



## Physikalisches Praktikum II

Bachelor Physikalische Technik: Lasertechnik  
Prof. Dr. H.-Ch. Mertins, MSc. M. Gilbert

### FK02 Röntgenstrahlung & Kristallanalyse

(Pr\_PhII\_FK02\_Röntgen\_7, 25.10.2015)

Name	Matr. Nr.	Gruppe	Team
1.			
2.			
Protokoll ist ok	<input type="radio"/>	Datum	Abtestat
Folgende Korrekturen nötig	<input type="radio"/>		

## Hinweis

Lesen Sie die Versuchsanleitung (inkl. Versuchsdurchführung & Auswertung!) gründlich durch und machen sich mit den Begrifflichkeiten vertraut. Die Teilnahme am Praktikum erfordert das erfolgreiche Beantworten der Zulassungsfragen am Versuchstag (siehe Anleitung) oder alternativ eine kurze Vorstellung eines Themengebietes an der Tafel.

## 1. Ziel

Die Röntgenstrahlung ist eine der wichtigsten „Werkzeuge“ der zerstörungsfreien Materialanalyse. Wichtig für medizinische Untersuchungen sind die bildgebenden Verfahren, zunehmend die 3-dimensionale Darstellung der Computertomographie. In diesem Praktikum untersuchen wir die Grundphänomene der Röntgenstrahlung sowie einfache Anwendungen zur Materialanalyse.

## 2 Theorie

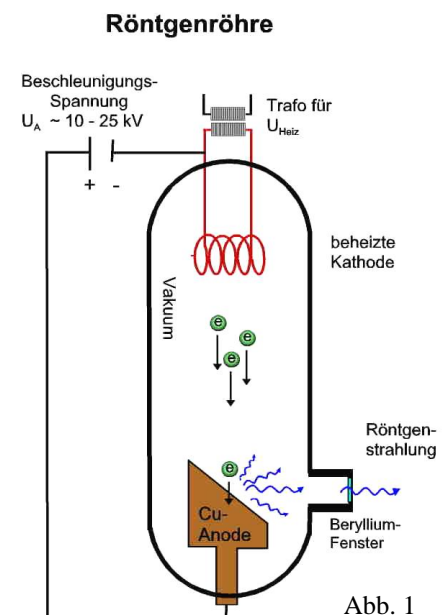
Röntgenstrahlung ist, wie das sichtbare Licht, Teil des elektromagnetischen Spektrums. Es deckt den Bereich von der UV- bis zur  $\gamma$ -Strahlung ab. Die Wellenlänge der Röntgenstrahlung ist deutlich kleiner (Nanometer bis Picometer) und entsprechend ist die Energie viel höher ( $\sim 1000$  eV bis einige 100 keV) als für sichtbares Licht.

### 2.1 Entstehung

Röntgenstrahlung kann auf zwei Wegen entstehen: entweder beim Elektronenübergang angeregter Atome in den Grundzustand (charakteristische Strahlung) oder durch Abbremsen elektrisch geladener Teilchen (Bremsstrahlung). Als natürliche Röntgenquellen existieren nur die Röntgensterne im Weltraum, deren Strahlung aber in der Erdatmosphäre absorbiert wird. Im Labor wird Röntgenstrahlung erzeugt, indem in einer evakuierten Röhre Elektronen durch die Beschleunigungsspannung  $U_A$  kinetische Energie  $W_{kin} = U_A \cdot e$  erhalten und diese beim Abbremsen im Material der Anode (meist Kupfer) als Strahlung abgeben (Abb. 1). Allerdings wird nur ein sehr geringer Teil der Energie als Strahlung abgegeben, der Hauptanteil wird in Wärme umgewandelt, weshalb die Anode auch gekühlt werden muß.

### Bremsstrahlung

Die Bremsstrahlung entsteht, wenn die Elektronen auf die Anode treffen und im Coulombfeld zwischen Kern und Hülle der Anodenatome abgebremst, d.h. beschleunigt werden. Nach den Gesetzen der Elektrodynamik strahlt beschleunigte Ladung elektromagnetische Strahlung ab. Die kinetische Energie wird in Strahlungsenergie umgewandelt, d.h. ein Wellenzug der Frequenz  $f$  und Wellenlänge  $\lambda$  wird emittiert. Im Teilchenbild bedeutet dies, dass pro Abbremsvorgang ein Photon der Energie  $E = hf$  emittiert wird. Die abgestrahlten Wellenzüge besitzen ein kontinuierliches Frequenzspektrum, denn das Elektron kann in vielen beliebigen Teilschritten auf  $E_{kin} = 0$  abgebremst werden. Gibt das Elektron aber



