

# Inhaltsverzeichnis

<b>1 Die Natur der Röntgenstrahlung</b>	<b>3</b>
<b>2 Herstellung und Nachweis von Röntgenstrahlung</b>	<b>4</b>
2.1 Funktion der Röntgenröhre; Bremsstrahlung und charakteristische Strahlung . . . . .	4
2.2 Nachweis von Röntgenstrahlen . . . . .	5
2.2.1 Fotoplatte . . . . .	5
2.2.2 Geiger-Müller-Zählrohr . . . . .	6
2.2.3 Fluoreszierende Schichten, Szintillationszähler . . . . .	6
2.3 Gefahren der Röntgenstrahlung . . . . .	7
<b>3 Das Bragg-Gesetz</b>	<b>7</b>
<b>4 Ausgewählte Versuche mit dem Röntgengerät</b>	<b>9</b>
4.1 Aufbau der Messapparatur . . . . .	9
4.2 Beugungsspektren am LiF- und NaCl- Einkristall . . . . .	11
4.3 Bestätigung des Bragg-Gesetzes . . . . .	12
4.4 Untersuchung des Energiespektrums einer Röntgenröhre in Abhängigkeit von Beschleunigungsspannung und Emissionsstrom . . . . .	13
4.4.1 Abhängigkeit von der Beschleunigungsspannung . . . . .	13
4.4.2 Abhängigkeit vom Emissionsstrom . . . . .	14
4.5 Die kurzwellige Grenze der Bremsstrahlung und Duan-Huntsches Verschiebungsgesetz . . . . .	16
4.6 Bestimmung des Planckschen Wirkungsquantums . . . . .	17
4.7 Feinstruktur der charakteristischen Strahlung . . . . .	18
4.8 Schwächung von Röntgenstrahlung . . . . .	20
4.8.1 Definition der Transmission bei Röntgenstrahlung und Lambert-Beersches Schwächungsgesetz . . . . .	20
4.8.2 Schwächung von Röntgenstrahlung in Abhängigkeit von Absorbermaterial und Absorberdicke . . . . .	21
4.8.3 Der Schwächungskoeffizient $\mu$ . . . . .	23
4.8.4 Untersuchung der Abhängigkeit des Schwächungskoeffizienten von der Wellenlänge . . . . .	24
4.8.5 Kantenabsorption, Filterung von Röntgenstrahlung . . . . .	25

4.8.6	Untersuchung der Abhängigkeit des Schwächungskoeffizienten von der Ordnungszahl . . . . .	27
4.9	Moseley-Gesetz, Bestimmung der Rydberg-Konstante . . . . .	28
<b>5</b>	<b>Charakterisierung verschiedener Materialien mittels Röntgenfluoreszenz</b>	<b>30</b>
5.1	Funktion und Eigenschaften des Röntgenenergiedetektors . . . . .	30
5.2	Energiekalibrierung des Röntgenenergiedetektors . . . . .	30
5.3	Die Energieauflösung des LEYBOLD-Detektors . . . . .	31
5.4	Aufnahme des Energiespektrums verschiedener Materialien . . . . .	32
5.4.1	Goldbarren (10 g) . . . . .	32
5.4.2	Eisen . . . . .	33
5.4.3	5-Mark-Stück D 1974 . . . . .	33
5.4.4	Eisen mit Zinkbeschichtung . . . . .	34
5.5	Semiquantitative Analyse verschiedener Materialien mit einem industri- ellen Gerät bei der WACKER-Chemie AG . . . . .	34
5.5.1	Goldmünze . . . . .	36
5.5.2	5-Mark-Stück D 1974 . . . . .	36
5.5.3	Goldbarren (10 g) . . . . .	37
5.5.4	Eisen . . . . .	37
5.5.5	Kupferprobe . . . . .	37
5.5.6	Silbermünze . . . . .	37
<b>6</b>	<b>Zusammenfassung</b>	<b>38</b>
<b>7</b>	<b>Nachwort</b>	<b>38</b>
<b>8</b>	<b>Bibliographie</b>	<b>39</b>
8.1	Verwendete Literatur . . . . .	39
8.2	Bildnachweis . . . . .	40
<b>9</b>	<b>Anhang</b>	<b>40</b>
9.1	Energietabelle . . . . .	40
9.2	Energieabhängigkeit des Schwächungskoeffizienten . . . . .	40
9.3	Veröffentlichung von Moseley . . . . .	40
9.4	Praktikumsbescheinigung Firma WACKER . . . . .	40

## 1 Die Natur der Röntgenstrahlung

Als Röntgenstrahlung bezeichnet man denjenigen Bereich des elektromagnetischen Spektrums, der eine Wellenlänge von  $\lambda = 10^{-11}m$  bis  $\lambda = 10^{-8}m$  besitzt. Damit ist Röntgenstrahlung wesentlich energiereicher als das sichtbare Licht und für das menschliche Auge nicht sichtbar. Sie wurde 1895 von Conrad Röntgen durch Zufall entdeckt und eingehend erforscht. Er nannte die Strahlung X-Strahlung (X-Ray), erst später wurde sie zu Ehren des Physikers im deutschen Sprachbereich in Röntgenstrahlung umgetauft. Röntgen bekam für seine Erkenntnisse rund um die Röntgenstrahlung 1901 den ersten Nobelpreis für Physik.

Röntgenstrahlung ist als elektromagnetische Strahlung durch den Dualismus Welle-Teilchen charakterisiert. Es trifft sowohl die allgemeine Wellenbeziehung:

$$c = \lambda * \nu \tag{1}$$

*(c ist die Lichtgeschwindigkeit,  $\lambda$  die Wellenlänge der Strahlung und  $\nu$  die Frequenz der Strahlung)*

als auch die Einsteinsche Formel für die Energie eines Photons

$$E_{Photon} = h * \nu \tag{2}$$

*(h ist das Plancksche Wirkungsquantum,  $\nu$  die Frequenz des Photons)*

zu. Wegen ihrer hohen Energie und sehr kleinen Wellenlänge steht bei der Röntgenstrahlung der Teilchencharakter im Vordergrund. Sie hat ein äußerst großes Durchdringungsvermögen. Selbst dicke Körper, wie z.B. der eines Menschen, können mit nur geringer Absorption durchdrungen werden (vgl. Kapitel 4.6), was man sich in der Medizin zunutze macht (vgl. Abbildung 3).

## 2 Herstellung und Nachweis von Röntgenstrahlung

### 2.1 Funktion der Röntgenröhre; Bremsstrahlung und charakteristische Strahlung

Die Glühkathode einer evakuierten Röntgenröhre (Abbildung 1) emittiert nach dem glühelektrischen Effekt (Richardson-Effekt) Elektronen. Diese Elektronen werden mittels eines Metallzylinders (Wehneltzylinder) gebündelt.

Durch eine an die Anode angelegte Spannung  $U$  werden sie auf eine Energie von  $10^4$  bis  $10^7$  keV beschleunigt.

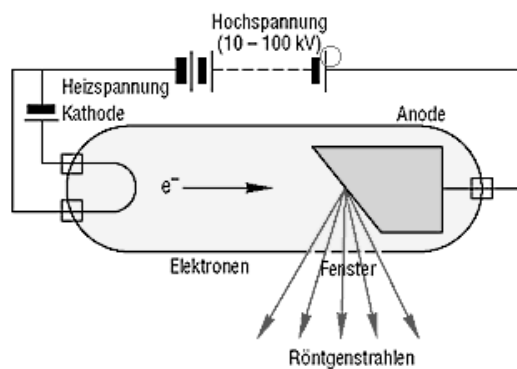


Abbildung 1: Aufbau einer Röntgenröhre

Beim Auftreffen der Elektronen auf die Anode treten zwei verschiedene Effekte auf: Die sogenannte Bremsstrahlung wird dadurch frei, dass die Elektronen im Anodenmaterial durch Wechselwirkungen mit den Atomkernen stark abgebremst werden und Photonen emittieren, weil es sich um beschleunigte Ladungen handelt. Diese Strahlung ist unabhängig vom Anodenmaterial und ihr Spektrum ist kontinuierlich, weil die Elektronen nach den Stößen unterschiedliche Restenergien haben.

Zum zweiten kann ein Elektron aus einer inneren Schale eines Anodenatoms ein Elektron herausschlagen oder auf eine höhere, noch unbesetzte Schale anheben. Dadurch entsteht eine Lücke in dieser Schale des Atoms. Diese wird sofort von einem Elektron aus einer höheren Schale eingenommen. Die bei diesem Elektronenübergang freiwerdende Energie wird in Form von Lichtquanten der Frequenz  $\nu = \frac{\Delta E}{h}$  abgegeben. Diejenigen Übergänge, die auf der gleichen Schale enden, bilden zusammen eine Serie, die mit den Buchstaben K, L, M, N usw. bezeichnet werden (vgl. Abbildung 2). Diese Strahlung

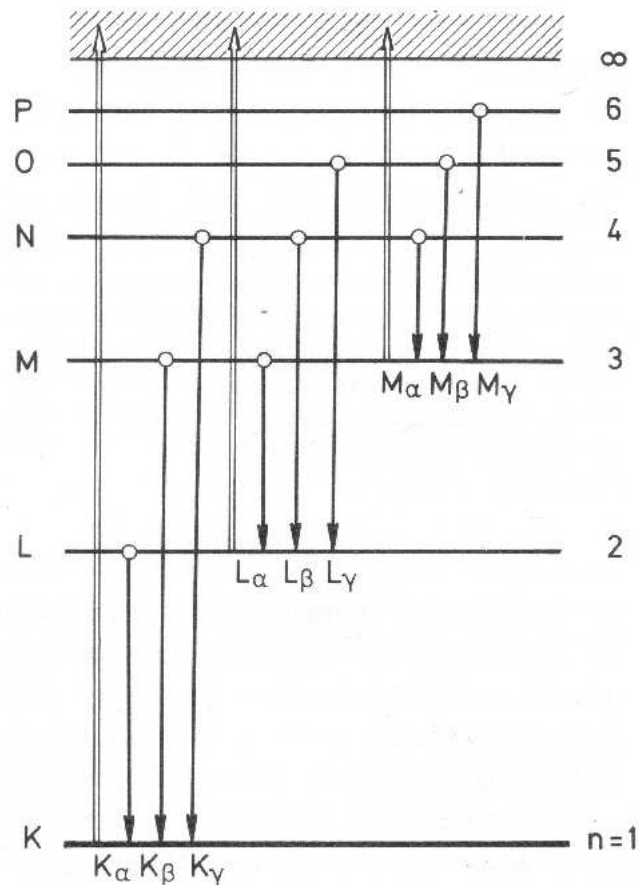


Abbildung 2: Einfaches Termschema

ist typisch für das Anodenmaterial und wird deshalb als charakteristische Strahlung bezeichnet.

Bei einer Anodenspannung von  $100 \text{ kV}$  werden ca. 99% der Energie in Wärme und nur ca. 1% in Strahlung umgewandelt. Wegen dieser enormen Wärmeentwicklung muss die Röhre gekühlt werden. Dies geschieht mit Wasser, Öl oder Luft. Gängige Anodenmaterialien sind Molybdän, Wolfram, Cobalt und Kupfer. In dem mir zur Verfügung gestellten Gerät befindet sich eine Molybdän-Anode.

## 2.2 Nachweis von Röntgenstrahlen

### 2.2.1 Fotoplatte

An den Stellen, an denen die Strahlung auftrifft, wird die Fotoplatte belichtet und es tritt dort nach dem Entwickeln Schwärzung auf. Diesen Effekt macht man sich vor allem in der Medizin bei der Diagnose von Knochenbrüchen o.ä. zu Nutze.



Abbildung 3: Röntgenbild eines Mannes auf einem Fahrrad in Begleitung eines Hundes

### 2.2.2 Geiger-Müller-Zählrohr

Ein Geiger-Müller-Zählrohr besteht aus einem Metallrohr, das als Kathode fungiert und mit einem schwer ionisierbaren Gas, im allgemeinen einem Edelgas, gefüllt ist, und einem darin in axialer Richtung gespannten Draht, der Anode. Zwischen Kathode und Anode liegt eine sehr hohe Spannung an.

Wenn ionisierende Strahlung auf die Edelgasatome trifft, werden die Hüllenelektronen vom Atomkern getrennt. Die entstehenden Ladungsträger werden aufgrund des elektrischen Feldes zwischen Kathode und Anode beschleunigt, wobei sie mit noch mehr Atomen zusammenstoßen (Stoßionisation). Dies bewirkt einen Stromimpuls zwischen Kathode und Anode, der elektronisch verstärkt wird und als Knacken bzw. Blinken wahrnehmbar gemacht werden kann.

### 2.2.3 Fluoreszierende Schichten, Szintillationszähler

Ein Szintillator ist ein Material, das bei Anregung mit  $\gamma$ -Strahlung, Röntgenstrahlung oder geladenen Teilchen einen schwachen Lichtblitz aussendet. Diesen Effekt nennt man Fluoreszenz. Der Lichtblitz kann bei ausreichender Intensität direkt beobachtet oder mittels eines Szintillationszählers über eine Fotokathode, die den Lichtblitz in ein Spannungssignal umwandelt, verstärkt und gemessen werden.

## 2.3 Gefahren der Röntgenstrahlung

Röntgenstrahlung hat stark ionisierende Wirkung auf die durchdrungene Materie. Dies hat einen inneren Photoeffekt zur Folge, d.h. aus den Atomen und Molekülen im Körper werden Elektronen herausgeschlagen. Röntgenstrahlen können deshalb chemische und biologische Substanzen zersetzen.

