

## Energieaufgelöste Bragg-Reflexion in verschiedenen Beugungsordnungen

### Versuchsziele

- Demonstration der gleichzeitigen Beugung erster und höherer Ordnungen an einem Einkristall.
- Überprüfung des Verhältnisses der Energien der Röntgenstrahlen in unterschiedlichen Beugungsordnungen.
- Bestimmung des Netzebenenabstandes des NaCl-Kristalls.

### Grundlagen

Nach einer zuerst von W.H. und W.L. Bragg im Jahr 1913 vorgenommenen Betrachtung kann die regelmäßige Anordnung von Atomen in einem Kristall so interpretiert werden, dass sie auf parallel zueinander verlaufenden Netzebenen angeordnet sind (siehe auch LD Handblatt Physik P7.1.2.1).

Beim Eintreffen paralleler Röntgenstrahlen auf den Kristall werden diese an jedem Atom elastisch gestreut. Bei Erfüllung zweier Bedingungen interferieren die an den einzelnen Atomen gestreuten Wellen konstruktiv miteinander. Diese Bedingungen lauten:

Einfallswinkel  $\alpha_1 =$  Ausfallswinkel  $\alpha_2 = \alpha$

und

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin \alpha, \quad (I)$$

wobei  $d$  der Netzebenenabstand und die Beugungsordnung  $n$  eine ganze Zahl ist. Der Winkel  $\alpha$  wird relativ zu den Netzebenen genommen.

Zur Herleitung der Gl. (I) werden die an zwei Netzebenen gestreuten Strahlen betrachtet. In Fig. 1 (a) sind die einfallenden Strahlen mit 1 und 2 und die gestreuten mit 1' und 2' bezeichnet. Die Strahlen 1' und 2' interferieren miteinander konstruktiv, wenn der Gangunterschied  $\Delta L = AB + BC$  einem ganzzahligen Vielfachen der Wellenlänge entspricht. Da der Winkel  $\angle ADB = \angle BDC = \alpha$  ist, wird der Gangunterschied zu  $\Delta L = 2d \sin \alpha$ .

In Fig. 1 ist die Situation für drei Beugungsordnungen skizziert: Teilbild (a) entspricht der ersten Beugungsordnung  $\Delta L = 1 \cdot \lambda$ , Teilbild (b) der zweiten Beugungsordnung  $\Delta L = 2 \cdot \lambda$  und Teilbild (c) der dritten Beugungsordnung  $\Delta L = 3 \cdot \lambda$ .

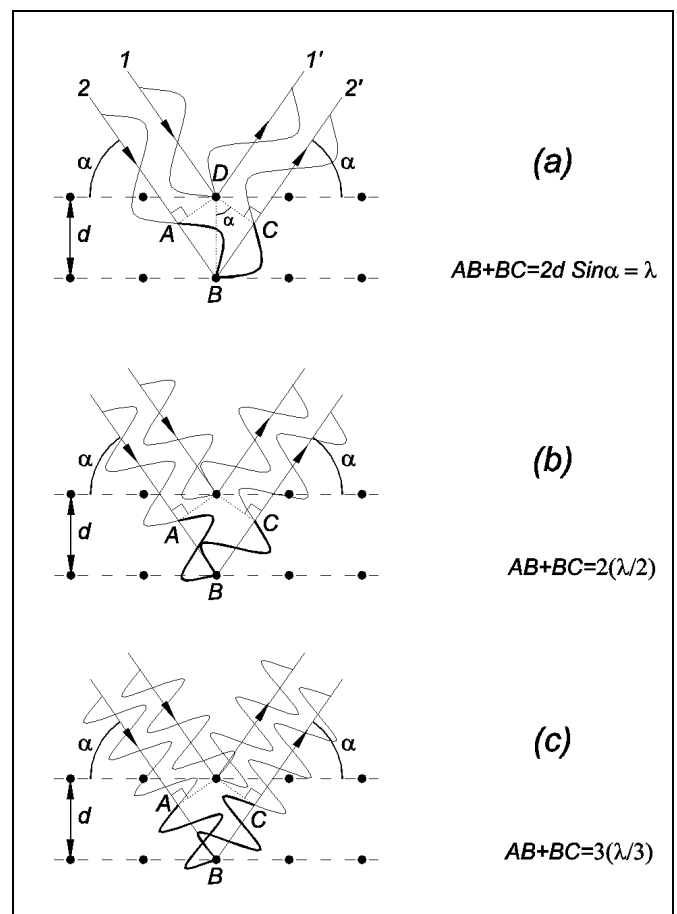


Fig. 1: Schematische Darstellung der Bragg-Reflexion und Herleitung der Bragg-Bedingung. (a): erste Beugungsordnung ( $n=1$ ); (b): zweite Beugungsordnung ( $n=2$ ); (c): dritte Beugungsordnung ( $n=3$ ).