in einem einzigen Vorgang seine gesamte Energie als Strahlung ab, so erhalten wir Strahlung mit einer maximalen Energie  $hf_{gr}$  bzw. minimaler Wellenlänge  $\lambda_{gr}$ :

$$(1) \quad E_{kin} = eU_A = E_{gr} = hf_{gr} = \frac{hc}{\lambda_{gr}} \quad e = 1,6 \cdot 10^{-19} C, \quad h = 6,6310^{-34} Js, \quad c = 3 \cdot 10^8 m/s$$

Diese Werte bilden die hochenergetische Grenze des kontinuierlichen Röntgenspektrums (Index gr), welches alle größeren Wellenlängen bzw. kleineren Energien besitzt. Es ist im folgenden hilfreich sowohl in Wellenlänge als auch in Energie zu „denken“ ( $E = 1240/\lambda$ , in eV und nm).

**Charakteristische Strahlung**

Die charakteristische Strahlung entsteht, wenn das auf die Anode zufliegende Elektron ein tief gebundenes Elektron des Anodenatoms aus seiner Schale herausschlägt (Abb. 2). Der dadurch frei werdende Platz wird schnell von einem Elektron aus einer höher liegenden Schale aufgefüllt. Die dabei

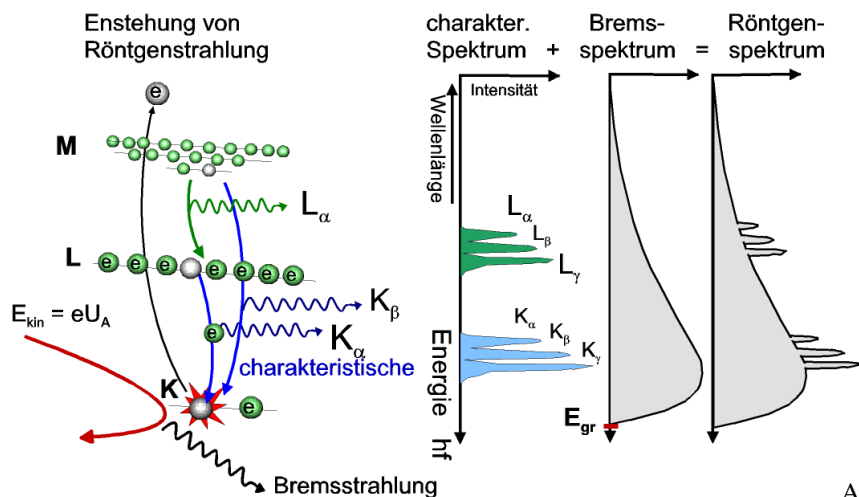


Abb. 2

frei werdende Energie wird als Photon emittiert. In der Regel handelt es sich um Elektronenübergänge aus direkt darüber liegenden Schalen (Niveaus). Da diese Energieniveaus charakteristisch für jedes Element sind, ist auch die emittierte Röntgenstrahlung charakteristisch für dieses Element (Anodenmaterial). Diese Eigenschaft wird zur Identifizierung der chemischen Zusammensetzung beliebiger Substanzen genutzt (Röntgenfluoreszenzanalyse). Man beachte, dass nicht beliebige Elektronenübergänge zwischen den atomaren Niveaus zur Emission von Röntgenstrahlung führen, sondern nur solche, bei denen die Energiedifferenz im oben genannten typischen Bereich von einigen keV liegt. Dies sind i.d.R. Übergänge aus höheren Schalen in die tiefsten K- oder L-Schalen. Elektronen, die in die K-Schale „springen“ führen zu Emissionslinien die als  $K\alpha$ ,  $K\beta$ ,  $K\gamma$ , klassifiziert werden. Übergänge in die L-Schale heißen entsprechend  $L\alpha$  usw. Diese erscheinen als diskrete Linien dem kontinuierlichen Bremspektrum überlagert (Abb. 2).

