



FAKULTÄT FÜR PHYSIK
PHYSIKALISCHES PRAKTIKUM FÜR FORTGESCHRITTENE
PRAKTIKUM MODERNE PHYSIK

Gruppe Nr. 110

Kurs: **Mo**

WS 2012 / 2013

Versuch: Materialanalyse mit Röntgenstrahlen (MAX)

Namen: Fleig, Georg

Krause, Marcel

Assistent: Kittler, Wolfram

durchgeführt am: 05.11.2012

Protokollabgabe am: _____

Note gesamt

+

-

0

Datum: _____

anerkannt: _____

Bemerkung:

Physikalisches Fortgeschrittenenpraktikum

P3

Versuch:

Materialanalyse mit Röntgenstrahlen (MAX)

aus dem Teilgebiet

Atomphysik

Versuchsprotokoll

von

Georg Fleig (georg@leech.it)

Marcel Krause (mrrrc@leech.it)

Gruppe: **110**

Datum der Versuchsdurchführung:

05.11.12

I. Vorbereitung

Vorwort

In den folgenden Versuchen werden wir Materialanalysen mit Röntgenstrahlen durchführen. Mit Hilfe dieser lässt sich beispielsweise die Zusammensetzung von Werkstoffen bestimmen, oder auch der Koffeininhalt bei einer Gepäckkontrolle am Flughafen. Neben den Grundlagen der Materialanalyse werden wir uns auch mit den Themen Energieauflösung, quantitative und qualitative Fluoreszenzanalyse und der Schichtdickenbestimmung beschäftigen. Um den Versuch erfolgreich durchzuführen werden zunächst einige theoretische Grundlagen behandelt.

Theoretische Grundlagen

Bohrsches Atommodell

Niels Bohr schuf 1913 die Theorie eines neuen Atomaufbaus und stellte dabei drei Postulate auf, welche teilweise der klassischen Elektrodynamik und Mechanik widersprachen. Mit Hilfe dieser drei Postulate können die Spektrallinien des Wasserstoffatoms erklärt werden. Für Atome mit mehreren Elektronen reichen die Bohrschen Postulate nicht aus, um exakte Ergebnisse zu erhalten. Hier muss auf eine quantenmechanische Betrachtung zurückgegriffen werden.

- **1. Bohrsches Postulat:** Die Elektronen im Atom bewegen sich auf diskreten Kreisbahnen mit den Energien E_n . Vergleichbar ist dies mit der Planetenbewegung um die Sonne. Es herrscht ein Kräftegleichgewicht zwischen Coulomb- und Zentripetalkraft, durch welches die diskreten Bahnradien des Elektrons um den Atomkern berechnet werden können:

$$r_n = \frac{h^2 \cdot \epsilon_0}{e^2 \cdot m_e \cdot \pi} \cdot n^2 \quad (1)$$

Daraus ergeben sich die **atomaren Energieniveaus** E_n im Wasserstoffatom:

$$E_n = -\frac{m_e \cdot e^4}{8 \cdot \epsilon_0^2 \cdot h^2} \cdot \frac{1}{n^2} = -h \cdot c \cdot R_\infty \cdot \frac{1}{n^2} = -13,6 \text{ eV} \cdot \frac{1}{n^2} \quad (2)$$

Wobei R_∞ die **Rydberg-Konstante** ist, welche folgendermaßen definiert ist [2]:

$$R_\infty = \frac{m_e \cdot e^4}{8 \cdot c \cdot \epsilon_0^2 \cdot h^3} = 10973731,568539(55) \frac{1}{\text{m}} \quad (3)$$

Auf den stationären Bahnen verliert das Elektron keine Energie, da es keine elektromagnetischen Wellen erzeugt. Dies steht im Widerspruch zum klassischen Modell, nach welchem jedes beschleunigte Teilchen Strahlung emittiert.

- **2. Bohrsches Postulat:** Ein Elektron emittiert beim Wechsel zwischen den einzelnen Energieniveaus ein Photon, dessen Energie der Differenz der beiden Energieniveaus entspricht. So ergibt sich für die Frequenz des emittierten Photons:

$$\nu = \frac{E_a - E_e}{h} = \frac{-13,6 \text{ eV}}{h} \cdot \left(\frac{1}{n_a^2} - \frac{1}{n_e^2} \right) \quad (4)$$

- **3. Bohrsches Postulat:** Auch der Drehimpuls eines Elektrons kann nur diskrete Werte annehmen, die wieder durch die Quantenzahl n bestimmt sind:

$$L = n\hbar \quad (5)$$

Röntgenstrahlung

Als Röntgenstrahlung bezeichnet man diejenige Strahlung, die aus Photonen mit Energien zwischen 100 eV und einigen MeV besteht.

