimpuls, der elektronisch in etwa 10^{-6} s und ionisch in etwa 10^{-3} s aufbaut. Die Zeitkonstante RC wird zwischen diesen beiden Werten gewählt. Der Impulsratenmesser lässt eine analoge Mittelwertsanzeige (Vielfachmessgerät) und eine digitale Anzeige der Strahlungsintensität mit Hilfe einer modularen Anordnung aus Zählgerät und Stoppuhr zu.

Kommerzielle Strahlungsmessgeräte ermöglichen drei wesentliche Betriebsarten.

- ✓ Für energieproportionale Detektoren kann man im Diskriminatorbetrieb die

Ansprechschwelle variieren, so dass energieärmere Strahlungskomponenten von energiereicheren getrennt werden können (Versuch 25 Rutherford-Streuung).

- ✓ Im Analysatorbetrieb wird die Ansprechschwelle abgesenkt und mit schmaler Kanalbreite werden die Impulshöhen für verschiedene Energiebereiche registriert. Bei selektiver Impulserfassung stellt man Fensterbreiten mit dem 3,5-fachen Wert der Halbwertsbreite ein.
- ✓ Im Versuch wird die dritte Betriebsart, der Zählbetrieb, genutzt. Man wird sie immer bei einkomponentigen Strahlen wählen. Das Diskriminatorniveau ist durch die Messeinrichtung fest vorgegeben (Detektorspannung, Messwertverstärker), ein Energiefenster kann nicht eingestellt werden. Allerdings ist durch den Kristall eine wellenlängenabhängige Dispersion gegeben, wodurch eine Komponententrennung möglich ist.

Die Detektorspannung sollte so gering wie möglich eingestellt werden. Damit erreicht man ein geringeres Rauschen und eine langsamere Alterung des Detektors.

Totzeit-Korrektur bei Geiger-Müller-Zählrohren:

Unmittelbar nach einer Entladung ist der Zähldraht, nachdem die Elektronen auf die Anode übergegangen sind, von einem Schlauch aus positiven Ionen umgeben. Durch die gebildete Raumladung wird die Kathode abgeschirmt, es resultiert ein vermindertes elektrisches Feld, so dass keine Entladung mehr stattfinden kann. Das Zählrohr ist „tot“. Erst nachdem die positiven Ionen zur Kathode abgewandert sind, setzt wieder die Gasentladung ein. Jedoch erreicht das Feld erst nach einer gewissen Erholungszeit seine ursprüngliche Größe. Tot- und Erholungszeit ergeben die Auflösungszeit des Zählrohrs.

Da nach jedem Teilchendurchgang das Zählrohr für die Zeit τ „tot“ ist, beträgt der Anteil der unempfindlichen Zeit bei n gemessenen Teilchen $n\tau$, also wird nur in dem Anteil $(1-n\tau)$ gemessen. Damit ergibt sich die tatsächliche Intensität n_0 zu: $n_0 = \frac{n}{1-n\tau}$, mit n als der

gemessenen Impulsrate und n_0 der tatsächlichen Impulsrate und τ der Totzeit. Die Totzeit wird in der Regel experimentell ermittelt. Die Intensität ist entsprechend Gleichung (2) proportional zum Röhrenstrom der Röntgenröhre.

Beachten Sie, dass Sie die Intensität nicht in Abhängigkeit der Impulsrate, sondern vom Röhrenstrom gemessen haben (Skalierung!).

Gasfüllungen für Ionisations-Detektoren

Wegen ihres hohen Gasmultiplikationsfaktors werden in der Regel Edelgase rein oder als Hauptkomponente verwendet. Selbstlöschende Zählrohre enthalten eine Komponente, die die Emission der UV-Photonen unterbindet. Die Entladungsprozesse laufen dann folgendermaßen ab: In einem ersten Schritt wird die Ladung der Edelgasatome auf die Moleküle des Löschgases übertragen, welche dann in einem zweiten Schritt an der Zählrohrkathode neutralisiert werden. Die dabei freiwerdende Energie kann durch Dissoziation der Löschgas-Moleküle aufgefangen werden. Es gibt zwei Typen von selbstlöschenden Zählrohren:

Zählrohre mit einem 10 bis 15% Zusatz von kurzkettigen Alkanen. Der Löschzusatz wird allmählich verbraucht und begrenzt die Lebensdauer auf etwa 10^8 Impulse.