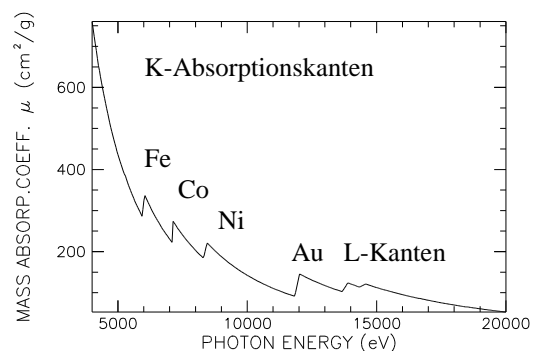


Abb. 3  
3

**Absorption**

Die Intensität von Röntgenstrahlung klingt beim Durchdringen von Materie der Dicke  $x$  von der Anfangsintensität  $I_0$  exponentiell ab auf :

$$(2) \quad I(x) = I_0 e^{-\mu x}$$

Ursache ist Streuung der Photonen, und im hier betrachteten Fall viel stärker, die Absorption der Photonen. Die Absorptionskonstante  $\mu$  hängt daher empfindlich von der Energie der Röntgenstrahlung ab. Tendenziell fällt sie mit steigender Energie (Abb. 3). Bei bestimmten Wellenlängen gibt es „Kanten“, im Spektrum (Abb. 3). Diese treten bei solchen Photonenenergien auf, die ausreichen, um gebunden Elektronen der Atome herauszuschlagen. Dies sind daher elementspezifische Absorptionskanten, die bei Durchleuchtung eines unbekanntes Materials zu dessen Identifizierung dienen. Würde man dieses Material als Anode in einer Röntgenröhre einsetzen, so würde an diesen Energien die charakteristischen Linien des Röntgenspektrums auftauchen. Zur Abschirmung (Absorption) der Röntgenstrahlung, z.B. im medizinischen Labor, werden schwere Materialien wie Blei benutzt. Diese besitzen eine hohe Kernladungszahl  $Z$  und damit auch viele Elektronen. Dadurch gibt es entsprechend viele Übergänge, die zu vielen Absorptionskanten im Spektrum führen.

**2.2 Braggstreuung**

Bisher haben wir ausgiebig Röntgenspektren betrachtet. Jetzt müssen wir eine Methode zur Messung dieser Spektren diskutieren. Im sichtbaren Spektralbereich verwendet man Gitterspektrometer mit Strichbreiten im Bereich der Lichtwellenlänge (~1000 Striche pro mm). Da die Wellenlänge der Röntgenstrahlung mindestens 1000 mal kleiner ist als die des sichtbaren Lichtes, können solche Gitter nicht verwendet werden. Statt dessen nutzt man natürliche Kristalle wie LiF. Die periodisch angeordneten Atome stellen ein Raumgitter mit hinreichend kleiner Gitterkonstanten dar. Ähnlich wie bei einem Gitterspektrometer, wird hier die Interferenz der Röntgenstrahlung durch Reflexion an den verschiedenen Atomschichten (Netzebenen) des Kristalls ausgenutzt (Abb. 4). Trifft Röntgenlicht einer bestimmten Wellenlänge auf den Kristall, so tritt nur bei bestimmten Einfallswinkeln  $\theta$  positive Interferenz auf. Dieser Sachverhalt ist als Bragg-Bedingung formuliert:

$$(3) \quad m \lambda = 2d \sin \theta$$

wobei  $m$  die Ordnung des Beugungsreflexes ist. Die Bragg-Bedingung kann nun genutzt werden, um das Spektrum der Röntgenröhre mit ihren vielen verschiedenen Wellenlängen (polychromatisch) zu messen. Dabei arbeiten wir nur in der ersten Ordnung  $m=1$ .