Erzeugung von Röntgenstrahlung

Röntgenstrahlung lässt sich beispielsweise mit einer Röntgenröhre erzeugen. Von einer beheizten Glüh-

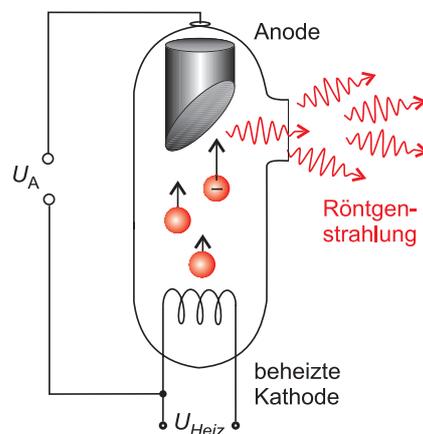


Abbildung 1: Röntgenröhre (Quelle: [1])

kathode werden Elektronen emittiert und durch das elektrische Feld zwischen ihr und einer Anode beschleunigt. Beim Auftreffen auf die schrägliegende Anode kommen zwei Effekte zum Tragen, welche Röntgenstrahlung erzeugen:

- Die sehr schnellen Elektronen werden durch die Anode abgebremst und abgelenkt. Dabei senden sie kontinuierliche **Bremsstrahlung** aus.

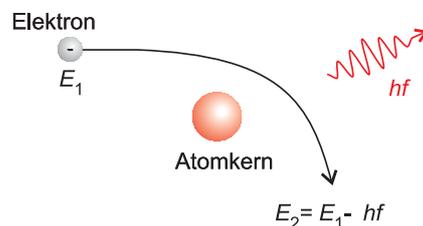


Abbildung 2: Erzeugung von Bremsstrahlung (Quelle: [1])

- Beim Auftreffen von Elektronen auf das Anodenmaterial werden fest gebundene Elektronen aus einem Anodenatom herausgelöst, es kommt zur Ionisation. Dies passiert überwiegend mit Elektronen auf niedrigen Energieniveaus n . Das so entstandene Loch wird durch ein Elektron höherer

Energie (Niveau m) aufgefüllt. Dieses sendet dabei ein Röntgenquant diskreter Wellenlänge aus. Man spricht dabei von **charakteristischer Röntgenstrahlung**. Die Quanten besitzen dabei die Energie:

$$E = h \cdot \nu = E_n - E_m \quad (6)$$

Je nachdem, von welcher Ausgangsschale und in welche Endschale das Elektron fällt, werden verschiedene charakteristische Photonen emittiert. Von der K -Linie spricht man, wenn ein Elektron aus einer höheren Schale in die K -Schale fällt. Der Index α, β, γ , etc. gibt an, wie weit die Ausgangsschale entfernt ist. Die K_α -Linie entsteht beispielsweise beim Herabfallen eines Elektrons von der L -Schale in die K -Schale.

Nur etwa 1% der eintreffenden Energie wird zu Röntgenstrahlung umgewandelt, der übrige Teil trägt zur Erwärmung des Systems bei. Die Peaks charakteristischer Strahlung überwiegen in der Intensität gegenüber der Bremsstrahlung, welche als kontinuierlicher Untergrund vorhanden ist.

Absorption von Röntgenstrahlung

Im Allgemeinen betrachtet man drei Effekte, welche zur Absorption von Röntgenstrahlen beitragen. In welcher Kombination diese Effekte auftreten, hängt vom verwendeten Absorbermaterial ab.