Halogenzählrohre erhalten eine sehr genau dosierte Menge Br oder Cl in einer Konzentration von ca. 0,1%. Da die dissoziierten Halogenatome rekombinieren können ist die Lebensdauer theoretisch unbegrenzt. Jedoch sind atomare Halogene extrem reaktionsfähig, so dass die Lebensdauer durch Materialverschleiß auf etwa 10^{10} Impulse begrenzt wird.

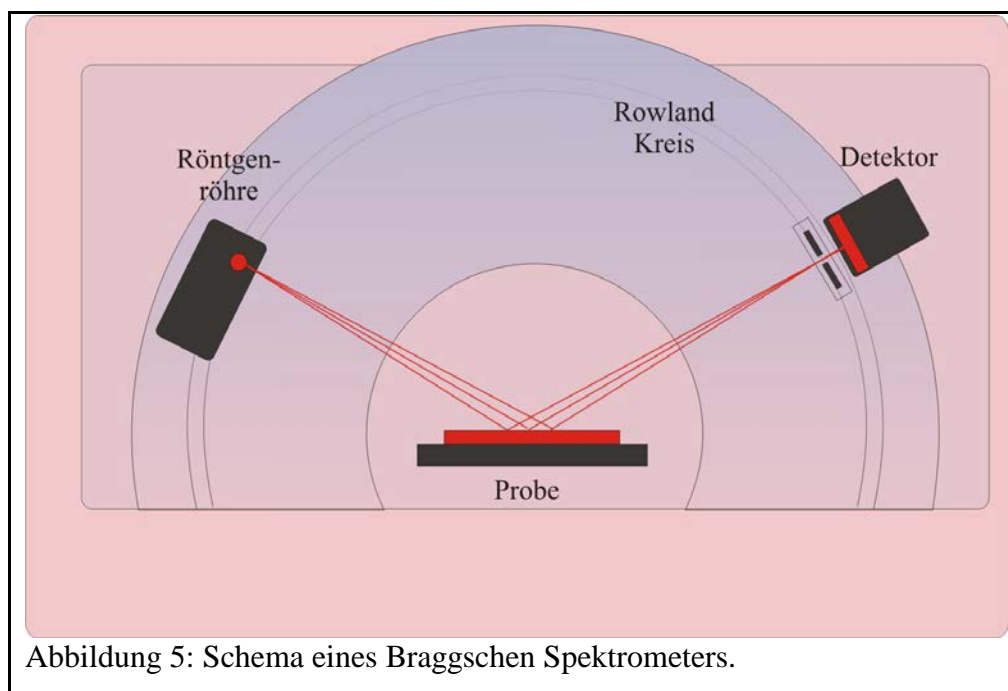
Energiedispersiver Halbleiterdetektor

Der Halbleiterdetektor besteht im Wesentlichen aus einer pin-Diode, das ist ein Si-Einkristall, bei sich zwischen der p- und der n-Zone eine ungefähr 150 μm breite intrinsische (undotierte) Zone befindet. Trifft ein Röntgenphoton auf diesen Bereich, so entsteht durch den Photoeffekt ein Photoelektron, das auf Grund seiner kinetischen Energie seinerseits mit dem Kristall wechselwirken kann und die Atome ionisiert. Es entstehen Elektron-Loch-Paare, und die Elektronen und Löcher werden durch die angelegte Spannung getrennt. Die insgesamt absorbierte und in Elektron-Loch-Paare umgewandelte Energie entspricht der zu messenden Energie des einfallenden Röntgenphotons. Für die Bildung eines Elektron-Loch-Paares sind im Silizium 3,6 eV erforderlich. Somit liefert die Anzahl der Elektron-Loch-Paare unter Berücksichtigung der anschließenden Verstärkung als Spannungsimpuls gemessen werden. Um den Leckstrom klein zu machen, wird der Detektor mit einem Peltierelement gekühlt. Die Spannungsimpulse werden in einem Vielkanalanalysator digitalisiert und jedem digitalen Wert wird ein Kanal zugeordnet. Als Ergebnis erhält man Histogramm, das die Impulshöhenverteilung anzeigt. Nach einer entsprechenden Kalibrierung kann man jedem Kanal einen Energiewert zu ordnen.