Aus diesen Gründen sind sie für Menschen stark gesundheitsschädlich. Beim Umgang mit ihnen muss deshalb auf verstärkte Sicherheitsmaßnahmen zur Abschirmung der Strahlen geachtet werden. Man benutzt dafür Materialien, die eine hohe Ordnungszahl und eine große Dichte haben, da diese eine hohe Absorption aufweisen (vgl. Kapitel 4.5). Blei hat sich dabei als besonders geeignet erwiesen. Das Gerät von Leybold, mit dem die folgenden Versuche durchgeführt wurden, ist vollkommen mit einem Metallgehäuse und Bleiglas abgeschirmt (Vollschutzgerät).

## 3 Das Bragg-Gesetz

Bei Versuchen mit Röntgenstrahlen am NaCl-Kristall erkannten Wilhelm Henry Bragg und sein Sohn William Lawrence Bragg, dass sich auf einer Fotoplatte eindeutige Interferenzerscheinungen feststellen ließen.

Ein Kristall ist die periodische Aneinanderreihung von identischen Einheitszellen im dreidimensionalen Raum. Im einfachsten Fall enthält eine Einheitszelle ein Atom. Durch den periodischen Aufbau des Kristalls lassen sich viele parallele Ebenensysteme, sogenannte Netzebenen, aus Atomen legen, die jeweils wie ein halbdurchlässiger Spiegel wirken (vgl. Abbildung 4).

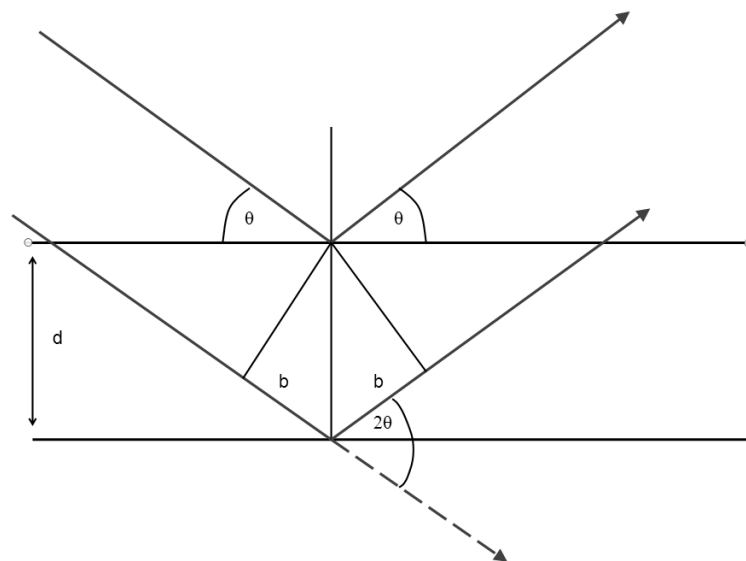


Abbildung 4: Bild zur Herleitung der Braggschen Gleichung

Konstruktive Interferenz der an den Netzebenen reflektierten Strahlung tritt auf, wenn der Gangunterschied  $\Delta s$  zwischen zwei bekannten Netzebenen die Bedingung

$$\Delta s = k * \lambda, \quad \text{mit } k \in N \quad (3)$$

erfüllt. Da nur für Gleichung (3) positive Interferenz auftritt, wirkt jede Schar von Netzebenen als Monochromator. Wellen, die diese Bedingung nicht erfüllen, werden ausgelöscht.

Aus Abbildung (4) erkennt man:

$$\Delta s = 2 * b \quad (4)$$

und

$$\sin \theta = \frac{b}{d} \quad (5)$$

Durch einfache Umformung der Gleichungen (3), (4) und (5) folgt das Bragg-Gesetz:

$$k * \lambda = 2d * \sin \theta \quad (6)$$

Einerseits lässt sich also mithilfe der Braggschen Beziehung bei bekanntem  $\lambda$  der Netzebenenabstand  $d$  bestimmen, was die Grundlage der Kristallstrukturuntersuchung mit Röntgenstrahlung ist.

Andererseits kann bei bekanntem Netzebenenabstand  $d$  die Wellenlänge  $\lambda$  der Röntgenstrahlung bestimmt werden, was als Basis für die Verwendung von Kristallen als Monochromatoren für Röntgenstrahlung dient und in der vorliegenden Arbeit im Vordergrund steht.

## 4 Ausgewählte Versuche mit dem Röntgengerät

### 4.1 Aufbau der Messapparatur

Alle hier aufgeführten Messungen wurden mit dem Röntgengerät 554811 der Firma Leybold aufgezeichnet. Die verwendete Messanordnung, die sich darin befindet, sieht folgendermaßen aus:

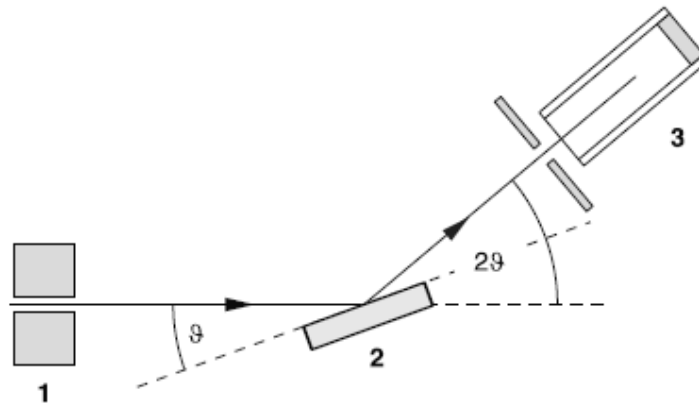


Abbildung 5: Aufbau der Messapparatur

- 1: Spaltkollimator (zur Erzeugung eines parallelen Strahlenverlaufs), links davon befindet sich die Röntgenröhre
- 2: Targethalter, auf den die Probe, z.B. ein Kristall, gelegt wird
- 3: Detektorarm mit Geiger-Müller-Zählrohr (vgl. Kapitel 2.2.2)

Dreht sich der Targethalter um den Winkel  $\theta$ , so dreht sich der Detektorarm um den Winkel  $2\theta$  (Glanzwinkelkopplung). Man bezeichnet dies als Goniometer.

Vom Zählrohr werden die Daten zu Zählrate und Winkel über eine serielle RS232-Schnittstelle an einen PC transferiert und dort mit der LEYBOLD eigenen Software ausgewertet (vgl. Abbildung 6).

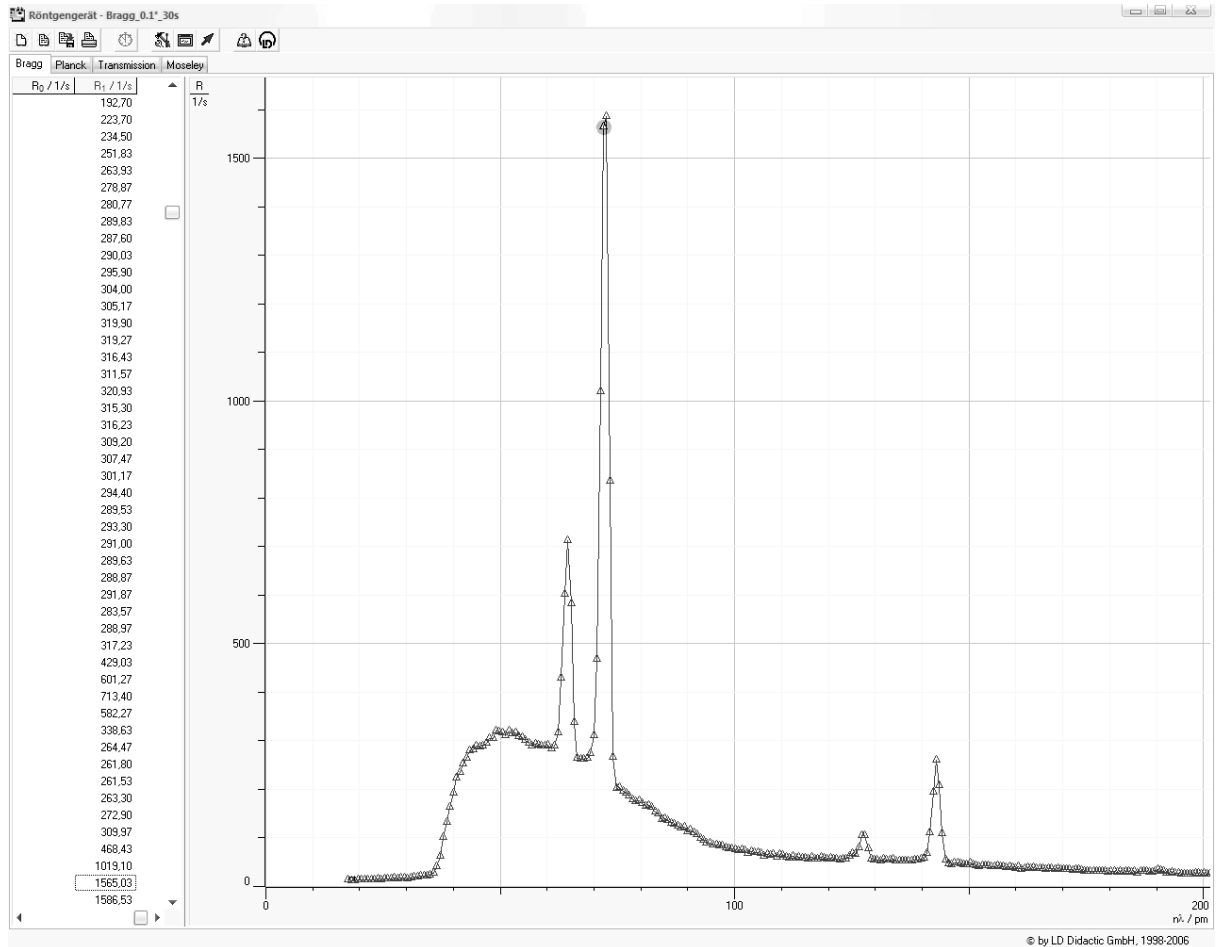


Abbildung 6: Screenshot der Auswertungssoftware von LEYBOLD

Die Daten werden nun als Tabellen in Origin Pro 6.1 kopiert und dort weiterverarbeitet. Alle Graphen in meiner Arbeit stammen aus Origin Pro 6.1, einer professionellen Software zur Datenanalyse und -präsentation, da damit Analysetools, Exportfunktionen usw. wesentlich schneller und ansprechender zu bewerkstelligen sind (vgl. Abbildung 7).

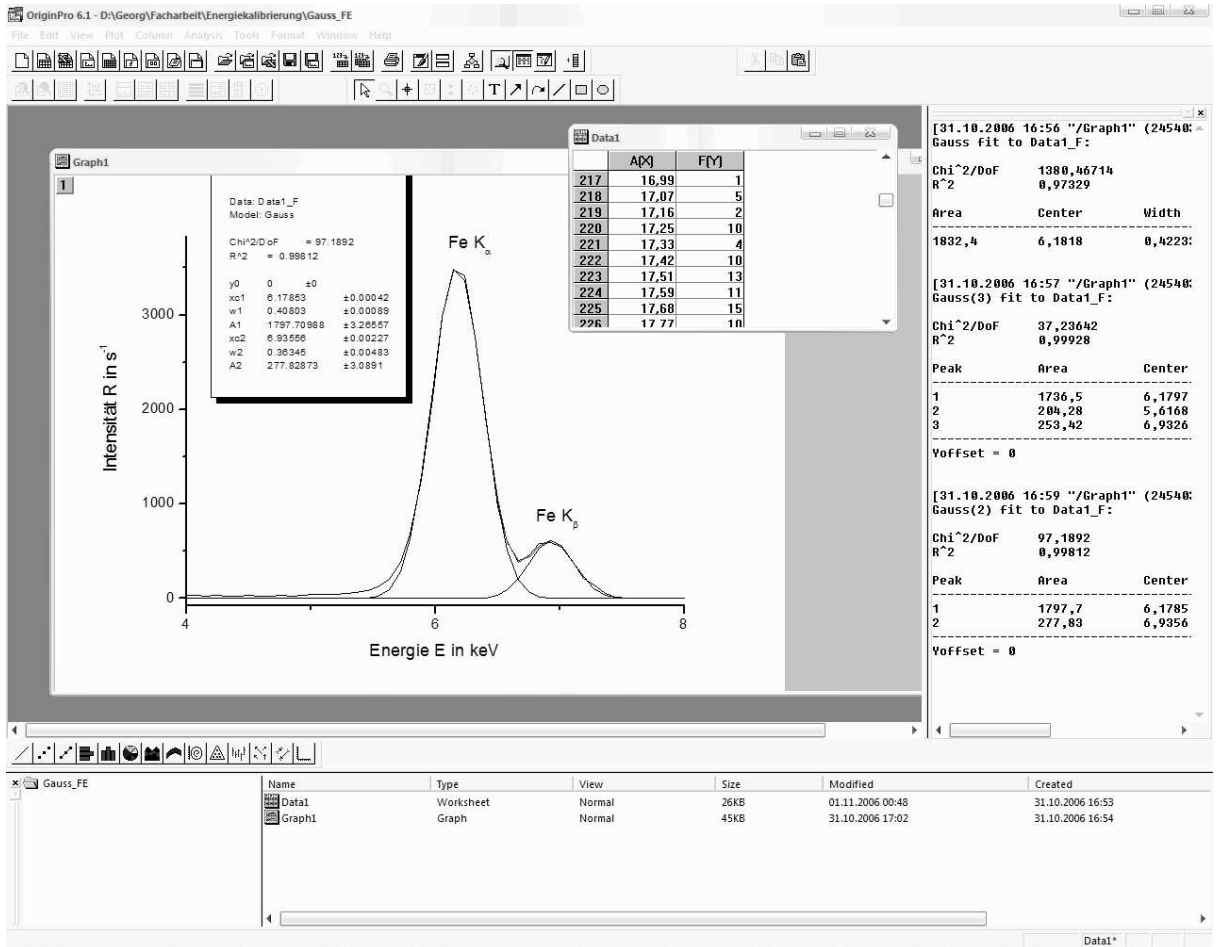


Abbildung 7: Screenshot von Origin Pro 6.1

## 4.2 Beugungsspektren am LiF- und NaCl- Einkristall

Die folgenden Röntgenspektren, gebeugt am LiF- bzw. NaCl-Kristall, wurden entsprechend des in Kapitel 4.1 beschriebenen Versuchsaufbaus zur Braggischen Anordnung aufgenommen, wobei folgende Messparameter gewählt wurden:

U in kV	I in mA	$\Delta\theta$ in Grad	$\Delta t$ in s
35	1	0,1	30

In der Bragganordnung wird die Intensität in Abhängigkeit vom Winkel  $\theta$  gemessen (Abbildung 8).