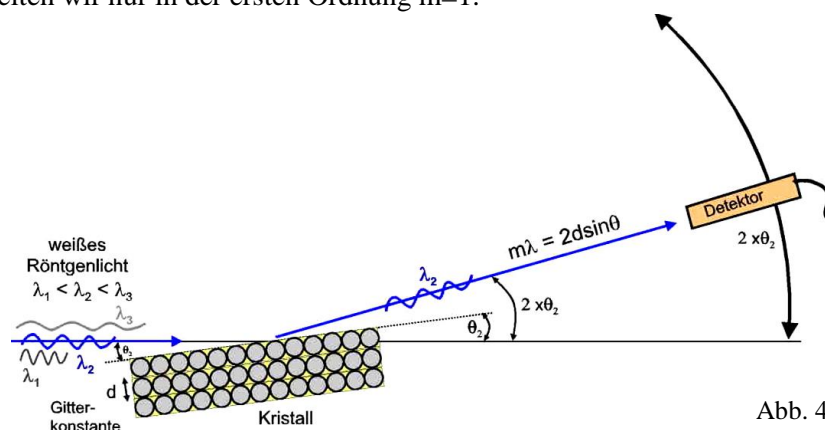
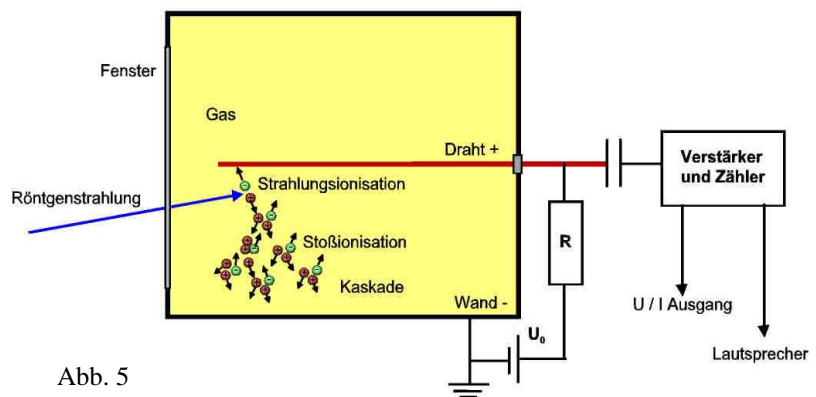


Abb. 4

Ein Kollimator (zwei kleine Lochblenden) „schneidet“ aus dem divergenten Röntgenlicht der Anode einen näherungsweise parallelen Strahl heraus, der in Richtung Kristall geht. Der Kristall ist drehbar aufgehängt (Drehachse senkrecht zur Papierebene) und seine Oberfläche ist parallel zu den Netzebenen. Fällt das Licht unter dem Einfallswinkel  $\theta$  auf die Kristalloberfläche, so beobachtet man einen Reflex unter dem Detektorwinkel  $2\theta$  nur für die Wellenlänge, welche die Braggbedingung (Gl. 3) erfüllt. Um Licht einer anderen Wellenlänge zu erhalten, müssen sowohl der Einfallswinkel als auch der Detektorwinkel verändert werden. Entsprechend Gl. 3 kann so jede Wellenlänge aus dem „weißen“ Anodenspektrum der Röntgenröhre „herausgeholt“ werden. Beachte: anders als beim Röntgenspektrometer wird beim Gitterspektrometer nur der Einfallswinkel, nicht aber der Detektorwinkel (Austrittsspalt) verändert.

### 2.3 Röntgendetektor

Der im Praktikum verwendete Röntgendetektor ist ein Geiger-Müller-Zählrohr. Dies ist ein mit Gas gefülltes Metallrohr (Abb. 5). Im Zentrum befindet sich ein Metalldraht, der auf positivem elektrischen Potenzial liegt. Das Gehäuse liegt auf Erdpotential. Durch ein Fenster aus schwach absorbierendem Material (z.B. Be,



Al) tritt die Röntgenstrahlung ein und ionisiert die Gasatome. Dabei entstehen freie Ladungsträger, die durch das anliegende elektrische Feld zwischen Draht und Gehäuse beschleunigt werden. Auf ihrem Weg stoßen sie mit den Gasatomen zusammen und ionisieren sie dadurch, sofern ihre kinetische Energie groß genug ist. Dadurch bildet sich eine lawinenartig anwachsende Kaskade von freien Ladungsträgern, welche elektronisch detektiert werden. Somit erzeugt jedes durch das Fenster eintretende Röntgenphoton ein Signalpuls, der über einen Verstärker auf einen Lautsprecher gegeben wird und zum typische „Knacken“ des Geiger-Müller-Zählers führt. In unserem Fall werden über eine bestimmte Zeit (0,5 s) alle Pulse addiert und als Spannung auf einen Schreiber gegeben.

### Fragen Zulassung

- Was ist Röntgenstrahlung und wie entsteht sie?
- Wie entsteht das charakteristische und das Bremsspektrum?
- Wie lautet die Bragg-Bedingung und wie wird aus dem weißen Röntgenspektrum Röntgenlicht einer bestimmten Wellenlänge „herausgeholt“?
- Wie funktioniert der Geiger-Müller-Zähler?
- Welche Materialien eignen sich zur Abschirmung von Röntgenstrahlung?

