

# Röntgenbeugung (RBE)

## Fortgeschrittenen Praktikum, SS 2008

Alexander Seizinger, Michael Ziller, Philipp Buchegger, Tobias Müller  
Betreuer: Prof. Jörg Ihringer

Tübingen, den 15. Juli 2008

## 1 Theorie

### 1.1 Erzeugung von Röntgenstrahlung

Bei der Entstehung von Röntgenstrahlung muss zwischen zwei verschiedenen Prozessen unterschieden werden:

- **Bremsstrahlung:** Werden schnelle Elektronen in Materie abgebremst, so kommt es zur Emission von elektromagnetischer Strahlung. Es ergibt sich ein **kontinuierliches Spektrum**, wobei die maximale Energie der Photonen (von quantenmechanischen Effekten bedingt durch die Energie-Zeit-Unschärfe abgesehen) der kinetischen Energie der Elektronen entspricht.
- **Elektronenübergänge:** Geht ein Elektron in einen weniger angeregten Zustand über wird ein Photon der Wellenlänge, die der Energiedifferenz der Zustände entspricht, emittiert. Wie aus jeder Quantenmechanik Vorlesung bekannt sind die Energien der Zustände diskret, das resultierende Spektrum (von Effekten, die eine Linienverbreiterung bewirken abgesehen) also ein **Linienpektrum**.

Beide Effekte nutzt man zur Erzeugung von Röntgenstrahlung in einer **Röntgenröhre**. Von einer **Glühkathode** emittierte Elektronen werden durch die angelegte Hochspannung zur Anode beschleunigt. Nach dem Auftreffen auf die Anode werden die schnellen Elektronen einerseits vom Anodenmaterial abgebremst, andererseits schlagen sie gebundene Elektronen aus den Atomen des Anodenmaterials heraus. Diese beiden Prozesse sind wie oben beschrieben für die Entstehung der Röntgenstrahlung verantwortlich. Um vorzeitige Kollisionen mit Luftmolekülen zu verhindern befindet sich der gesamte Aufbau im Vakuum.

Da nur ein kleiner Prozentsatz der Energie, die Elektronen nach dem Auftreffen auf die Anode verlieren, tatsächlich in Röntgenphotonen umgewandelt wird, heizt sich die Anode sehr schnell auf. Während des Betriebs ist also eine zuverlässige Kühlung zwingend notwendig. Die in diesem Versuch verwendete Röntgenröhre benötigte am Versuchstag rund  $1\text{m}^3$  Kühlwasser.



Abbildung 1: Versuchsaufbau

## 1.2 Beugung am Gitter

Das hier untersuchte Beugungsphänomen tritt bei der Wechselwirkung von Röntgenstrahlung mit periodischen Strukturen auf. Die Röntgenstrahlung wird dabei elastisch an einem Gitter gestreut. Weit entfernt von der Wechselwirkungszone kann die Röntgenstrahlung als Ebene Welle beschrieben werden:

$$u(\mathbf{r}, t) = u_0 e^{i(2\pi \mathbf{r} \mathbf{k} - \omega t + \phi_0)} \quad (1)$$

Hier bezeichnet  $\mathbf{r}$  den Ortsvektor,  $\mathbf{k}$  den Wellenvektor,  $u_0$  die Amplitude,  $\omega$  die Kreisfrequenz und  $\phi$  die Phase der Welle. Bei der Beugung einer Welle an zwei eindimensionalen Streuern ist der Phasenunterschied  $\phi$  zwischen den vom ersten und vom zweiten Streuzentrum ausgehenden Wellen gegeben durch:

$$\phi = k_1 \cdot r \cos \beta_1 - k_0 \cdot r \cos \beta_0 = (\mathbf{k}_1 - \mathbf{k}_0) \cdot \mathbf{r} \quad (2)$$

Hier bezeichnet  $k_1$  den Wellenvektor der auslaufenden,  $k_0$  den der einlaufenden Welle. Für die Winkelbezeichnungen siehe (Abb. 1).