Mithilfe der Braggischen Beziehung (6) kann bei bekanntem Netzebenenabstand  $d$  die  $\theta$ -Skala in eine Wellenlängenskala umgerechnet werden.

Abbildung 9 gibt die spektrale Intensitätsverteilung der Molybdän-Röhre wieder. Anhand des am NaCl-Kristall erzeugten Spektrums wird im Folgenden die Richtigkeit des Braggischen Reflexionsgesetzes überprüft:

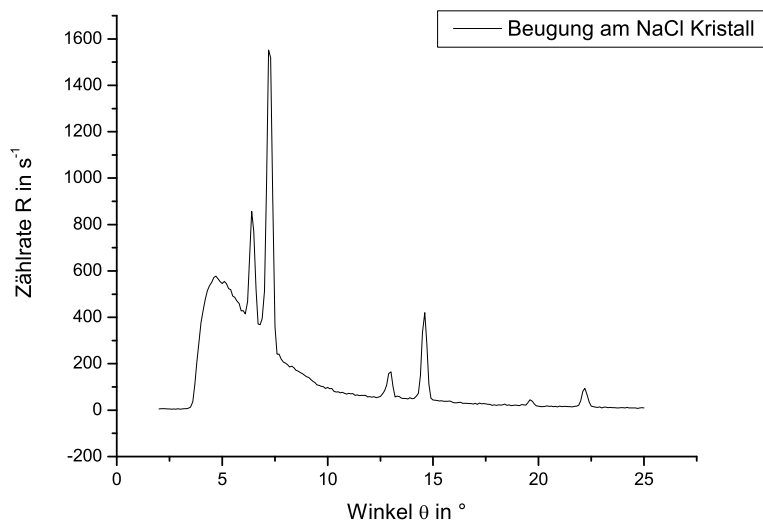
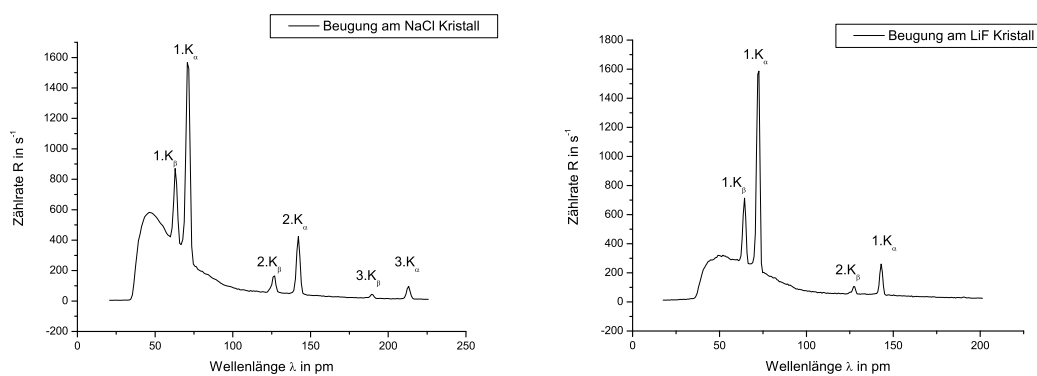
Abbildung 8: Intensität in Abhängigkeit vom Winkel  $\theta$  am NaCl-Kristall

Abbildung 9: Beugung am NaCl- und LiF-Kristall

### 4.3 Bestätigung des Bragg-Gesetzes

(nach LEYBOLD Handblätter Physik P6.3.3.1)

Zur Verifizierung des Bragg-Gesetzes werden die charakteristischen Linien der Molybdänanode untersucht. Dabei werden die Literaturwerte der K-Linien (aus LEYBOLD Handblätter Physik P6.3.3.1) mit den gemessenen Werten verglichen.

	$1.K_{\beta}$	$1.K_{\alpha}$	$2.K_{\beta}$	$2.K_{\alpha}$	$3.K_{\beta}$	$1.K_{\alpha}$
Winkel $\theta$ in $^{\circ}$	6,403	7,201	13,002	14,603	19,600	22,199
Literaturwert	6,420	7,240	12,930	14,600	19,610	22,210
relativer Fehler	0,265%	0,539%	-0,560%	-0,020%	0,052%	0,050%

Man kann erkennen, dass die im Versuch ermittelten Wellenlängen nur sehr wenig von den Literaturwerten abweichen.

Mit der Bragg-Gleichung (6) wird die durchschnittliche Wellenlänge für beide Maxima der charakteristischen Strahlung aus dem Versuch berechnet und ebenfalls den Literaturwerten gegenübergestellt.

	Messwert	Literaturwert	relativer Fehler
$\overline{\lambda}_\beta$ in $pm$	70,94	71,08	0,177%
$\overline{\lambda}_\alpha$ in $pm$	63,04	63,09	0,077%

Die Gültigkeit des Braggschen Reflexionsgesetzes ist aufgrund des sehr kleinen relativen Fehlers bestätigt. Die Intensitätsmaxima treten bei den nach dem Bragg-Gesetz vermuteten Wellenlängen auf. Gleichzeitig wird die Wellennatur der Röntgenstrahlung belegt, da diese die Grundlage für Beugungserscheinungen ist.

#### 4.4 Untersuchung des Energiespektrums einer Röntgenröhre in Abhängigkeit von Beschleunigungsspannung und Emissionsstrom

##### 4.4.1 Abhängigkeit von der Beschleunigungsspannung

(nach LEYBOLD Handblätter Physik P6.6.3.2)

Mit dem in Kapitel 4.1 beschriebenen Versuchsaufbau zur Braggschen Anordnung werden verschiedene Beugungsspektren am NaCl- Kristall aufgenommen, wobei die Beschleunigungsspannung  $U$  variiert und der Emissionsstrom  $I$  nicht verändert wird (Abbildung 10).

Das Bremsstrahlungskontinuum ändert sich mit zunehmender Beschleunigungsspannung  $U$  deutlich: Die Strahlungsintensität als solche nimmt zu, da die Elektronen mit zunehmend höherer Energie beim Abbremsen im Anodenmaterial mehr Röntgenquanten erzeugen. Der Betrag der Grenzwellenlänge  $\lambda_{min}$  (vgl. Kapitel 4.5) wird dabei immer kleiner. Zur Anregung der charakteristischen Strahlung ist eine Energie nötig, die größer als die Ionisationsenergie von Molybdän ( $E_{ion} = 19,99 keV$ , vgl. Tabelle Anhang 9.1) ist. Erst dann kann die  $K_\alpha$ -Linie abgestrahlt werden. Die Intensität der Maxima der charakteristischen Strahlung nimmt mit zunehmender Beschleunigungsspannung zu, auf die Peaklage der charakteristischen Strahlung hat sie aber keinen Einfluss, wie die nachfolgende Tabelle zeigt:

	Messwert	Literaturwert	relativer Fehler
$\overline{\lambda}_\alpha$ in $pm$	71,513	71,080	-0,6091%
$\overline{\lambda}_\beta$ in $pm$	63,550	63,059	0,7786%

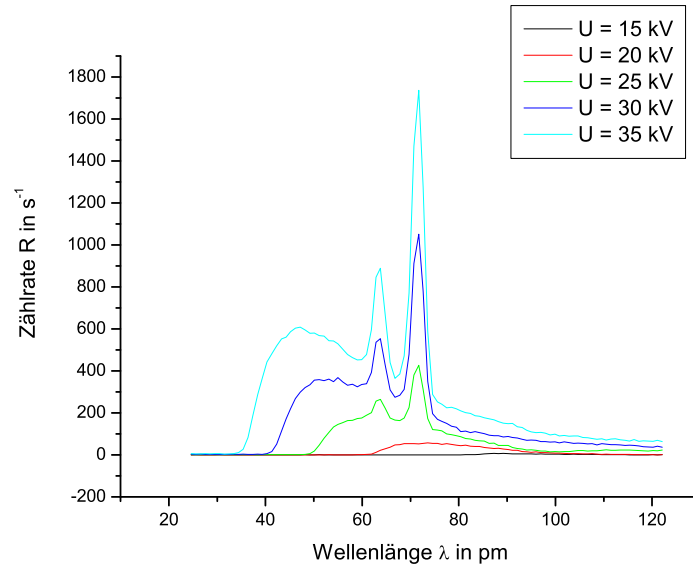


Abbildung 10: Beugungsspektren bei unterschiedlichen Beschleunigungsspannungen  $U$

#### 4.4.2 Abhängigkeit vom Emissionsstrom

(nach LEYBOLD Handblätter Physik P6.6.3.2)

Wie im vorigen Kapitel werden verschiedene Beugungsspektren aufgenommen, wobei die Emissionsstromstärke  $I$  variiert und die Beschleunigungsspannung  $U$  konstant bleibt.

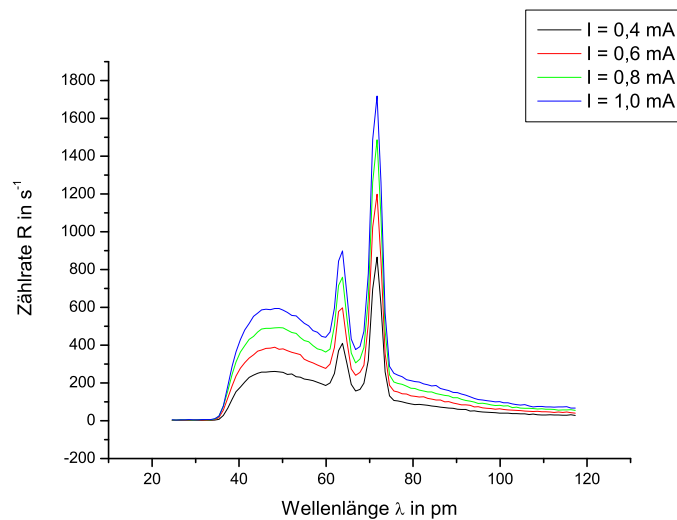


Abbildung 11: Beugungsspektren bei variiertem Emissionsstrom  $I$

Die Emissionsstromstärke  $I$  hat keinen Einfluss auf die Form des Röntgenspektrums (vgl. Abbildung 11). Auch die Lage der charakteristischen Linien bleibt mit  $\lambda_{K_\alpha} = 71,322 \text{ pm}$  und  $\lambda_{K_\beta} = 63,351 \text{ pm}$  nahezu unverändert. Allerdings nimmt die Intensität des Bremsspektrums und der charakteristischen Linien proportional zum Emissionsstrom zu.

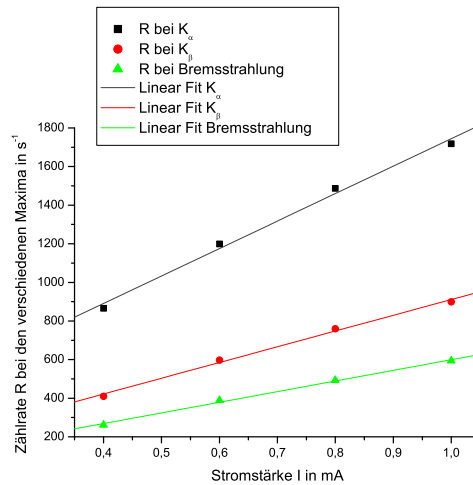


Abbildung 12: Zählratenmaxima in Abhängigkeit vom Emissionsstrom  $I$

Dies lässt sich so erklären: Mit der Emissionsstromstärke wird nur die Anzahl der Elektronen verändert, nicht aber ihre Energie. Je mehr Elektronen auf die Anode treffen, desto mehr Photonen werden erzeugt und desto größer ist die Intensität der Strahlung. Diese Proportionalität zwischen der Intensität des Bremsspektrums bzw. der charakteristischen Linien und dem Emissionsstrom ist in Abbildung 12 experimentell bestätigt.