- **Comptoneffekt:** Trifft ein Photon auf ein schwach gebundenes Elektron eines Atoms, so wird durch einen elastischen Stoß ein Teil seines Impulses und seiner Energie auf dieses Elektron übertragen. Das ursprüngliche Photon wird dabei gestreut. Da bei diesem Prozess das Elektron die Atomhülle verlässt, wird das Atom ionisiert. Der Energieverlust des gestreuten Photons führt zu einer Frequenzänderung. Je nach Streuwinkel verändert sich dieser Energieübertrag an das Photon. Durch eine Streuung um 180° wird der Übertrag maximal.
- **Photoeffekt:** Auch beim Photoeffekt erfolgt die Wechselwirkung einfallender Photonen mit der Atomhülle. Das Photon wird quasi von einem Elektron verschluckt. Es kommt zum vollständigen Energieübertrag an das Elektron, wodurch es aus seiner Bindung mit dem Atomkern gelöst wird und das Atom verlässt. Damit dieser Vorgang stattfinden kann, muss die Energie E_γ des einfallenden Photons größer sein als die Bindungsenergie E_b des Elektrons. Je nachdem, in welcher Elektronenschale sich das Elektron befindet, ist diese Bindungsenergie unterschiedlich. Bevorzugt werden Elektronen aus den beiden innersten Schalen herausgelöst. Die kinetische Energie des emittierten Elektrons lässt sich einfach mit folgender Beziehung berechnen:

$$E_{\text{kin}} = E_\gamma - E_b \quad (7)$$

Da nun in einer der energetisch niedrigeren Schalen ein Elektron fehlt, tritt an dessen Stelle ein Elektron aus einem höheren energetischen Niveau. Die dabei freiwerdende diskrete Energie wird in Form eines Photons abgestrahlt.

- **Paarbildung:** Beträgt die Energie eines Photons über $1,02 \text{ MeV}$, so kann dieses in ein Elektron-Positron-Paar umgewandelt werden. Möglich ist dies im starken Coulombfeld zwischen Atomkern und Elektronen. Die dazu nötige Energie entspricht dabei genau der zweifachen Ruheenergie eines

Elektrons bzw. Positrons. Besitzt das Photon eine höhere Energie als die, die für die Ruheenergie des Teilchenpaares aufgebracht werden muss, so wird diese in kinetische Energie von Elektron und Positron umgewandelt. Das Photon wird in diesem Prozess vollständig absorbiert. Besitzt das erzeugte Positron nur eine geringe kinetische Energie, so ist eine Rekombination mit einem Elektron aus der umliegenden Atomhülle möglich (Paarvernichtung). Dabei werden wiederum zwei Photonen mit einer Energie von 511 keV emittiert.

Zwischen dem Absorptionskoeffizienten μ_{Abs} und der Wellenlänge λ hat man experimentell folgenden Zusammenhang gefunden:

$$\mu_{\text{Abs}} \sim \lambda^3 \quad (8)$$

Die Absorption nimmt also mit steigender Wellenlänge rasch zu. Allerdings hat man auch Sprünge im Absorptionsvermögen beobachtet, welche in Abbildung 3 skizziert sind. Diese Absorptionskanten treten

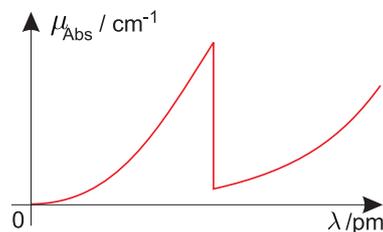


Abbildung 3: Absorptionskanten (Quelle: [1])

auf, wenn die Energie des eintreffenden Photons gerade ausreicht, um ein Elektron aus einem Atom im Absorbermaterial z.B. aus dem K -Niveau herauszuschlagen (Photoeffekt).

Röntgenstrahlung wird durch Materie exponentiell abgeschwächt, es gilt das leicht angepasste Lambert-sche Absorptionsgesetz (Abschwächung in Form von Streuung vernachlässigt) [3]

$$I_{\text{Fx}} = I_{\text{F0}} \cdot e^{-\mu \cdot \rho \cdot x} \quad (9)$$

I_{F0} ist die Intensität der charakteristischen Fluoreszenzstrahlung der Probe und I_{Fx} sei die Strahlungsintensität, die nach Durchdringen einer Schicht der Dichte ρ und der Dicke x noch übrig ist. Sind Absorp-

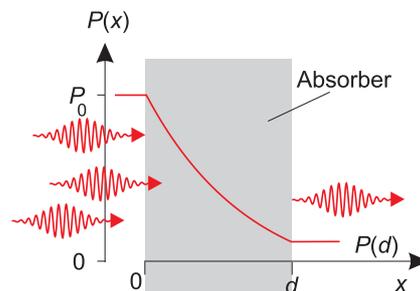


Abbildung 4: Abschwächung von Röntgenstrahlung durch Materie (Quelle: [1])

tionskoeffizient, Dichte der abdeckenden Schicht und die Intensitäten vor und nach der Schicht bekannt, so kann auf die Dicke der Schicht geschlossen werden.