Für die Gesamtamplitude weit weg vom Streuzentrum gilt:

$$U = 1 + e^{2\pi i(\mathbf{k}_1 - \mathbf{k}_0) \mathbf{r}} \quad (3)$$

Sie wird genau dann maximal, wenn gilt  $(\mathbf{k}_1 - \mathbf{k}_0) \mathbf{r} = n$ , mit  $n$  ganzzahlig. Bezeichnet  $\theta$  den halben Winkel zwischen  $\mathbf{k}_1$  und  $\mathbf{k}_0$  und geht man von elastischer Streuung aus, so folgt die Bragg'sche Gleichung als für maximale Amplitude der gestreuten Welle:

$$\frac{2 \sin \theta}{|\mathbf{h}|} = \lambda \quad (4)$$

Mit  $\mathbf{h} = \mathbf{k}_1 - \mathbf{k}_0$ . Nimmt man als Basis für den Ortsraum die Vektoren  $\mathbf{a}_1, \mathbf{a}_2, \mathbf{a}_3$  an, und legt den Vektor  $\mathbf{a}_1 = \mathbf{r}$  in Richtung der Verbindung zwischen zwei Streuzentren, so lässt sich die Bedingung maximaler Intensität leicht auf eine periodische Struktur verallgemeinern. Der Abstand zwischen benachbarten Gitterplätzen sei also konstant. Dann gilt wieder für die Amplitude:

$$U(\mathbf{h}) = \sum_{\mu=0}^N e^{2\pi i \mu \mathbf{h} \mathbf{a}_1} \quad (5)$$

Diese wird maximal für  $\mathbf{h} \mathbf{a}_1 = n$ . Wählt man die Basis des reziproken Raumes  $\mathbf{h} = h_1 \mathbf{a}_1^* + h_2 \mathbf{a}_2^* + h_3 \mathbf{a}_3^*$  und  $\mathbf{a}_k \cdot \mathbf{a}_l^* = \delta_{kl}$ , folgt:  $h_1 = n$  und für die Amplitude:

$$A(\mathbf{h}) = \sum_{\mu}^N e^{2\pi i \mu h_1} = \frac{\sin(\pi(N+1)h_1)}{\sin \pi h_1} \quad (6)$$

Im Fall eines dreidimensionalen Gitters ergibt sich ein analoges Resultat. Hier müssen alle drei Komponenten des Streuvektors ganzzahlige Werte annehmen. Um maximale Intensität zu erhalten müssen die Laue-Bedingungen erfüllt sein:

$$\mathbf{h}\mathbf{a}_1 = h$$

$$\mathbf{h}\mathbf{a}_2 = k$$

$$\mathbf{h}\mathbf{a}_3 = l$$

Für den Betrag eines reziproken Gittervektors mit ganzzahligen Koeffizienten gilt:

$$|\mathbf{h}| = \frac{1}{a} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \quad (7)$$

Mit der Gitterkonstanten  $a$ . Die Braggsche-Gleichung für den 3-D Fall lautet dann:

$$2a \sin \theta = N\lambda \quad (8)$$

Mit  $N = h + k + l$  aufsteigend und ganzzahlig. Neben diesen Größen spielt der geometrische Strukturfaktor des Gitters eine große Rolle, da an diesem erkennbar wird, unter welchen Bedingungen ein Reflex aufgrund der Beugung an einzelnen Atomen ausgelöscht wird. Der geometrische Strukturfaktor einer Elementarzelle des Gitters ist gegeben durch die Fourier-Transformierte des Inhalts einer einzelnen Zelle:

$$F(h, k, l) = \sum_{\nu}^N f_{\nu} e^{2\pi i(hx_{\nu} + ky_{\nu} + lz_{\nu})} \quad (9)$$

Wobei der atomare Strukturfaktor  $f_{\nu}$  durch die Fouriertransformierte der Elektronendichteverteilung eines einzelnen Atoms gegeben ist. Die Anzahl der Atome pro Einheitszelle ist abhängig vom Gittertyp. Das *fcc* Gitter besitzt 2, das *bcc* vier Atome pro Elementarzelle.