## 4.5 Die kurzwellige Grenze der Bremsstrahlung und Duan-Huntsches Verschiebungsgesetz

Das Spektrum mit  $\lambda$  als Abszisse zeigt ab einer bestimmten kleinsten Wellenlänge  $\lambda_{min}$  ein sprunghaftes Einsetzen der Intensität:

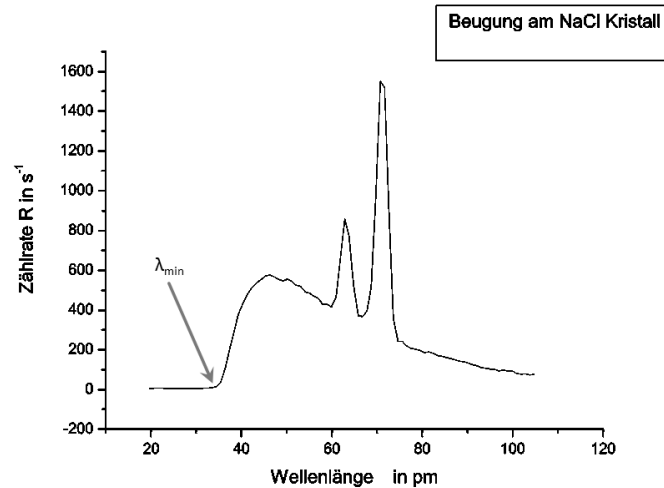


Abbildung 13: Die Grenzwellenlänge  $\lambda_{min}$

Wird bei einem einzigen Bremsprozess die gesamte kinetische Energie eines Elektrons der Energie

$$E_{kin} = eU \quad (7)$$

in ein Röntgenquant umgewandelt, so hat dieses Röntgenphoton die größte Energie  $E_{Kin}$  und entsprechend nach Gleichung (1) und (2) die kleinste Wellenlänge  $\lambda_{min}$ :

$$E_{kin} = \frac{hc}{\lambda_{min}} \quad (8)$$

Aus den Gleichungen (7) und (8) ergibt sich für die kleinste Wellenlänge in Abhängigkeit von der Beschleunigungsspannung  $U$ :

$$\lambda_{min} = \frac{hc}{e} * \frac{1}{U} \quad (9)$$

Diese Beziehung zwischen  $\lambda_{min}$  und  $U$  nennt man das Duan-Huntsche-Verschiebungsgesetz.

## 4.6 Bestimmung des Planckschen Wirkungsquantums

Aus dem Proportionalitätsfaktor  $A$  in Gleichung (9)

$$A = \frac{hc}{e} \quad (10)$$

lässt sich bei bekannter Lichtgeschwindigkeit  $c$  und Elementarladung  $e$  das Plancksche Wirkungsquantum  $h$  berechnen.

Bei der genauen Bestimmung von  $\lambda_{min}$  geht man folgendermaßen vor: Im Bereich von  $\lambda_{min}$  verläuft das Spektrum näherungsweise linear (vgl. [1] S.147). Es wird eine Gerade approximiert, deren Schnittpunkt mit der Abszisse  $\lambda_{min}$  ergibt.

$U_b$ in $kV$	35,0	34,0	32,0	30,0	28,0	26,0	24,0
$\lambda_{min}$ in $pm$	35,5	36,2	38,6	41,3	44,4	47,7	51,6

$\lambda_{min}$  und den reziproken Wert von  $U$  trägt man in ein Diagramm ein und ermittelt durch lineare Regression den Wert der Steigung  $A$ .

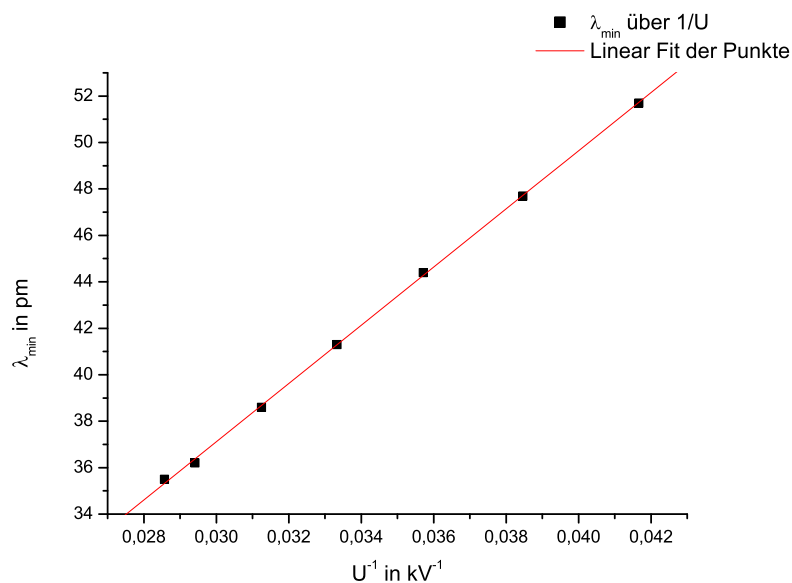


Abbildung 14: Graph zur  $h$ -Bestimmung

Die Steigung der Geraden  $A$  beträgt  $1239 kV * pm$ . Nach Gleichung (10) ergibt sich:

$$h = 6,617 * 10^{-34} Js$$

Der Literaturwert für das Plancksche Wirkungsquantum  $h$  beträgt  $6,626 * 10^{-34} Js$  (relativer Fehler: 0,13%).

## 4.7 Feinstruktur der charakteristischen Strahlung

Bei näherer Betrachtung der charakteristischen Linien zeigt sich, dass diese nicht aus einem einzigen Peak bestehen, sondern aus sog. Liniendoublets. Das  $K_\beta$ -Doublet setzt sich aus der  $K_\beta$ - und der  $K_\gamma$ -Linie zusammen. Dabei beträgt der Wellenlängenabstand  $\Delta\lambda$  nur  $1,2\text{ pm}$  und kann deshalb erst in einer höheren Beugungsordnung nachgewiesen werden. In diesem Versuch wird folglich die Feinstruktur durch Beugung am NaCl-Kristall in höheren Beugungsordnungen gezeigt.

”Die Feinstruktur der  $K_\alpha$ -Linie ist zurückzuführen auf die Feinstruktur der L-Schale und damit letztlich auf die Spin-Bahn-Kopplung der Elektronen. Die L-Schale besteht tatsächlich aus 3 Unterniveaus, die man als  $L_I$ ,  $L_{II}$  und  $L_{III}$  bezeichnet. Es sind allerdings aufgrund der Auswahlregeln für die Änderung des Bahndrehimpulses und des Gesamtdrehimpulses nur zwei der drei Übergänge erlaubt. Man bezeichnet den Übergang von der  $L_{III}$ -Schale auf die K-Schale als  $K_{\alpha 1}$  und den Übergang von  $L_{II}$  auf K als  $K_{\alpha 2}$ . Der Wellenlängenabstand  $\Delta\lambda$  innerhalb des  $K_\alpha$ -Doublets beträgt nur  $0,43\text{ pm}$ ” (aus LEYBOLD Handblätter Physik P6.3.3.4, S.1).

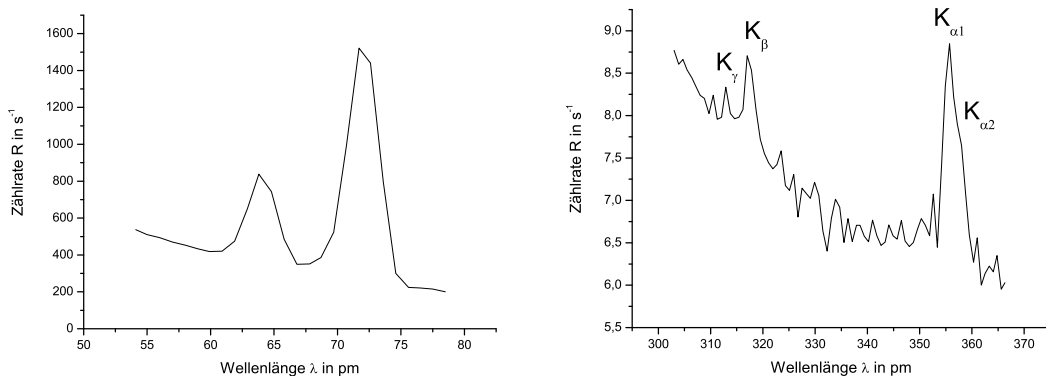


Abbildung 15: Erste (links) und fünfte (rechts) Beugungsordnung am NaCl-Kristall

In der ersten Beugungsordnung (vgl. Abbildung 15) lässt sich keine Feinstruktur der charakteristischen Linien ausmachen, aber sowohl die  $K_\alpha$ -Linie als auch die  $K_\beta$ -Linie sind deutlich erkennbar.

In der fünften Beugungsordnung (vgl. Abbildung 15) ist die Unterteilung der  $K_\alpha$ -Linie in  $K_{\alpha 1}$  und  $K_{\alpha 2}$  bei genauem Hinsehen erkennbar. Auch der  $K_\beta$ -Peak ist deutlich vorhanden. Bei der  $K_\gamma$ -Linie traten jedoch Schwierigkeiten auf. Aufgrund der in diesem Bereich sehr niedrigen Zählrate war das Signal-Rauschverhältnis so gering, dass eine vernünftige Aufnahme kaum zu erreichen war. Erst nachdem der Abstand zwischen Kollimator und Kristall verringert und die Messzeit auf  $400\text{ s}$  erhöht worden war, konnte

das folgende Ergebnis erzielt werden. Eine eindeutige Separation der  $K_\gamma$ -Linie aus dem Rauschen ist dennoch nicht möglich.

	Messergebnis für $\lambda$ in pm	Literaturwert für $\lambda$ in pm	relativer Fehler
$K_{\alpha 1}$	71,16	70,90	0,37%
$K_{\alpha 2}$	71,60	71,43	0,24%
$K_\beta$	63,40	63,26	0,22%
$K_\gamma$	62,12	62,09	0,05%

Wie in der Tabelle ersichtlich liegen die charakteristischen Maxima mit sehr hoher Genauigkeit in der Nähe der Literaturwerte.

## 4.8 Schwächung von Röntgenstrahlung

### 4.8.1 Definition der Transmission bei Röntgenstrahlung und Lambert-Beersches Schwächungsgesetz

Transmission bezeichnet allgemein die Durchlässigkeit eines Mediums für Strahlung (von lat. trans hinüber und mittlere schicken). Die Transmission  $T$  ist definiert als Quotient aus der Intensität  $R_0$  der Strahlung vor und der Intensität  $R$  hinter dem Abschwächer:

$$T = \frac{R}{R_0} \quad (11)$$

Je größer die Transmission eines Abschwächers ist, desto kleiner ist sein Schwächungsvermögen.

”Die Transmission ist von der Dicke des Abschwächers abhängig. Nimmt man an, daß die Eigenschaften der einfallenden Strahlung trotz Abschwächung unverändert bleiben, dann führt eine Erhöhung der Dicke  $x$  um den kleinen Betrag  $dx$  zu einer Abnahme der Transmission  $T$  um den kleinen Betrag  $dT$ . Die relative Abnahme der Transmission ist der absoluten Zunahme der Dicke proportional” (aus LEYBOLD Handblätter Physik P6.3.2.1 S.1):

$$\frac{-dT}{T} = \mu * dx \quad (12)$$

Dabei wird der Proportionalitätsfaktor  $\mu$  als linearer Schwächungskoeffizient bezeichnet.

Da für  $x = 0$  die Transmission  $T = 1$  ist, führt die Integration von Gleichung (12) zu folgendem Ergebnis:

$$T = e^{-\mu x} \quad (13)$$

$$\text{oder} \quad \ln T = -\mu x \quad (14)$$

Gleichung (14) wird als Lambert-Beersches Schwächungsgesetz bezeichnet. Im Folgenden soll die Gültigkeit dieses Gesetzes für Röntgenstrahlung überprüft werden.

#### 4.8.2 Schwächung von Röntgenstrahlung in Abhängigkeit von Absorbermaterial und Absorberdicke

(nach LEYBOLD Handblätter Physik P6.3.2.1)

**a) Abhängigkeit vom Absorbermaterial** Im Folgenden wird die Transmission verschiedener Materialien bestimmt. Dazu werden Stoffe gleicher Dicke  $d$  zwischen Kollimator und Zählrohr befestigt und die Anzahl der das Material durchdringenden Photonen am Zählrohr gemessen. Aus der Transmission werden die Schwächungskoeffizienten nach dem Lambert-Beerschen Schwächungsgesetz (Gleichung (14)) bestimmt. Es ergibt sich in Abhängigkeit von der Ordnungszahl des Materials folgendes Diagramm:

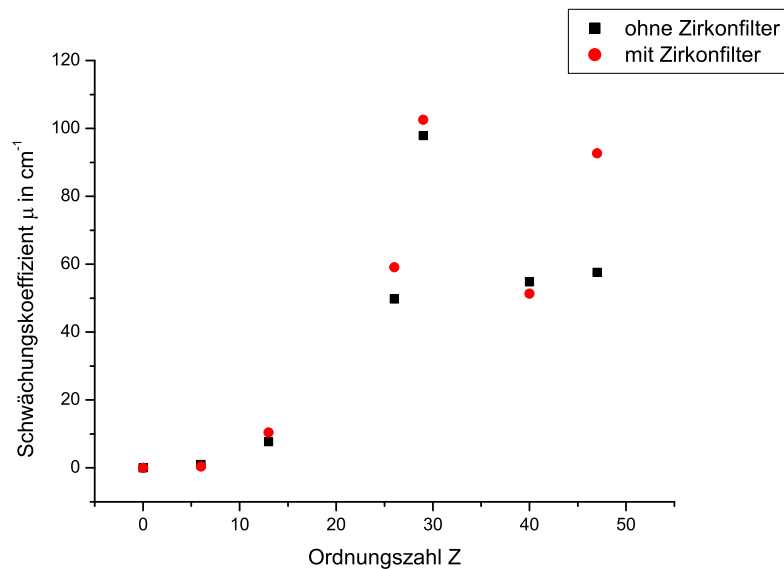


Abbildung 16: Abhängigkeit des Schwächungskoeffizienten von der Ordnungszahl

”Der Schwächungskoeffizient steigt bis unterhalb  $Z = 40$  (Zr) mit der Ordnungszahl stark an. Beim Übergang zu  $Z = 40$  zeigt sich eine sprunghafte Abnahme, die für die gefilterte Strahlung deutlicher ausfällt. Die Abnahme ist darauf zurückzuführen, daß bestimmte Anregungen bei Zr nicht mehr möglich sind (Bindungsenergie der K-Schale zu hoch). Die ungefilterte Strahlung enthält einen höherenergetischen Anteil, der diese Anregung noch leisten kann, damit ist die Abnahme von  $\mu$  kleiner ”(aus LEYBOLD Handblätter Physik P6.3.2.1, S.4) (vgl. Kapitel 4.8.5).