Moseley-Gesetz

Mit dem Moseley-Gesetz können die charakteristischen Röntgenlinien eines Elementes bestimmt werden. Für die Energie der freigesetzten Strahlung gilt [3]

$$E = f_R \cdot h \cdot (Z - \sigma_{1,2})^2 \cdot \left(\frac{1}{n_1^2} - \frac{1}{n_2^2} \right) \quad (10)$$

Hier bezeichnet Z die Kernladungszahl, $\sigma_{1,2}$ die gemittelte **Abschirmkonstante** und n_1 bzw. n_2 die Niveaus der Elektronen. f_R ist die Rydberg-Frequenz, welche folgendermaßen definiert ist [3]:

$$f_R = R_\infty \cdot c = 3,29 \cdot 10^{15} \text{ Hz} \quad (11)$$

Ist eine charakteristische Linie eines Atoms bekannt (entsprechend auch n_1 , n_2 und Z), so kann einfach auf die gemittelte Abschirmkonstante $\sigma_{1,2}$ und die Rydberg-Konstante R_∞ geschlossen werden. Für die K_α -Linie ($n_1 = 1, n_2 = 2$) folgt aus Gleichung (10) und (11)

$$\sqrt{E} = \frac{\sqrt{3}}{2} \cdot \sqrt{R_\infty \cdot c \cdot h} \cdot Z - \frac{\sqrt{3}}{2} \cdot \sqrt{R_\infty \cdot c \cdot h} \cdot \sigma_{1,2} \quad (12)$$

Und entsprechend für die K_β -Linie:

$$\sqrt{E} = \frac{\sqrt{8}}{3} \cdot \sqrt{R_\infty \cdot c \cdot h} \cdot Z - \frac{\sqrt{8}}{3} \cdot \sqrt{R_\infty \cdot c \cdot h} \cdot \sigma_{1,3} \quad (13)$$

Durch Auftragen von \sqrt{E} über Z können aus der Steigung und dem Y-Achsenabschnitt der Regressionsgeraden die beiden gesuchten Größen bestimmt werden.

Halbleiter-Detektor

Halbleiterdetektoren werden in der Spektroskopie und in der Teilchenphysik eingesetzt, um ionisierende Strahlung nachzuweisen. Ein Halbleiterdetektor besteht im Grunde aus einer Diode, an welcher in Sperrrichtung eine Gleichspannung anliegt. So fließt im Normalzustand kein Strom. Einfallende Strahlung kann nun im Diodenmaterial Elektronen-Loch-Paare erzeugen, welche als freie Ladungsträger fungieren. Diese driften durch das elektrische Feld in Richtung der Elektroden und sind dort als Stromimpuls messbar. Mit geeigneter Verstärkung kann so ionisierende Strahlung (z.B. Röntgenstrahlung) nachgewiesen werden. Die Höhe des Stromimpulses ist ein Maß für die Energie des einfallenden Röntgenquants.

Vielkanalanalysator

Ein Vielkanalanalysator nimmt die Häufigkeitsverteilung statistisch verteilter Messimpulse auf. Dabei erstreckt sich das Spannungsfenster über den gesamten Messbereich und muss nicht wie beim Einkanalanalysator schrittweise verschoben werden. Das hat den Vorteil, dass alle Kanäle gleichzeitig gemessen werden können und so die gesamte Messzeit für jeden einzelnen Kanal zur Verfügung steht.

Aufgabe 1: Kalibrierung des Röntgenenergiedetektors (RED)

Da die Versuchsdurchführung bereits in aller Ausführlichkeit in der Vorbereitungsmappe angegeben ist, wird hier nur eine kurze Abhandlung der einzelnen Aufgaben durchgeführt.