Gerätetechnisches:

Bragg-Spektrometer

Kurz nach der Entdeckung der Röntgenstrahlen im Jahre 1895 zeichneten sich neben der Nutzung der Röntgenstrahlen durch die Mediziner zwei Richtungen auf



naturwissenschaftlichem Gebiet ab: spektrometrische Untersuchungen und Strukturuntersuchungen, also Diffraktometrie. Das von den beiden Braggs zuerst eingesetzte Spektrometer besteht aus einer Röntgenröhre, einem Einkristall als Probe und einem Detektor. Die Probe und der Detektor werden im Verhältnis 1:2 um die Goniometerachse gedreht. Durch

die Probe ist die reflektierende Netzebene festgelegt und man kann mit dieser Anordnung nur die unterschiedlichen Ordnungen der reflektierenden Netzebenen messen. Die Intensität sinkt mit dem Quadrat der Ordnung. Überprüfen Sie diesen Sachverhalt bei der Auswertung des Versuches!

Anders verhält es sich bei einem Pulverdiffraktometer, die Probe besteht aus vielen Kristalliten, wobei im idealen Fall alle Orientierungen mit gleicher Häufigkeit vorkommen. In welcher Gestalt die Probe vorliegt hat auch Einfluss auf die Berechnung der Streuintensität. Im Fall eines idealen Einkristalls, z.B. Si-Einkristall, muss die dynamische Beugungstheorie angewendet werden, da nur sie Mehrfachstreuung berücksichtigt. Liegt dagegen ein idealer Mosaikkristall vor, so ist die kinematische Beugungstheorie anzuwenden. Unter Mosaikstruktur versteht man einen Kristall, bei dem die Kristallitblöcke und somit auch die Netzebenen leicht gegeneinander verschwenkt sind (Verschwenkungsbereich $0,1^\circ$). Solch eine Mosaikstruktur entsteht durch Versetzungen, Stapelfehler und Kleinwinkelkorngrenzen, wie man sie unter anderem auch durch mechanische Behandlung der Proben (Schleifen, Polieren) erzielen kann. Ein wesentlicher Unterschied bei der Beugung am Idealkristall bzw. am Mosaikkristall besteht darin, dass die Intensität im ersteren Fall proportional zum Absolutwert der Strukturamplitude ist, dagegen im zweiten Fall zum Quadrat der Strukturamplitude.

Für die spektroskopischen Experimente mit dem energiedispersiven Detektor wird dieser an Stelle des Szintillationsdetektors in das Bragg-Spektrometer eingebaut und entsprechend dem Datenblatt von Leybold angeschlossen.

Auf dem PC befinden 2 Programme zur Messwerterfassung: Röntgen für die diffraktometrischen und CASSY für die spektroskopischen Untersuchungen.

Literatur:

- ✓ Nielsen: Elements of Modern X-Ray Physics
- ✓ Kittel: Einführung in die Festkörperphysik
- ✓ Weißmantel, Hamann: Grundlagen der Festkörperphysik
- ✓ Bergmann-Schaefer: Lehrbuch der Physik, Bd.VI, Kapitel 2
- ✓ Glocker: Materialprüfung mit Röntgenstrahlen
- ✓ Vogt, Schultz: Grundzüge des praktischen Strahlenschutzes