**b) Abhängigkeit von der Absorberdicke** Zwischen dem Kollimator und dem Zählrohr werden nun Aluminiumplättchen mit unterschiedlicher Dicke befestigt und die Transmission in Abhängigkeit von der Dicke mit und ohne Zirkonfilter gemessen. Es musste eine höhere Spannung und Stromstärke gewählt werden als in LEYBOLD Handblätter Physik P6.3.2.1 vorgeschlagen, da ansonsten die Zählrate hinter dem Abschwächer zu niedrig gewesen wäre. Die Transmission wird in Abhängigkeit von der Dicke in ein Diagramm eingetragen (Abbildung 17). Es ergibt sich der nach dem Lambertschen Schwächungsgesetz (Gleichung (14)) erwartete exponentielle Verlauf der Schwächung:

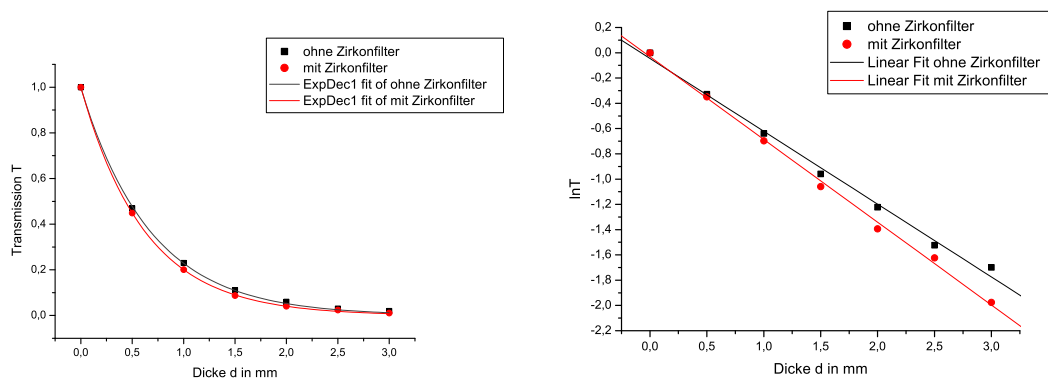


Abbildung 17: Die Transmission in Abhängigkeit von der Dicke in linearer und halb-logarithmischer Darstellung

Mithilfe der halb-logarithmischen Darstellung kann man aus dem Diagramm den Schwächungskoeffizienten bestimmen, indem man die Steigung der entstehenden Geraden ermittelt (Gleichung (14)). Außerdem lässt sich sehr gut erkennen, dass die Geraden nahezu Ursprungsgeraden sind. Die Gleichungen der durch lineare Regression ermittelten Geraden in Abbildung 17 lauten:

ohne Zirkonfilter:  $y = -0,576 * x - 0,0451$  (Fehler für Steigung: 0,0187, Fehler für y-Achsenabschnitt: 0,0338)

mit Zirkonfilter:  $y = -0,655 * x - 0,0309$  (Fehler für Steigung: 0,0155, Fehler für y-Achsenabschnitt: 0,0279)

Der lineare Schwächungskoeffizient ist bei monochromatischer Strahlung, also mit Zirkonfilter, mit  $\mu = 6,55 \text{ cm}^{-1}$  etwas größer als bei ungefilterter Strahlung (ohne Zirkonfilter) mit  $\mu = 5,76 \text{ cm}^{-1}$ , weil diese höherenergetische Strahlungsanteile enthält, die bei gleicher Absorberdicke geringer geschwächt werden. Die große Abweichung von den in LEYBOLD Handblätter Physik P6.3.2.1 angegebenen Werten ist durch die höhere Photonenenergie aufgrund der im Experiment verwendeten höheren Spannung bedingt, da der Schwächungskoeffizient nämlich mit steigender Beschleunigungsspannung sinkt

(vgl. Anhang 9.2).

### 4.8.3 Der Schwächungskoeffizient $\mu$

Die Schwächung der Röntgenstrahlung ist auf die zwei grundlegenden Mechanismen Photo-Effekt und Compton-Effekt zurückzuführen.

Beim Photoeffekt wird die Energie des Röntgenquants vollständig auf ein Hüllenelektron des Atoms übertragen. Das Photon wird dabei absorbiert. Diese Art der Schwächung beschreibt man mit dem Absorptionskoeffizienten  $\tau$  ( $[\tau] = 1 \text{ cm}^{-1}$ ). Er ist wegen der mit der Energieübergabe vom Photon auf das Elektron verbundenen Ionisation des Atoms sehr stark von der Quantenenergie  $\frac{hc}{\lambda}$  der Röntgenstrahlung und von der Anregungsenergie der Atome abhängig. Zur Ionisation, also zum vollkommenen Herausschlagen eines Elektrons aus dem Atom, muss die Quantenenergie der Röntgenquanten größer sein als die Bindungsenergie des Atoms.

Beim Compton-Effekt verlieren die Röntgenquanten durch einen inelastischen Stoß mit einem Hüllenelektron einen Teil ihrer Energie und werden wegen der Impulserhaltung am Elektron gestreut. Der Streukoeffizient wird als  $\delta$  bezeichnet und hat ebenfalls die Einheit  $1 \text{ cm}^{-1}$ . Auf den Comptoneffekt wird im Laufe dieser Arbeit nicht genauer eingegangen, da die von LEYBOLD vorgeschlagenen Versuche u.a. wegen eines fehlenden Kollimators nicht zufriedenstellend funktionierten.

Der Schwächungskoeffizient ist die Summe aus Absorptions- und Streukoeffizient.

$$\mu = \tau + \delta \quad (15)$$

Alle drei Größen sind proportional zur Masse  $m$  des Materials. Werden sie durch die Dichte  $\rho$  des Materials dividiert, erhält man die sog. Massenkoeffizienten  $\frac{\mu}{\rho}$ ,  $\frac{\tau}{\rho}$  und  $\frac{\delta}{\rho}$ . Für die theoretische Behandlung benutzt man die atomaren Schwächungs-, Absorptions- und Streukoeffizienten  $\mu_a$ ,  $\tau_a$  und  $\delta_a$ , die man für ein bestimmtes Element aus dem Produkt der Massenkoeffizienten mit der absoluten Atommasse, also mit dem Verhältnis eines Grammatoms  $A$  des gegebenen Elements zur Loschmidtschen Zahl  $N$ , erhält:

$$\mu_a = \frac{\mu A}{\rho N}; \quad \tau_a = \frac{\tau A}{\rho N}; \quad \delta_a = \frac{\delta A}{\rho N}; \quad \mu_a = \tau_a + \delta_a \quad (16)$$

Somit charakterisiert z.B.  $\mu_a$  die Schwächung in einer ein Atom je Quadratzentimeter enthaltenden Schicht. Die Einheit dieser Parameter ist  $\text{cm}^2$ .

(nach [2] S.89/90)

#### 4.8.4 Untersuchung der Abhängigkeit des Schwächungskoeffizienten von der Wellenlänge

(stark gekürzt nach LEYBOLD Handblätter Physik P6.3.2.2)

Außerhalb der Absorptionskanten (Näheres in Kapitel 4.8.5) gilt in guter Näherung

$$\tau_a = C * \lambda^3 * Z^4 \quad (17)$$

Im Versuch wird die Abhängigkeit von der Wellenlänge anhand der beiden Metalle Kupfer und Zirkon gezeigt. Es wird wieder mithilfe der Bragg'schen Anordnung das Beugungsspektrum der Materialien in Abhängigkeit von der Wellenlänge ermittelt. Aus den Beugungsspektren mit und ohne Probe im Strahlengang ermittelt die LEYBOLD-Software die Transmission (vgl. Abbildung 18).

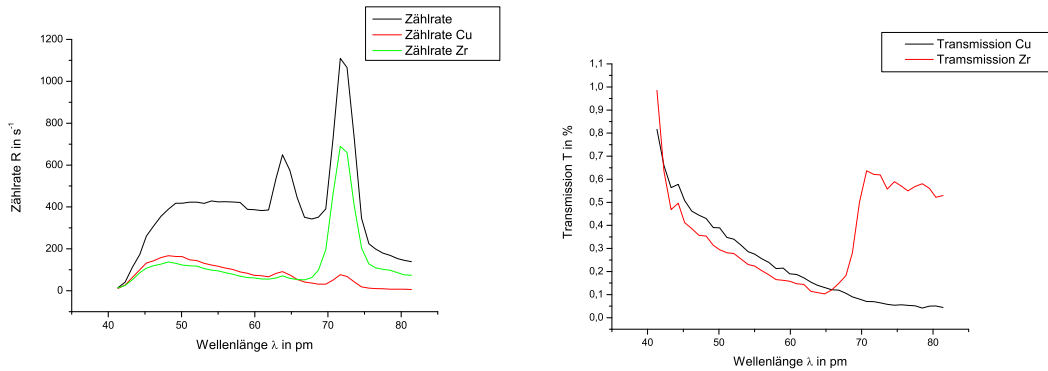


Abbildung 18: Beugungsspektrum mit Cu- und Zr-Filter und Transmission von Kupfer und Zirkon

Der Streuquerschnitt  $\delta_a$  ist im Wellenlängenbereich  $35 \text{ pm} < \lambda < 100 \text{ pm}$  wesentlich kleiner als der Absorptionsquerschnitt und kann näherungsweise durch die Gleichung

$$\delta_a = 0,2 \frac{\text{cm}^2}{\text{g}} * \frac{A}{N_A} \quad (18)$$

beschrieben werden. Für den Absorptionsquerschnitt folgt aus den Beziehungen (14), (16) und (18) nach einigen Umformungen:

$$\tau_a = \frac{-\ln T}{\rho * x} * \frac{A}{N_A} - 0,2 \frac{\text{cm}^2}{\text{g}} * \frac{A}{N_A} \quad (19)$$

Nach Gleichung (19) wird aus der in Abbildung 18 dargestellten Transmission der beiden Materialien der Absorptionsquerschnitt  $\tau_a$  bestimmt:

Der Absorptionsquerschnitt  $\tau_a$  kann durch Logarithmieren von Gleichung (17) außerhalb der Absorptionskanten in der Form

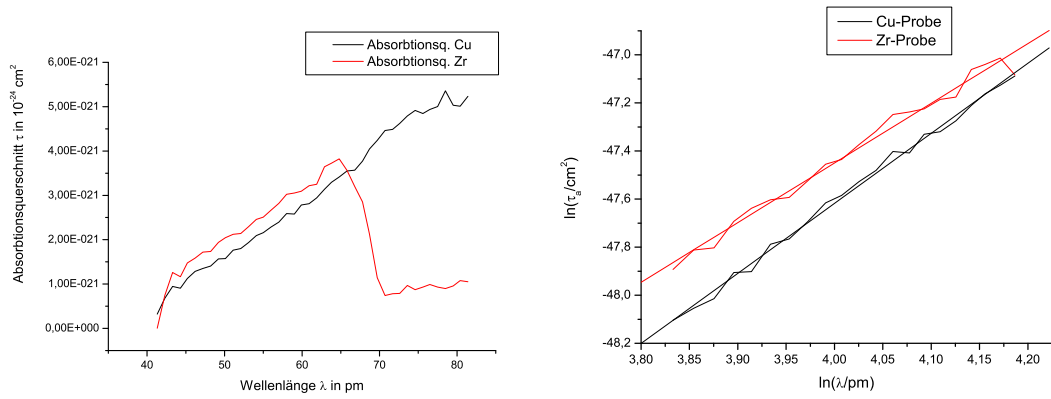


Abbildung 19: Absorptionsquerschnitt und Wellenlänge in linearer und logarithmischer Darstellung

$$\ln \tau_a = m_a * \ln \lambda + t \quad (20)$$

geschrieben werden. Man trägt nun  $\ln \tau_a$  über  $\ln \lambda$  auf (Abbildung 19). Für die Steigung der Geraden ergibt sich für die obere Gerade (Zr-Probe)  $m_a = 2,48$  und für die untere Gerade (Cu-Probe)  $m_a = 2,91$ . Damit ist das von der Ordnungszahl unabhängige  $\lambda^3$ -Gesetz (die beiden Geraden haben nahezu die gleiche Steigung) gut bestätigt.