## 2 Versuchsdurchführung

Wir vermessen die Beugung von 3 stäbchenförmigen Pulverproben, Wolfram, Kupfer und Eisen. Das verläuft im einzelnen so: Zunächst muss der Probendraht gerade gebogen werden, da dieser während der Messung gedreht wird, um möglichst vielen Körnern die Möglichkeit zur Beugung zu geben. Dazu wird die Probe in eine Drehbare Vorrichtung namens Goniometer eingesetzt, mit der man durch Justierschrauben unter einem Vergrößerungsglas die Probe so verstellt, dass sie sich bei einer Drehung um die Längsachse maximal um ihren eigenen Durchmesser bewegt.

Nun wird in der Dunkelkammer bei Rotlicht die Kammer mit dem Probe und dem Film bestückt und vorsichtig zusammengebaut. Dieser Schritt ist zeitaufwendiger als er klingt, da die Augen sich erst einige Minuten an die Dunkelheit gewöhnen müssen.

Da die Röntgenröhre mit einer Spannung von 40kV und einem Strom von 30mA betrieben wird, was zu einer Leistung von 1.2kW führt, muss sie permanent mit Wasser gekühlt werden.

Nachdem die Probe mit Kammer eingesetzt wurde, der Röntgenstahl lange genug auf sie gerichtet wurde, wird der Film wieder ausgebaut und entwickelt, sowie fixiert. Nachdem er getrocknet ist, kann man mit einem Präzisions-Maßstab die Beugungs-Maxima ablesen.

### 3 Auswertung

Im Praktikum wurde zusammen die Strukturfaktoren für bcc- und fcc-Gitter bis zu  $N = 16$  berechnet. Dazu setzt man die möglichen h-k-l Kombinationen in die Formeln

$$F_{\text{bcc}} = 1 + e^{i\pi(h+k+l)} = 1 + (-1)^{h+k+l}$$

$$F_{\text{fcc}} = 1 + e^{i\pi(h+k)} + e^{i\pi(k+l)} + e^{i\pi(l+h)} = 1 + (-1)^{h+k} + (-1)^{k+l} + (-1)^{l+h}$$

ein und schaut ob das Maximum vorhanden ist ( $F \neq 0$ ) oder ausfällt ( $F = 0$ ). Wir erhalten damit

N	h	k	l	$F_{\text{bcc}}$	$F_{\text{fcc}}$
0	0	0	0	+	+
1	1	0	0	-	-
2	1	1	0	+	-
3	1	1	1	-	+
4	2	0	0	+	+
5	2	1	0	-	-
6	2	1	2	+	-
7	-	-	-		
8	2	2	0	+	+
9	2	2	1	-	-
10	3	1	0	+	-
11	3	1	1	-	+
12	2	2	2	+	+
13	3	2	0	-	-
14	3	2	1	+	-
15	-	-	-		
16	4	0	0	+	+

Da unsere Röntgenröhre eine Anode aus Wolfram besitzt und die Röntgenstrahlung bei dieser fast ausschließlich durch die  $k_{\alpha}$ -Linie verursacht wird, haben wir eine quasi-monochromatische Röntgenquelle mit

$$\lambda = \frac{hc}{E} = \frac{6.6260693 \cdot 10^{-34} \text{kgm}^2/\text{s} \cdot 299792458 \text{m/s}}{8.0481445 \text{keV}} = 1.5405371106 \cdot 10^{-10} \text{m}$$

Aus dem Muster der ausfallenden Maxima läßt sich nun der Gittertyp der Probe bestimmen und anschließend mit

$$\sin^2 \theta = \frac{\lambda^2}{4a^2} N$$

die Gitterkonstante  $a$  berechnen. Den Mittelwerte errechnen wir durch Gewichtung der Einzelmessungen mit dem Faktor  $\frac{1}{\sigma_a^2}$ .