Der RED soll kalibriert werden, indem die einzelnen Messkanäle den korrekten Energiewerten zugewiesen werden. Dies soll zum einen mit direkter Strahlung aus einer Röntgenröhre geschehen und zum anderen mit den Standardproben Fe, Cu, Ni, Zn und Ag. Im Kalibriermodus wird von jeder Probe ein Spektrum aufgenommen und in diesem die charakteristischen Röntgenlinien mit Kalibrierlinien markiert. Durch die Angabe der zugehörigen Energie der bekannten charakteristischen Linien ist der RED nun kalibriert. In der nachfolgenden Tabelle sind die Literaturwerte für die K_α - und K_β -Linien der zu untersuchenden Elemente angegeben.

Element	$E(K_\alpha)$ lit. in keV	$E(K_\beta)$ lit. in keV
Fe	6,397	7,056
Ni	7,474	8,265
Cu	8,039	8,905
Zn	8,627	9,572
Mo	17,427	19,608
Ag	22,076	24,942

Tabelle 1: Literaturwerte der charakteristischen Röntgenlinien (Quelle: [3])

Es sollen die Impulse pro Sekunde notiert werden und eine skalierte Normalverteilung an die gemessenen Intensitätsverteilungen angelegt werden, wobei die Kurvenparameter a , b und c zu notieren sind.

Aufgabe 2: Bestimmung der Energieauflösung des RED

Um die Energieauflösung des RED in Abhängigkeit von der Intensität zu bestimmen, messen wir ohne Blende die K_α -Linie der Zn-Probe für verschiedene Emissionsströme. Es sollen ca. 30000 Impulse gemessen werden, Messdauer und Messrate sind zu notieren.

Ist die Energieauflösung eines Detektors hoch, so lassen sich eng benachbarte Linien noch gut voneinander unterscheiden. Dies ist der Fall, wenn der Abstand W zweier Schwerpunkte mindestens gleich groß ist wie die Summe der Halbwertsbreiten der beiden Normalverteilungen. Das Auflösungsvermögen ist folgendermaßen definiert [3]:

$$A = \frac{E_0}{\Delta_{\text{FWHM}}} \quad (14)$$

wobei E_0 der Energie beim Linienschwerpunkt entspricht und Δ_{FWHM} die Halbwertsbreite bezeichnet. Es sollen Schwerpunkt und Halbwertsbreite der Intensitätsverteilung grafisch bestimmt werden. Beide Werte sollen schließlich gegen die Zählrate aufgetragen werden. Wir erwarten, dass bei steigender Zählrate die Halbwertsbreite zunimmt, da durch die vielen Ereignisse die Streuung ansteigt. Zur Verschiebung des Linienschwerpunktes können wir noch keine Aussage machen, da durch die Erhöhung der Ereignisse pro Sekunde eine Verschmierung in beide Richtungen denkbar ist.

Aufgabe 3: Qualitative Röntgenfluoreszenzanalyse, Moseley-Konstante

In diesem Aufgabenteil sollen wir die Spektren der bereits verwendeten Standardproben aufnehmen und die Halbwertsbreiten und Linienschwerpunkte der K_α - und K_β -Linien bestimmen. Durch geeignete Auftragung dieser Messwerte über die Kernladungszahl Z kann schließlich mit dem Moseley-Gesetz und den Umformungen in Gleichung (12) und (13) die Abschirmkonstante $\sigma_{i,j}$ der jeweiligen Linie und die Rydberg-Konstante R_∞ bestimmt werden.

Aufgabe 4: Quantitative Röntgenfluoreszenzanalyse an Legierungen

Dieser Aufgabenteil dient der Demonstration des RED als Analysewerkzeug zur Bestimmung der Zusammensetzung von Legierungen. Dazu wird das Spektrum einer Probe aufgenommen und versucht, die verschiedenen Peaks den K_α - und K_β -Linien bekannter Elemente zuzuordnen. Dabei ist darauf zu achten, dass die Linien, die jeweils von einem Element herrühren, im passenden Intensitätsverhältnis stehen, um korrekt zugeordnet zu werden. Wurden passende Linien gefunden, ist nun klar, welche Elemente in der Legierung vorkommen. Um auf das Konzentrationsverhältnis der Elemente schließen zu können, müssen die Intensitäten I_a der Linien in der Probe mit den Intensitäten I_e der Linien der reinen Elemente verglichen werden. Die Konzentration ist dann definiert durch:

$$c = \frac{I_a}{I_e} \quad (15)$$

Untersucht werden sollen die Proben Lötzinn, Konstantan, Hartmetallfräser und eine eigene Probe unserer Wahl. Es sollen wieder die Kurvenparameter der angelegten Normalverteilungen notiert werden und schließlich, wie eben behandelt, die Zusammensetzung der Legierungen bestimmt werden.