#### 4.8.5 Kantenabsorption, Filterung von Röntgenstrahlung

Die Transmission  $T$  eines Elements nimmt bis zu einem bestimmten Punkt  $\lambda_K$  kontinuierlich ab. Bei  $\lambda_K$  steigt sie sprunghaft an und fällt dann wieder streng monoton (vgl. Abbildung 20). Man nennt diese sprunghafte Änderung bei  $\lambda_K = \frac{h*c}{E_K}$  K-Absorptionskante.

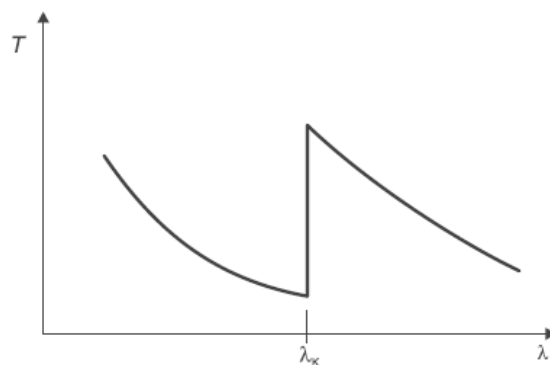


Abbildung 20: Schematische Darstellung der Kantenabsorption eines Materials in Abhängigkeit von der Wellenlänge der Röntgenstrahlung

Sie kann so erklärt werden: Wenn die Wellenlänge der Röntgenstrahlung in positiver Abszissenrichtung einen gewissen Wert  $\lambda_{K,L,M,N}$  überschreitet, reicht die Energie des

Röntgenquanten nicht mehr zur Ionisation des Atoms aus. Da die Photonen deshalb nicht mehr absorbiert werden, steigt die Transmission sprunghaft an.

Dieses Verhalten macht man sich bei der teilweisen Monochromatisierung der Röntgenstrahlung mithilfe eines Zirkonfilters zunutze. Im folgenden Versuch wird ein Spektrum mit und ein zweites ohne Zirkonfilter mit der Bragg'schen-Anordnung aufgenommen.

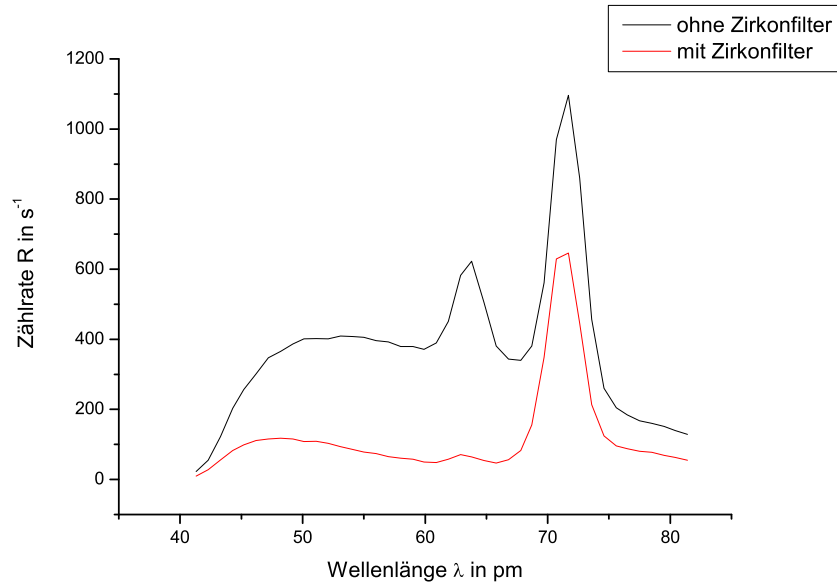


Abbildung 21: Spektrum ohne und mit Zirkonfilter

Man kann in Abbildung 21 erkennen, dass der Zirkonfilter den  $K_\beta$ -Peak fast vollständig absorbiert. Die Wellenlänge des  $K_\beta$ -Peaks liegt knapp unter der K-Absorptionskante von Zirkon ( $K_\beta$  bei 63,09pm,  $\lambda_K$  bei 68,88pm). Es wird deshalb der Großteil dieser Strahlung vom Zirkon absorbiert. Die  $K_\alpha$ -Linie wird kaum geschwächt, da sie mit 78,74pm weit entfernt ist von der Absorptionskante von Zirkon. Röntgenstrahlung wird also durch den Einsatz eines Zirkonfilters teilweise monochromatisiert.

### 4.8.6 Untersuchung der Abhängigkeit des Schwächungskoeffizienten von der Ordnungszahl

Bei gleichbleibender Wellenlänge  $\lambda$  gilt die Beziehung

$$\tau_a = C_2 * Z^4 \quad (21)$$

”Diese Beziehung wird im Versuch bestätigt durch Transmissionsmessungen an den Metallen Al, Fe, Cu, Zr und Ag bei der Wellenlänge  $\lambda = 40 \text{ pm}$ , die unterhalb der Absorptionskanten der Elemente liegt” (aus LEYBOLD Handblätter Physik P6.3.2.3, S.1).

Nach der Braggschen Methode (Versuchsaufbau siehe Kapitel 4.1) wird die Zählrate bei  $\theta = 4,2^\circ$  der verschiedenen Metalle und daraus die Transmission bestimmt. Dabei ist die zu untersuchende Probe am Kollimator befestigt.

Nach Gleichung (19) wird aus der Transmission der Absorptionsquerschnitt  $\tau_a$  bestimmt und als Funktion der Ordnungszahl in ein Diagramm eingetragen (vgl. Abbildung 22 links). Außerhalb der Absorptionskanten kann für eine konstante Wellenlänge der Absorptionsquerschnitt durch Logarithmierung der Gleichung (21) in der Form

$$\ln \tau_a = m_A * \ln Z + B \quad (22)$$

dargestellt werden (vgl. Abbildung 22 rechts). Die Geradensteigung  $m_A = 4,23$  weicht mit einem relativen Fehler von 6% nur unwesentlich vom idealen  $Z^4$ -Gesetz ab.

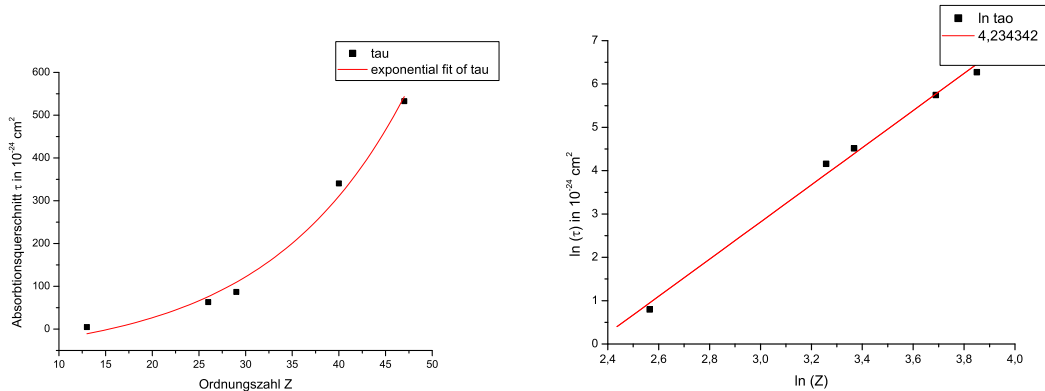


Abbildung 22: Lineare und logarithmische Darstellung des Absorptionsquerschnitts in Abhängigkeit von der Ordnungszahl

## 4.9 Moseley-Gesetz, Bestimmung der Rydberg-Konstante

Moseley untersuchte mit der Braggschen Anordnung die Absorptionskanten verschiedener Materialien. Er konnte dabei folgende Gesetzmäßigkeit feststellen:

$$\sqrt{\frac{1}{\lambda_k}} = \sqrt{R} * (Z - \rho_k) \quad (23)$$

( $R$ : Rydberg-Konstante,  $Z$ : Ordnungszahl des absorbierenden Elements,  $\rho_k$ : Abschirmkoeffizient der  $K$ -Schale)

Wandelt man Gleichung (23) mit (1) und (2) in eine Energiegleichung um, so folgt:

$$E_k = hcR(Z - \rho_k)^2 \quad (24)$$

”Diese Gleichung läßt sich durch folgende Überlegung in Einklang mit den Vorhersagen des Bohrschen Atommodells bringen: Die Kernladung  $Z * e$  eines Atoms wird für das Elektron, das bei der Absorption eines Röntgenquants aus der  $K$ -Schale des Atoms entfernt wird, durch die übrigen Elektronen der Atomhülle teilweise abgeschirmt. Daher wirkt während der Ionisierung auf das Elektron im Mittel nur die Ladung  $(Z - \rho_k)e$ ”.  
(aus LEYBOLD Handblätter Physik P6.3.3.6, S.1)

Im folgenden Versuch wird die Transmission verschiedener Materialien mit Ordnungszahlen zwischen 40 und 50 mit der Braggschen Anordnung gemessen und daraus wie bei der Bestimmung von  $\lambda_{min}$  (Kapitel 4.6) die Wellenlänge  $\lambda_K$  der  $K$ -Absorptionskanten ermittelt (vgl. Abbildung 23 links). Der Wert  $\frac{1}{\sqrt{\lambda_K}}$  dieser Absorptionskanten und die Ordnungszahl der zugehörigen Materialien werden in ein Koordinatensystem eingetragen. Durch lineare Regression wird die Gleichung der entstandenen Gerade bestimmt (vgl. Abbildung 23 rechts), aus der man die Rydberg-Konstante und den Abschirmkoeffizienten  $\rho_K$  berechnen kann, weil im Ordnungsbereich von 40 bis 50 der Abschirmkoeffizient  $\rho_K$  weitgehend unabhängig von  $Z$  ist (vgl. LEYBOLD Handblätter Physik P6.3.3.6) und Gleichung (23) einer allgemeinen Geradengleichung der Form  $y = m * x + t$  (mit der Ordnungszahl  $Z$  als  $x$ -Koordinate) entspricht. Es gilt:

$$R = m^2 \quad \text{und} \quad \rho_K = -\frac{t}{m} \quad (25)$$

Nach Gleichung (25) wird aus Abbildung 23 (rechts) die Rydberg-Konstante und der Abschirmkoeffizient  $\rho_K$  berechnet. Man erhält:

$$R = 1,082 * 10^7 m^{-1} \quad \text{und} \quad \rho_K = 3,6$$

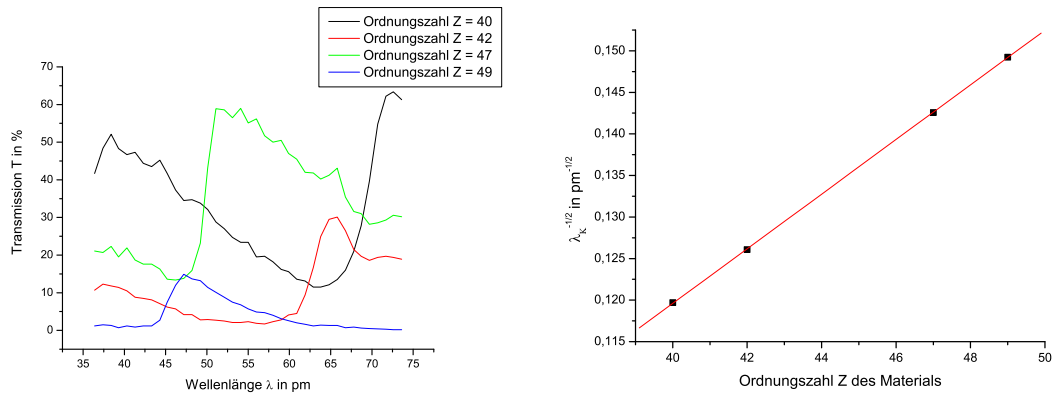


Abbildung 23: Transmission verschiedener Materialien in Abhängigkeit von der Wellenlänge (links) und Abhängigkeit der Grenzwellenlänge von der Transmission (rechts)

Die Ergebnisse stimmen mit den Literaturwerten sehr gut überein, Der Fehler beträgt für  $R$  lediglich 1,36%.

$$R_{lit} = 1,097 * 10^7 m^{-1} \quad \text{und} \quad \rho_{K_{lit}} = 3,6$$

## 5 Charakterisierung verschiedener Materialien mittels Röntgenfluoreszenz

### 5.1 Funktion und Eigenschaften des Röntgenenergiedetektors

**Funktion und Aufbau der Messanordnung:** Zu Funktion und Versuchsaufbau wird auf LEYBOLD Handblätter Physik P6.3.5.1, S.1 und 2 verwiesen.

**Eigenschaften:** Der größte Vorteil eines Energiedetektors gegenüber der wellenlängen-dispersiven Bragg-Detektion liegt darin, dass das gesamte Energiespektrum bzw. der gesamte Wellenlängenbereich gleichzeitig gemessen wird. Im Bragg-Fall muss der Winkelbereich sequentiell und damit zeitaufwändig abgefahren werden. Dagegen ist die erreichbare Energieauflösung (vgl. Kapitel 5.3) wesentlich schlechter als bei wellenlängen-dispersiven Geräten.