Bei Aufnahme des Spektrums mit Hilfe eines energieauflösenden Detektors werden nicht die Wellenlängen, sondern die Energien erfasst. Dafür kann die Bragg-Bedingung Gl. (I) unter Berücksichtigung von  $E = h\nu = hc/\lambda$  wie folgt umgeschrieben werden:

$$E_n = n \frac{hc}{2d \sin \alpha} \quad (II)$$

Dabei ist  $E_n$  die Energie der in die Beugungsordnung  $n$  reflektierten Röntgenstrahlung. Es ist ersichtlich, dass bei festem Winkel  $\alpha$  die kleinste Energie  $E_1$  in der ersten Beugungsordnung auftritt. Das Verhältnis der Strahlungsenergie in der Beugungsordnung  $n$  zur Strahlungsenergie in der ersten Ordnung  $E_n/E_1 = n$  gibt die Beugungsordnung wieder.

Aus Gl. (II) folgt, dass das Verhältnis  $E_n/n$  für jede Netzebenenchar konstant ist:

$$\frac{E_n}{n} = \frac{hc}{2d \sin \alpha} \approx \frac{620 \text{ pm} \cdot \text{keV}}{d \sin \alpha} \quad (III)$$

Mit Hilfe dieser Gleichung kann aus den gemessenen Energien der Netzebenenabstand  $d$  berechnet werden.

### Geräte

1 Röntgengerät mit Goniometer	554 800/11
1 Röntgenröhre Cu	554 85/ 862
1 Röntgenenergiedetektor	559 938
1 Sensor-CASSY	524 010
1 VKA-Box	524 058
1 CASSY Lab	524 200
1 BNC Kabel, 1 m	501 02
1 PC mit Windows 98 - Vista	

Das Röntgengerät erfüllt die Vorschriften über die Bauart einer Schulröntgeneinrichtung und eines Vollschutzgeräts und ist als Schulröntgengerät und Vollschutzgerät bauartzugelassen.

Durch die werksseitig eingebauten Schutz- und Abschirmvorrichtungen ist die Dosisleistung außerhalb des Röntgengeräts auf unter  $1 \mu\text{Sv/h}$  reduziert, einen Wert, der in der Größenordnung der natürlichen Strahlenbelastung liegt.

■ Vor der Inbetriebnahme das Röntgengerät auf Unversehrtheit überprüfen (siehe Gebrauchsanweisung zum Röntgengerät).

■ Röntgengerät vor dem Zugriff Unbefugter schützen.

Eine Überhitzung der Anode in der Röntgenröhre ist zu vermeiden.

■ Bei Einschalten des Röntgengeräts überprüfen, ob sich der Lüfter im Röhrenraum dreht.

Das Goniometer wird ausschließlich über elektrische Schrittmotoren verstellt.

■ Targetarm und Sensorarm des Goniometers nicht blockieren und nicht mit Gewalt verstellen.

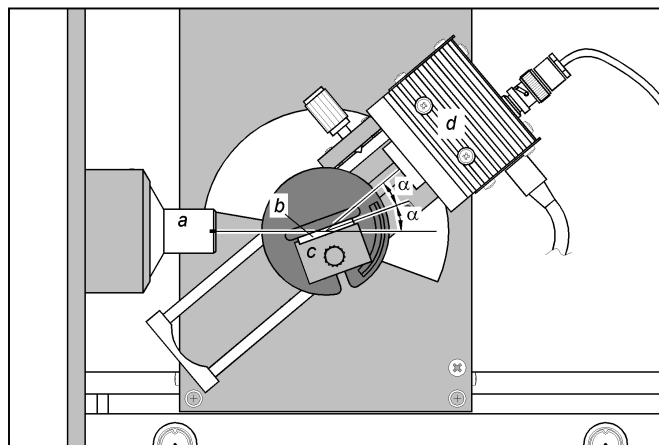


Fig. 2: Aufbau des Experimentes: a – Kollimator, b – NaCl-Kristall, c – Targettisch, d – Detektor.