### 3. Durchführung

Eine detaillierte Bedienungsanleitung der Röntgenapparatur erhalten Sie vom Betreuer. Beachten Sie die Sicherheitshinweise des Betreuers! Es gibt in diesem Versuch 2 verschiedene Anlagen:

Anlage A) Messwerterfassung mit x-y-Schreiber: Setzen Sie  $U_A$  auf den Maximalwert 24kV. Fahren Sie Kristallwinkel  $\theta$  und Detektor-winkel  $2\theta$  auf Null. Starten Sie das Spektrum  $I(\theta)$  (Geschwindigkeit  $v_1$ , Messzeit 5,5 s). Markieren Sie auf dem Papier des x-y-Schreibers die Stiftposition für die Winkel  $\theta = 0^\circ, 20^\circ, 40^\circ$  für die spätere Wellenlängenkalibrierung.

Anlage B) Rechnergesteuerte Messwerterfassung: Messzeit 3s, Schrittweite  $0,2^\circ$ , Start  $4^\circ$ , Ende  $34^\circ$ , Emissionsstrom 1 mA nicht ändern! Achtung: Stellen Sie bitte die Filtereinstellung aus, wenn kein Absorber im Strahlengang ist.

3.1 Nehmen Sie Röntgenspektren für (Anlage A: auf nur 1 Blatt Papier) für die Beschleunigungsspannungen  $U_A$ : 16, 18, 20, 22, 24 kV (Anlage B: 18, 22, 26, 30, 34 kV) auf.

3.2 Nur Anlage A: setzen Sie ein neues Blatt Papier in den x-y-Schreiber ein und erhöhen Sie die Empfindlichkeit, so dass nur der Anfang des Bremsspektrums dargestellt wird ( $K_\alpha$ ,  $K_\beta$  Linien sind übersteuert). Wiederholen Sie die Messungen für  $U_A$ : 16kV bis 24 kV.

3.3 Setzen Sie eine der Metallfolien (z.B. Sn, Au, V2A) vor den Detektor (Betreuer fragen) und nehmen Sie ein Röntgenspektrum (wie in 3.1) mit  $U_A = 34$  kV (24 kV für Anlage A) auf. Notieren Sie die Dicke der Folie und das Material. Wiederholen Sie die Messung auf dem selben Blatt Papier (Anlage A) ohne Metallfolie, um aus dem somit detektierten  $I_0$ -Spektrum den Absorptionskoeffizienten zu ermitteln.

#### 4 Auswertung

- 4.1 Bestimmen Sie mit den Daten aus 3.1 und 3.2 die Gitterkonstante  $d$  des LiF-Kristalls. Tragen Sie dazu  $1/\sin\theta_{gr}$  über der Beschleunigungsspannung  $U_A$  auf (Beginn des Bremsspektrums). Aus der Steigung erhalten Sie die Gitterkonstante  $d$ . Geben Sie Fehler an und vergleichen Sie mit Literaturwerten.
- 4.2 Skalieren sie die x-Achse der Spektren von Winkel auf Wellenlänge sowie Energie um. Nutzen Sie dazu die Braggbedingung und den Literaturwert für  $d$ . Tragen Sie die neue  $\lambda$ -Achse parallel zur  $\theta$ -Achse ein. Tragen Sie zusätzlich die Energie  $E = 1240/\lambda$  ( $E$  in keV) des Spektrums auf einer E-Achse parallel zur  $\theta$ -Achse ein. Beachte: Skalieren Sie äquidistant, d.h. z.B 5keV, 10keV, 15keV usw. bzw 0,05nm, 0,1nm, 0,15nm usw.
- 4.3 Bestimmen Sie die Wellenlänge der  $K_\alpha$  und  $K_\beta$  Strahlung der Kupferanode (Mittelwert aus allen Spektren aus 3.1). Warum sind diese Werte unabhängig von  $U_A$  ? Vergleichen Sie mit Literaturwerten.
- 4.4 Tragen Sie die relative Intensität der  $K_\alpha$  und  $K_\beta$  Linien über  $U_A$  auf. Warum steigt die Intensität mit  $U_A$  ?
- 4.5 Bestimmen Sie aus dem Röntgenspektrum mit der Metallfolie (3.3) die Energie der Absorptionskanten (soweit möglich).

Berechnen Sie den Absorptionskoeffizienten  $\mu(E)$  bei Anlage A: für  $E = 6, 8, 10, 12, 14, 16, 18, 20, 22, 24$  keV und stellen Sie das Spektrum  $\mu(E)$  dar. Bei Anlage B: Spektren im Rechner auswerten.