### 5.2 Energiekalibrierung des Röntgenenergiedetektors

Zur quantitativen Auswertung des aufgenommenen Histogramms der Häufigkeitsverteilung der Impulshöhen (Kanäle) ist eine Zweipunkt-Energiekalibrierung notwendig, die den Kanälen den entsprechenden Energiewert zuordnet (vgl. LEYBOLD Handblätter Physik P6.3.5.1). Dies ist problematisch, weil dafür zwei Materialien, die möglichst rein sind und die möglichst weit auseinanderliegende  $K_\alpha$ -Energien besitzen, von Nöten sind. Zur Energiekalibrierung wird eine polierte Kupferplatte, die aus einer Dachrinne stammt, und eine Silbermünze benutzt. Eine unabhängige Charakterisierung der Kalibrierstandards erfolgt in Kapitel 5.4.

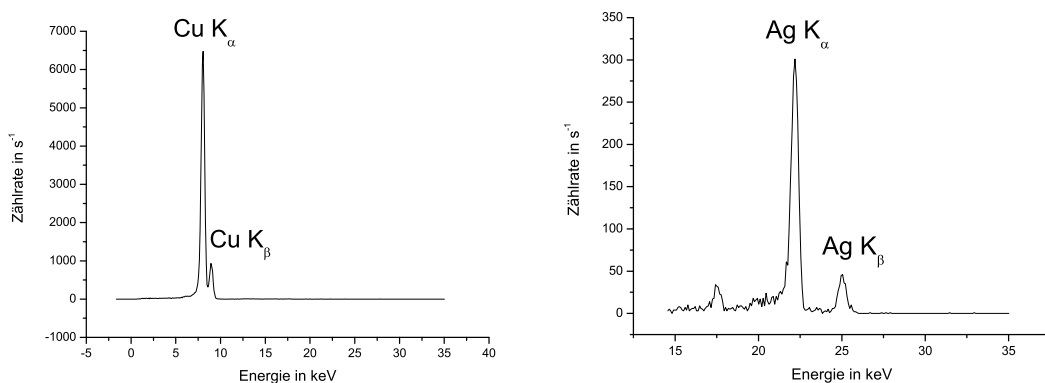


Abbildung 24: Fluoreszenzspektren von Kupfer und Silber

Die  $K_\alpha$ - und  $K_\beta$ -Peaks sind in beiden Spektren scharf zu erkennen. Diese und alle

folgenden Spektren sind nach den  $K_\alpha$ -Peaklagen der beiden Elemente kalibriert.

### 5.3 Die Energieauflösung des LEYBOLD-Detektors

Unter Energieauflösung des Detektors versteht man die gemessene Energiehalbwertsbreite einer ideal monochromatischen Anregung. Diese ist von der Anregungsenergie abhängig (vgl. Gebrauchsanweisung zu Gerät LEYBOLD 559 938). Nach Herstellerangaben beträgt die Energieauflösung für den Eisen- $K_\alpha$ -Peak  $0,4\text{keV}$ . Abbildung 25 zeigt das mit dem mir vorliegenden Detektor experimentell bestimmte Fluoreszenzspektrum von Eisen.

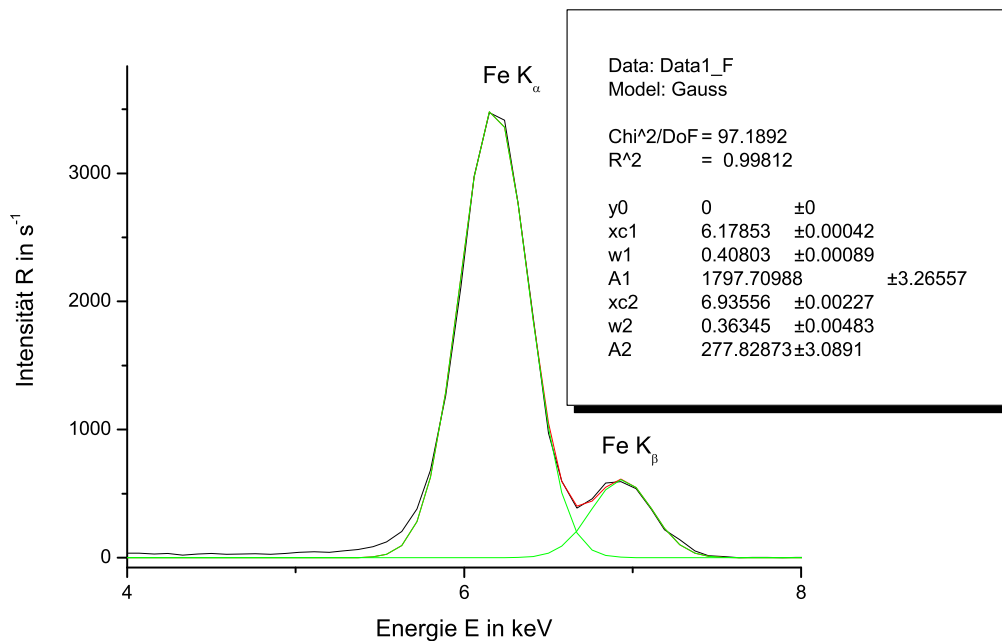


Abbildung 25: Fit des Fe-Spektrums

Das Eisenspektrum lässt sich durch Überlagerung zweier Gaußkurven an den Positionen von  $K_\alpha$  und  $K_\beta$  sehr genau numerisch approximieren (dies stellt eine Standardfunktionalität von Origin Pro 6.1 dar).

Aus der  $2 * \sigma$ -Breite  $w_1$  bzw.  $w_2$  der Gaußkurven lassen sich die Halbwertsbreiten

$$FWHM = \sqrt{\ln 4} * w_n \quad (26)$$

(*FMWH = FullWidthHalfMaximum*)

und daraus die Energieauflösung berechnen. Die Ergebnisse für die Eisen  $K_\alpha$ - und  $K_\beta$ -Linien ( $E_{K_\alpha} = 0,48\text{keV}$  und  $E_{K_\beta} = 0,43\text{keV}$ ) liegen etwas über den Herstellerangaben.

## 5.4 Aufnahme des Energiespektrums verschiedener Materialien

Im Folgenden werden von verschiedenen Materialien die Fluoreszenz- bzw. Energiespektren aufgenommen und ausgewertet. Dazu wird der Energiewert bei den Maxima des Graphen mit einer Tabelle verglichen, in der die Energiewerte aller charakteristischen Linien der Elemente verzeichnet sind, und daraus die Zusammensetzung der Probe bestimmt. Es lässt sich allerdings nur die Elementzusammensetzung ermitteln, nicht aber deren Konzentration.

### 5.4.1 Goldbarren (10 g)

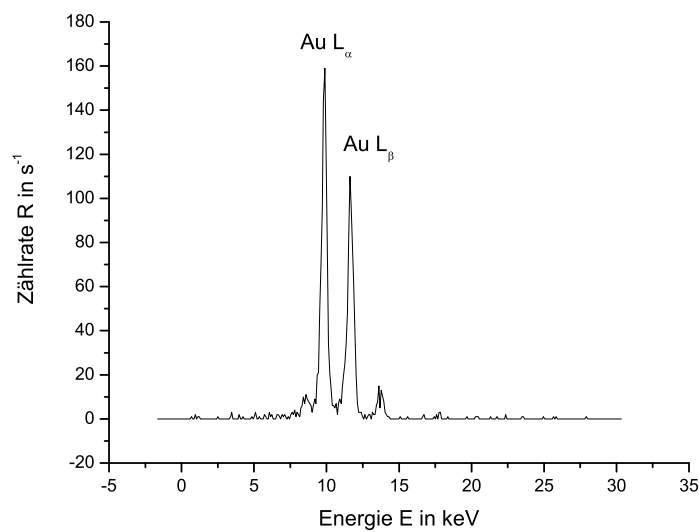


Abbildung 26: Energiespektrum des 10 g-Goldbarrens

Man kann in diesem Diagramm keine anderen charakteristischen Linien als die von Gold feststellen. Das heißt, dass der Goldbarren aus reinem Gold besteht und nicht durch andere Elemente verunreinigt ist (soweit dies mit dem Röntgenenergiedetektor von LEYBOLD messbar ist).

### 5.4.2 Eisen

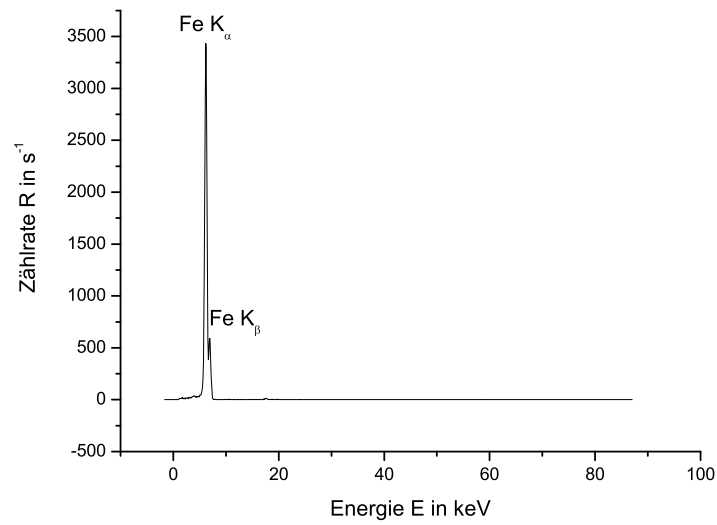


Abbildung 27: Energiespektrum der Eisenprobe

Auch in der Eisenprobe sind keinerlei Spuren von weiteren Elementen nachweisbar.

### 5.4.3 5-Mark-Stück D 1974

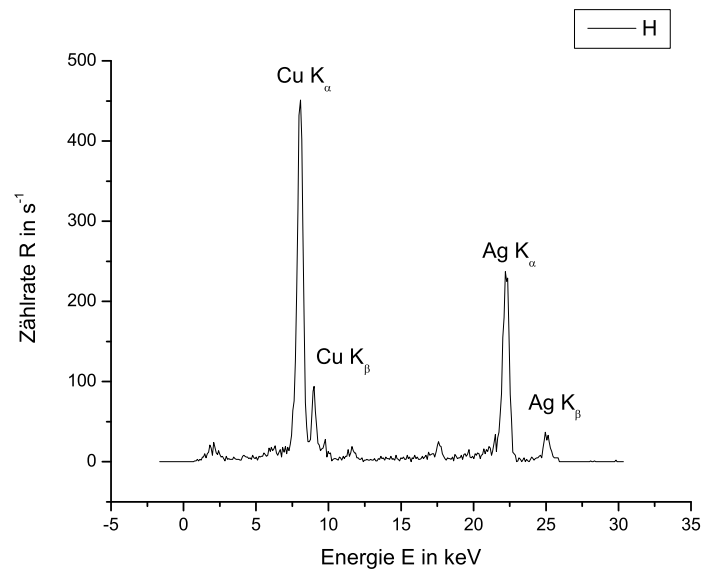


Abbildung 28: Energiespektrum einer 5-DM-Münze von 1974

Das 5-Mark-Stück von 1974 besteht sowohl aus Silber als auch aus Kupfer. Das genaue

Verhältnis von Silber zu Kupfer kann nicht bestimmt werden, ebensowenig, ob es sich um eine Silber-Kupfer-Legierung oder eine versilberte Kupfermünze handelt.

#### 5.4.4 Eisen mit Zinkbeschichtung

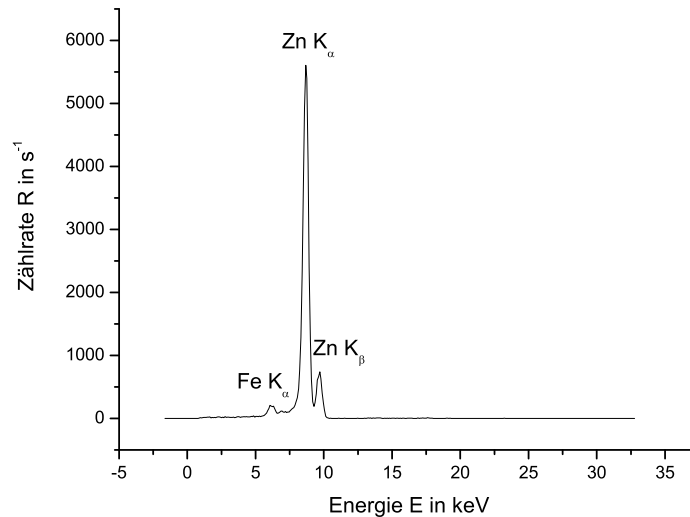


Abbildung 29: Energiespektrum des mit Zink beschichteten Eisens

Hier ist offensichtlich, dass es sich um eine verzinkte Eisenplatte handeln muss. Der Zink- $K_{\alpha}$ -Peak ist im Verhältnis zum Eisen- $K_{\alpha}$ -Peak sehr groß. Dies lässt darauf schließen, dass die meisten anregenden und im Eisen angeregten Röntgenquanten von der Zinkschicht absorbiert werden. Daher muss die Zinkschicht auf der Eisenschicht liegen.

### 5.5 Semiquantitative Analyse verschiedener Materialien mit einem industriellen Gerät bei der WACKER-Chemie AG

Auf Anfrage bei der WACKER-Chemie AG in Burghausen wurde mir die Erlaubnis gegeben, einen Nachmittag in der Zentralen Analytik in Burghausen zu verbringen (Bescheinigung siehe Anhang 9.4). Dort hatte ich die Möglichkeit, einige der oben untersuchten Proben mit einem industriellen Gerät zu untersuchen.