### Aufbau


Der Versuchsaufbau ist in Fig. 2 dargestellt.

- Ggf. die Röntgenröhre Mo gegen die Röntgenröhre Cu austauschen (siehe Gebrauchsanweisung zum Röntgengerät).
- Anschlusskabel des Tischnetzgerätes durch den Leerkanal des Röntgengerätes führen und an die Mini-DIN-Buchse des Röntgenenergiedetektors anschließen.
- Sensorhalter mit montiertem Röntgenenergiedetektor im Sensorarm des Goniometers befestigen.
- Signalausgang des Röntgenenergiedetektors mittels mitgeliefertem BNC-Kabel an die BNC-Buchse SIGNAL IN des Röntgengerätes anschließen.
- Anschlusskabel soweit nachführen, dass ein vollständiger Schwenk des Sensorarmes möglich ist.
- Sensor-CASSY an Computer anschließen und VKA-Box aufstecken.
- Ausgang SIGNAL OUT im Anschlussfeld des Röntgengerätes mittels BNC-Kabel mit VKA-Box verbinden.
- Abstände zwischen Spaltblende des Kollimators und Drehachse sowie zwischen Drehachse und Eintrittsöffnung des Röntgenenergiedetektors jeweils auf 5-6 cm einstellen.
- NaCl-Kristall aus dem Lieferumfang des Röntgengerätes auf den Targettisch legen und vorsichtig einspannen.
- Taster COUPLED drücken und den Targetwinkel mit Dreheinsteller ADJUST von Hand auf  $4,5^\circ$  stellen.

### Hinweis:

Für das Experiment wird die Röntgenröhre Cu eingesetzt, weil sie dank des dünneren Fensters die Strahlung in einem weitem Energiebereich liefert: ca. 5 bis 35 keV bei der Hochspannung 35 kV. Die Kristallwinkel sind so gewählt, dass nur die Bremsstrahlung und nicht die charakteristischen Linien am Kristall reflektiert werden. Anderenfalls kann die viel größere Intensität in der charakteristischen Linie die Intensitätsverhältnisse verschiedener Beugungsordnungen erheblich verfälschen.

## Durchführung

- Tischnetzgerät ans Netz anschließen (nach ca. 2 min leuchtet die Leuchtdiode des Röntgenenergie-detektors „grün“ und er ist betriebsbereit).
- CASSY Lab aufrufen und die Messparameter „Vielkanalmessung, 256 Kanäle, negative Pulse, Verstärkung = -2,5, Messdauer = 120 s“ einstellen.
- Röhren-Hochspannung  $U = 35$  kV, Emissionsstrom  $I = 1$  mA einstellen und Hochspannung einschalten.
- Kalibrierspektrum aufnehmen (Spektrumaufnahme mit  oder Taste F9 starten).
- Emissionsstrom  $I = 0,4$  mA einstellen.
- Spektren für die Targetwinkel  $5^\circ$ ,  $10^\circ$ ,  $15^\circ$  und  $20^\circ$  aufnehmen.
- Gesamte Messung unter einem passenden Namen speichern.