#### 3.1 Wolfram-Probe

Das Muster läßt vermuten, das es sich um ein bcc-Gitter handelt. Damit erhalten wir aus den Messwerten

$2\theta$ [°]	$\theta$ [rad]	$N$	$a$ [ $10^{-10}\text{m}$ ]
$40.25 \pm 0.25$	$0.3515 \pm 0.0022$	2	$3.1660 \pm 0.0188$
$58.75 \pm 0.25$	$0.5127 \pm 0.0022$	4	$3.1406 \pm 0.0122$
$73.25 \pm 0.25$	$0.6392 \pm 0.0022$	6	$3.1627 \pm 0.0093$
$87.00 \pm 0.25$	$0.7592 \pm 0.0022$	8	$3.1650 \pm 0.0073$
$100.75 \pm 0.25$	$0.8792 \pm 0.0022$	10	$3.1624 \pm 0.0057$
$116.25 \pm 0.25$	$1.0145 \pm 0.0022$	12	$3.1421 \pm 0.0043$
$131.50 \pm 0.25$	$1.1447 \pm 0.0022$	14	$3.1610 \pm 0.0031$
$154.00 \pm 0.25$	$1.3439 \pm 0.0022$	16	$3.1621 \pm 0.0016$

und damit im Mittel

$$\bar{a}_{\text{Wolfram}} = (3.160065 \pm 0.002288) \cdot 10^{-10}\text{m}$$

was nur leicht vom Literaturwert von  $3.161 \cdot 10^{-10}\text{m}$  abweicht.

### 3.2 Kupfer-Probe

Im Gegensatz zum Wolfram muss hier ein fcc-Gitter vorliegen. Damit erhalten wir aus den Messwerten

$2\theta$ [°]	$\theta$ [rad]	$N$	$a$ [ $10^{-10}\text{m}$ ]
$44.00 \pm 0.25$	$0.3515 \pm 0.0022$	3	$3.5615 \pm 0.0192$
$50.50 \pm 0.25$	$0.5127 \pm 0.0022$	4	$3.6115 \pm 0.0167$
$74.25 \pm 0.25$	$0.6392 \pm 0.0022$	8	$3.6097 \pm 0.0104$
$91.00 \pm 0.25$	$0.7592 \pm 0.0022$	11	$3.5818 \pm 0.0077$
$95.25 \pm 0.25$	$0.7592 \pm 0.0022$	12	$3.6119 \pm 0.0072$
$116.75 \pm 0.25$	$0.8792 \pm 0.0022$	16	$3.6184 \pm 0.0049$
$136.50 \pm 0.25$	$1.0145 \pm 0.0022$	19	$3.6149 \pm 0.0031$
$145.25 \pm 0.25$	$1.1447 \pm 0.0022$	20	$3.6094 \pm 0.0025$

und damit im Mittel

$$\bar{a}_{\text{Kupfer}} = (3.610513 \pm 0.003170) \cdot 10^{-10}\text{m}$$

was nur leicht vom Literaturwert von  $3.615 \cdot 10^{-10}\text{m}$  abweicht.

### 3.3 Eisen-Probe

Bei nur 2 sichtbaren Messwerten ist es schwierig sich auf die Gitterart festzulegen. Da die Literatur aber ein bcc-Gitter bei Raumtemperatur erwartet, kann es sich nur um  $N = 2$  und  $N = 6$  Linien des bcc-Gitters handeln. Damit erhalten wir

$2\theta$ [°]	$\theta$ [rad]	$N$	$a$ [ $10^{-10}\text{m}$ ]
$44.50 \pm 0.25$	$0.3883 \pm 0.0022$	2	$2.8769 \pm 0.0153$
$82.00 \pm 0.25$	$0.7156 \pm 0.0022$	6	$2.8759 \pm 0.0072$

und damit im Mittel

$$\bar{a}_{\text{Eisen}} = (2.876082 \pm 0.000372) \cdot 10^{-10} \text{m}$$

was nur leicht vom Literaturwert von  $2.866 \cdot 10^{-10} \text{m}$  abweicht.