In der Zentralen Analytik werden unter anderem wellenlängendispersive Röntgenfluoreszenzspektrometer der Firma Siemens verwendet. Mit dem mir zur Verfügung gestellten Energiedetektor kann man zwar qualitative Aussagen über die Zusammensetzung der Materialien machen, nicht aber die Konzentration der verschiedenen Elemente in der Probe bestimmen. Ich wurde von dem zuständigen Laboranten Michael Gerhardt

mit der Technik des Siemens SRS-3000-Geräts vertraut gemacht. Abbildung 30 zeigt ein Schema des Geräteaufbaus, das wohl nicht weiter erläutert werden muss.

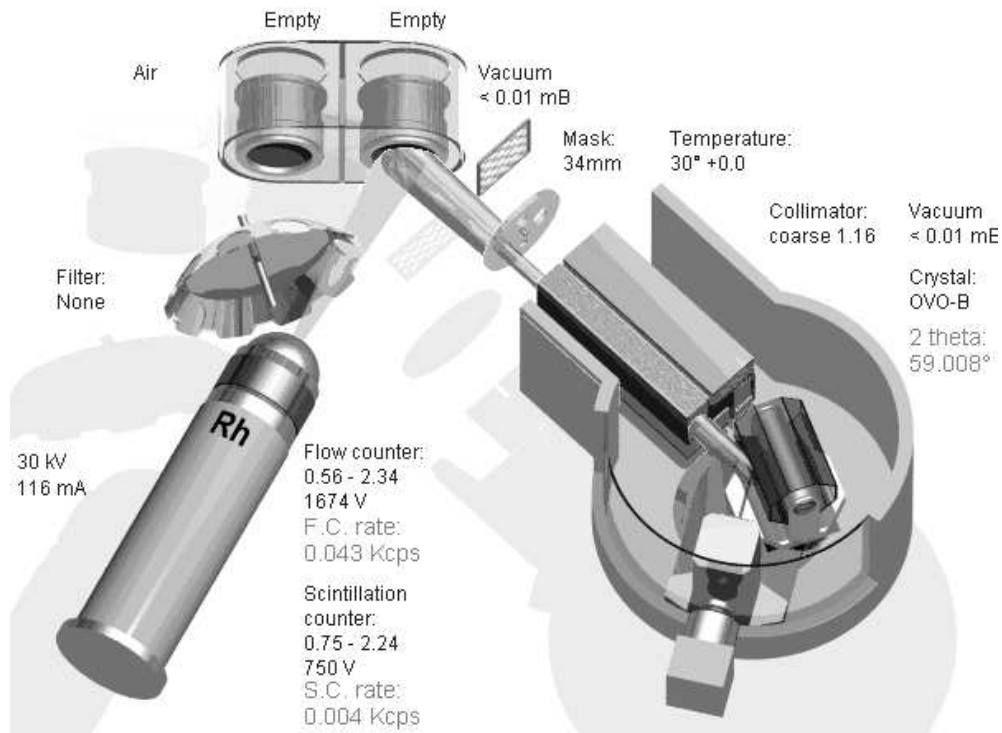


Abbildung 30: Skizze des Aufbaus des Röntgenfluoreszenzspektrometers Siemens SRS-3000

Anschließend durfte ich unter Aufsicht die Proben präparieren und die Versuche starten. Die Auswertung musste allerdings Herr Gerhardt selbst übernehmen, da der Gebrauch der verwendeten Software sehr kompliziert ist und einiges an Hintergrundwissen benötigt (siehe Abbildung 31). Um quantitative Ergebnisse aus Proben unbekannter Zusammensetzung zu erhalten, wurden in den letzten Jahren aufwändige Softwarelösungen (z.B. Semiquant bei Siemens Spektrometern) entwickelt. Diese rechnen aus den vorhandenen Elementintensitäten, unter Annahme einer homogenen Verteilung in der Probe, auf die entsprechenden Elementkonzentrationen zurück. Mit diesen semiquantitativen Verfahren sind relative Genauigkeiten in der Zusammensetzung von einigen Prozent erreichbar (Auskunft von Herrn Gerhardt). Die folgenden Ergebnisse wurden mit diesem Verfahren ermittelt.

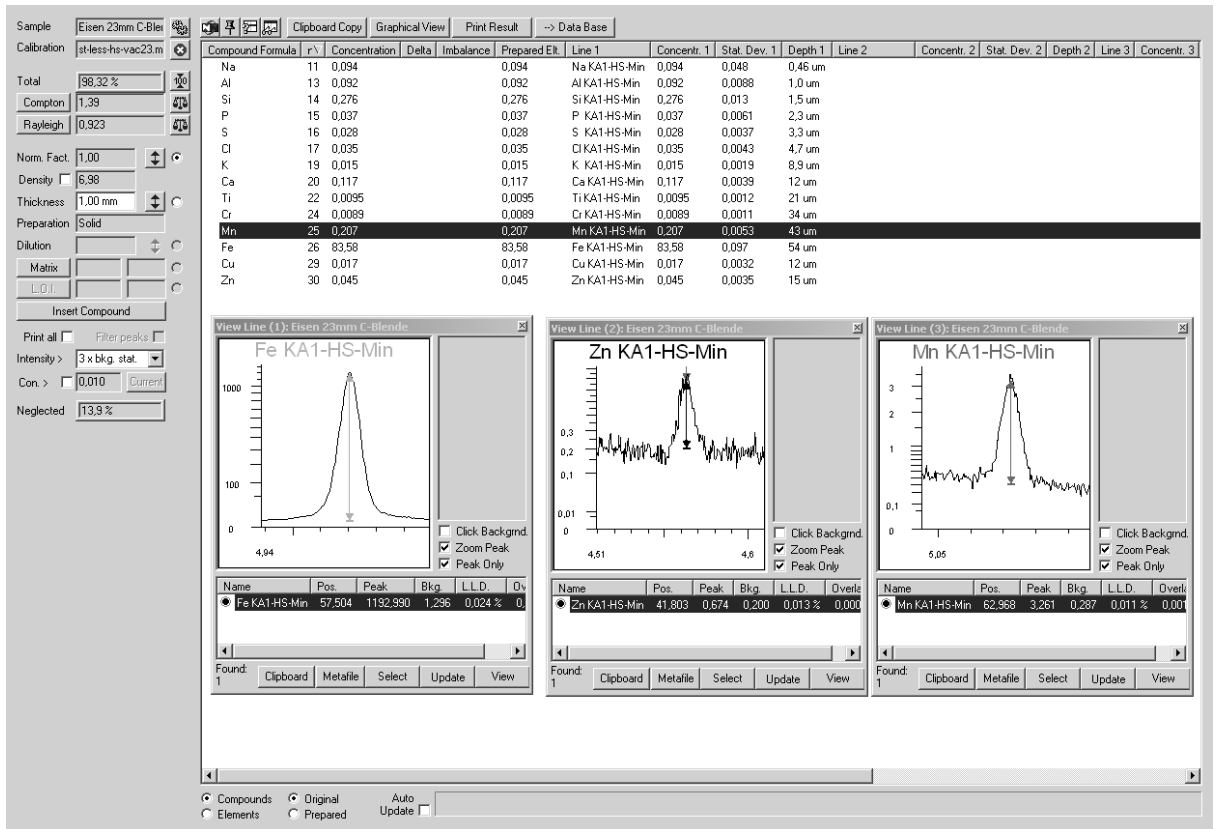


Abbildung 31: Screenshot der Siemens-Auswertungssoftware, Probe: Fe

### 5.5.1 Goldmünze

Zusammensetzung der Goldmünze:

Element	Zn	Si	P	S	Cl	K	Ni	Cu	Au
Anteil in %	0,04	0,08	0,04	0,11	0,08	0,03	0,01	96,52	3,09

Die angebliche Goldmünze besteht also zu 96,5153% aus Kupfer und zu 3,0879% aus Gold. Es handelt sich offensichtlich um eine vergoldete Kupfermünze.

### 5.5.2 5-Mark-Stück D 1974

Zusammensetzung der Münze:

Element	Na	Si	P	S	Cl	K	Ni	Cu	Ag
Anteil in %	1,14	0,14	0,22	0,19	1,03	0,04	0,02	13,48	83,46

Früher besaßen die 5-DM-Stücke also noch einen hohen Silberanteil von 83,46%. Die qualitativen Ergebnisse aus Kapitel 5.4.3 sind damit bestätigt.

### 5.5.3 Goldbarren (10 g)

Zusammensetzung des Goldbarrens:

Au 99,9%

Der Goldbarren besteht nur aus echtem Gold. Dies bestätigt das Ergebnis, das mit dem Röntgenenergiedetektor in 5.4 erzielt wurde.

### 5.5.4 Eisen

Zusammensetzung der Eisenprobe:

Element	Na	Al	Si	P	S	Cl	Ti	Mn	Fe
Anteil in %	0,12	0,11	0,33	0,04	0,03	0,14	0,01	0,25	98,92

Mit dem wellenlängendispersiven Gerät können in der Probe von Kapitel 5.4.2 weitere Elemente kleiner Konzentration nachgewiesen werden, die das LEYBOLD-Gerät nicht erfasst hat.

### 5.5.5 Kupferprobe

Zusammensetzung der Kupferprobe:

Cu: 100%

### 5.5.6 Silbermünze

Zusammensetzung des Silbermünze:

Ag 100%

Beide zur Kalibrierung verwendeten Materialien (Kupferprobe und Silbermünze) sind hochrein. Die Identität und Reinheit der in den Kapiteln 5.1 bis 5.4 verwendeten Standards zur Energiekalibrierung ist damit unabhängig bestätigt.

## 6 Zusammenfassung

Es ist interessant und zugleich faszinierend, mit welcher Genauigkeit durch solch einfache Versuche sowohl die Eigenschaften der Röntgenstrahlung als auch der Aufbau eines Atoms und wichtige Konstanten wie  $h$  und  $R$  bestimmt werden können. Im letzten Kapitel wird veranschaulicht, dass diese grundlegenden Eigenschaften der Röntgenstrahlung nicht nur graue Theorie sind, sondern dass ihr in der Industrie bei der Analyse von Materialien eine enorme Bedeutung zukommt.

Eine genauere Beschreibung aller Versuche ist aufgrund des vorgegebenen Umfangs unmöglich, weshalb sich diese Arbeit auf die jeweils wesentlichen Punkte beschränkt und die einzelnen Versuche so knapp wie möglich abhandelt.

## 7 Nachwort

Herzlicher Dank geht an Dr. Heribert Haas von der WACKER-Chemie AG für die Ermöglichung eines Praktikumnachmittages und an Herrn Michael Gerhardt, der mich so geduldig und für alle Fragen offen betreut und mir einige Schwierigkeiten und Probleme der Analytik an praktischen Beispielen nahegebracht hat. Der Besuch bei WACKER hat mir gezeigt, dass man eben nicht - wie oft vermutet - bei teuren Geräten eine Probe einlegt und innerhalb kürzester Zeit ein perfektes Ergebnis hat, sondern dass sehr viel Fachwissen von Nöten ist, um die Versuchsergebnisse richtig auszuwerten und zu interpretieren.

## 8 Bibliographie

### 8.1 Verwendete Literatur

#### Literatur

- [1] Kalvius/Luchner/Vonach: 4. Physik der Atome und Moleküle, Physik der Wärme. R.Oldenbourg Verlag GmbH München, 1. Auflage 1977, S. 139-163
- [2] Schpolski: E.W., Atomphysik Teil 1. VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften Berlin, 14. Auflage 1976, S. 85-112
- [3] Gerthsen, Christian: Physik: ein Lehrbuch zum Gebrauch neben Vorlesungen. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 16. Auflage 1977, S. 459-471
- [4] Meier-Kuckuk, Theo: Atomphysik. 3. überarb. u. erw. Auflage 1985, S. 175-180
- [5] Haken/Wolf: Atom- und Quantenphysik, Eine Einführung in die experimentellen und theoretischen Grundlagen. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 1. Auflage 1980, S. 275-286
- [6] LEYBOLD Handblätter Physik
- [7] Moseley, H.G.J., THE HIGH FREQUENCY SPECTRA OF THE ELEMENTS, 1913, Quelle: <http://dbhs.wvusd.k12.ca.us/webdocs/Chem-History/Moseley-article.html> (siehe Anhang 9.3)
- [8] Niedermair, Elke und Michael: LATEX, das Praxisbuch. FRANZIS Professional Series, 2. Auflage 2005

## **8.2 Bildnachweis**

**Abbildung 1:** [http://www.gesundheit.de/roche/pics/a33570.000-1\\_big.gif](http://www.gesundheit.de/roche/pics/a33570.000-1_big.gif) 4.12.2006

**Abbildung 2:** [5] S.280 Abbildung 18.8

**Abbildung 3:** <http://www.nrm.se/images/18.3a5a9cff999a1ae8000417/Cyklande+skelett.jpg>  
1.10.2006

**Abbildung 5:** [6] P6.3.2.2 Fig. 2

**Abbildung 20:** [6] P6.3.3.5 Fig. 1

**Abbildung 30:** überreicht von Herrn Gerhardt, WACKER-Chemie AG

Alle anderen Abbildungen wurden von mir selbst in Origin Pro 6.1 bzw. in Microsoft PowerPoint 2007 Beta 2 erzeugt.

## **9 Anhang**

### **9.1 Energietabelle**

### **9.2 Energieabhängigkeit des Schwächungskoeffizienten**

### **9.3 Veröffentlichung von Moseley**

### **9.4 Praktikumsbescheinigung Firma WACKER**