## Messbeispiel

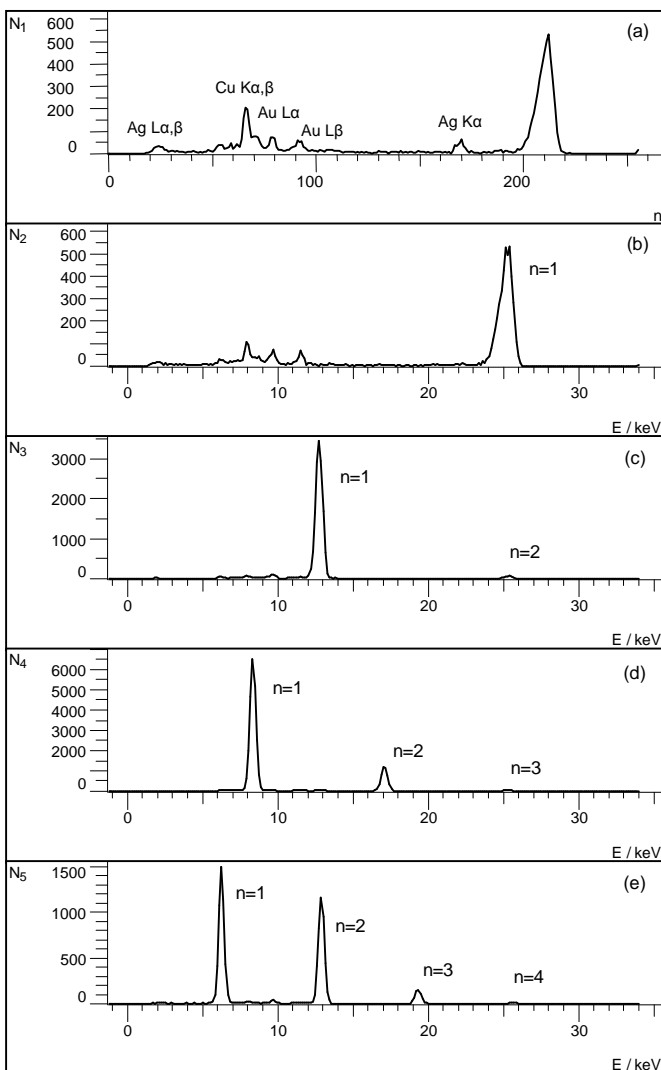


Fig. 3: Spektren der in der Bragg-Anordnung reflektierten Röntgenstrahlen. Teilbild (a): Kristallwinkel  $\alpha=4,5^\circ$ ; (b):  $5^\circ$ ; (c):  $10^\circ$ ; (d):  $15^\circ$ ; (e):  $20^\circ$ . Die Beugungsordnungen sind beschriftet.

Fig. 3 zeigt die Röntgenspektren, die in der Bragg-Anordnung bei den Kristallwinkeln  $\alpha=4,5^\circ$ ,  $5^\circ$ ,  $10^\circ$ ,  $15^\circ$  und  $20^\circ$  aufgenommen wurden. Es ist ersichtlich, dass außer der 1. Beugungsordnung (der Peak mit der kleinsten Energie) auch die höheren Beugungsordnungen im Spektrum präsent sind. Die kleinen Peaks bei  $E=9,7$  keV,  $11,4$  keV und  $22,2$  keV sind durch die Fluoreszenz des Gehäuses ( $Au$   $L\alpha$ ,  $L\beta$  bzw.  $Ag$   $K\alpha$ ) und bei  $E=8,1$  keV durch die Streuung der  $Cu$   $K\alpha$ -Linie aus dem Primärspektrum der Röntgenröhre verursacht.

## Auswertung und Ergebnisse

### a) Energiekalibrierung der Spektren

Die zu messende Röntgenstrahlung erzeugt im Gehäuse der Si-PIN-Photodiode des Röntgenenergie-detektors zusätzlich Röntgenfluoreszenzstrahlung, die ebenfalls registriert wird. Im Primärspektrum sind daher neben den Peaks der reflektierten Strahlung auch die Gold ( $Au$ )- und die Silber ( $Ag$ )-Linien zu erwarten (siehe Fig. 3 a). Mit Hilfe dieser Linien kann die Energiekalibrierung der Spektren durchgeführt werden.

- Spektrum N1 auswählen.
- Mit Alt+E das Dialogfenster „Energiekalibrierung“ öffnen, „globale Energiekalibrierung“ wählen und die Energien der  $Au$   $L\alpha$ - ( $9,71$  keV) und der  $Ag$   $K\alpha$ -Linie ( $22,16$  keV) eintragen.
- Im Popup-Menü des Diagrammfensters den Menüpunkt „Weitere Auswertungen“  $\rightarrow$  „Peakschwerpunkt berechnen“ auswählen, die  $Au$   $L\alpha$ -Linie markieren und das Ergebnis in das Dialogfenster „Energiekalibrierung“ eintragen.
- Anschließend den Schwerpunkt der  $Ag$   $K\alpha$ -Linie bestimmen und eintragen.

#### Hinweis:

Um die K-Linien von Silber im Gehäusematerial anzuregen, muss die Energie der Primärstrahlung die K-Kante von Silber ( $25,52$  keV) überschreiten. Aus diesem Grund wird die Energiekalibrierung am Spektrum mit  $\alpha=4,5^\circ$  durchgeführt.

### b) Bestätigung des Peakursprungs

Zur Bestätigung, dass die Peaks in Fig. 3 zu den verschiedenen Ordnungen bei Beugung an der gleichen Netzebenen-schar gehören, müssen Verhältnisse der Peakenergien analysiert werden.

#### Bestimmung der Energie als Funktion des Streuwinkels:

- Energiespektrum auswählen.
- Im Popup-Menü des Diagrammfensters den Menüpunkt „Weitere Auswertungen“  $\rightarrow$  „Peakschwerpunkt berechnen“ aufrufen und den Bereich des gewünschten Peaks markieren.
- Ermittelten Peaksschwerpunkt und zugehörige Beugungsordnung in eine Tabelle eintragen (siehe Tab. 1).

Tab. 1: Energien  $E_n$  für verschiedene Kristallwinkel  $\alpha$  und Beugungsordnungen  $n$ 

$\alpha$	$E_n$			
	$n = 1$	$n = 2$	$n = 3$	$n = 4$
5°	25,13 keV $E_n / E_1 = 1$			
10°	12,72 keV $E_n / E_1 = 1$	25,35 keV $E_n / E_1 = 1,99$		
15°	8,33 keV $E_n / E_1 = 1$	17,07 keV $E_n / E_1 = 2,05$	25,34 keV $E_n / E_1 = 3,04$	
20°	6,25 keV $E_n / E_1 = 1$	12,87 keV $E_n / E_1 = 2,06$	19,30 keV $E_n / E_1 = 3,09$	25,63 keV $E_n / E_1 = 4,10$

In Tab. 1 sind zusätzlich die Verhältnisse  $E_n / E_1$  der Strahlungsenergie in der Beugungsordnung  $n$  zur Strahlungsenergie in der ersten Ordnung angegeben. Sie haben annähernd ganzzahlige Werte, was unter Berücksichtigung der Gl. (II) die Annahme bestätigt, dass sie zu verschiedenen Ordnungen bei der Beugung an der gleichen Netzebenenschar gehören.

### c) Bestimmung des Netzebenenabstandes

Aus dem Verhältnis  $E_n / n$  kann nach Gl. (III) der Netzebenenabstand  $d$  des verwendeten NaCl-Kristalls ermittelt werden.

Tab. 2: Zahlenbeispiel zur Ermittlung des Netzebenenabstandes  $d$  nach Gl. (III)

$\alpha$	$E_n / n, \text{ keV}$				$\langle E_n / n \rangle,$ keV	$d,$ pm
	$n = 1$	$n = 2$	$n = 3$	$n = 4$		
5°	25,13				25,13	283
10°	12,72	12,67			12,69	281
15°	8,33	8,53	8,45		8,44	284
20°	6,25	6,43	6,43	6,41	6,38	284

Die in Tab. 2 angegebenen Werte für  $d$  sind für jeden Kristallwinkel aus den gemittelten Werten  $\langle E_n / n \rangle$  entsprechend Tab. 1 ausgerechnet. Es ist ersichtlich, dass die Beugung bei allen Winkeln an einer Netzebenenschar mit dem Abstand  $d \approx 280$  pm beobachtet wurde. Der Vergleich mit den Literaturdaten für NaCl (Gitterkonstante  $a_{\text{NaCl}} = 564,0$  pm) zeigt, dass es sich hier um die Beugung an den (200)-Netzebenen handelt ( $d_{200} = a_{\text{NaCl}} / 2 = 282$  pm).

### Zusatzinformationen

Bei der Bragg-Aufnahme mit einem Geiger-Müller-Zählrohr als Detektor werden die Photonen, die in verschiedenen Beugungsordnungen reflektiert wurden, *gemeinsam* gezählt. Ein so aufgenommenes Spektrum ist also eine Zusammensetzung von mehreren Komponenten, die nicht einfach voneinander getrennt werden können. Aus dem Teilbild (e) in Fig. 3 ist besonders klar sichtbar, wie falsch die Aussage über die Intensität der Strahlung ist, wenn man sich nur an die erste Beugungsordnung orientieren würde und das Vorhandensein höherer Beugungsordnungen vernachlässigen würde.