Aufgabe 5: Bestimmung der Schichtdicke dünner Folien

Im letzten Versuchsteil soll die Schichtdicke dünner Folien bestimmt werden, konkret die Dicke einer Al- und einer Cu-Folie. Dabei müssen noch die folgenden zwei Punkte beachtet werden:

1. Da die Probe in einem Winkel von 45° eingebaut wird, gilt für die Dicke der absorbierenden Folie $x = \sqrt{2} \cdot d \cdot n$.

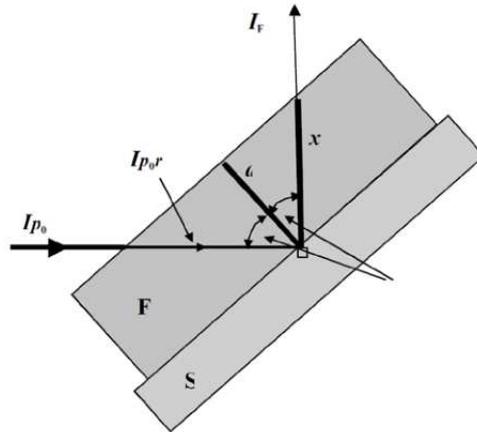


Abbildung 5: Schematische Darstellung des Strahlengangs, S = Substrat, F = Folie (Quelle: [3])

- Da der Primärstrahl I_{P_0} bereits vor dem Auftreffen auf das Substrat durch die Folie abgeschwächt wird, muss zunächst diese Abschwächung der Folie einzeln bestimmt werden. Dazu wird die entsprechende Anzahl an Schichten der Folie direkt vor die Strahlungsquelle gehalten und die reduzierte Primärstrahlintensität $I_{P_{0,r}}$ bestimmt. Auch hier muss der Faktor $\sqrt{2}$ wieder berücksichtigt werden.

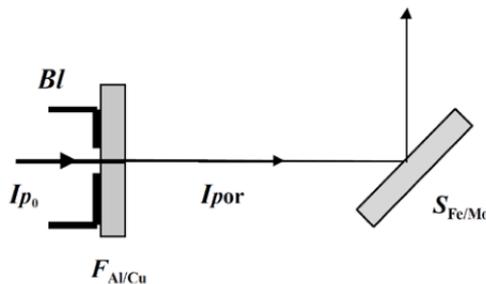


Abbildung 6: Bestimmung der Schwächung der Primärstrahlung (Quelle: [3])

Wir bestimmen I_{P_0} und $I_{P_{0,r}}$ und können so den Proportionalitätsfaktor λ

$$\lambda = \frac{I_{P_{0,r}} \cdot \sqrt{2}}{I_{P_0}} \quad (16)$$

bestimmen, der wiederum das Verhältnis

$$I_{F_x, \text{korrr}} = \frac{I_{F_x}}{\lambda} \quad (17)$$

angibt. I_{F_x} bezeichnet hier die gemessene Fluoreszenzintensität abgeschirmten Substrats. Mit diesen Beziehungen und Gleichung (9) kann schließlich auf die Schichtdicke d der Folie geschlossen werden:

$$\begin{aligned} \frac{I_{P_0} \cdot I_{F_x}}{I_{P_{0,r}} \cdot \sqrt{2}} &= I_{P_0} \cdot e^{-\mu \cdot \rho \cdot n \cdot d \cdot \sqrt{2}} \\ \Rightarrow d &= \ln \left(\frac{I_{F_x}}{I_{P_{0,r}} \cdot \sqrt{2}} \right) \cdot (\mu \cdot \rho \cdot n \cdot \sqrt{2})^{-1} \end{aligned} \quad (18)$$

II. Auswertung

Aufgabe 1: Kalibrierung des Röntgenenergiedetektors (RED)

Ziel der ersten Aufgabe war zunächst eine Kalibrierung des Röntgenenergiedetektors. Dabei haben wir sowohl mit der Strahlung der Röntgenröhre als auch mit der charakteristischen Strahlung der Standardproben gearbeitet. Sofern es im Protokoll nicht explizit anders angegeben wird waren die Einstellungen am Versuchsgerät stets wie auf dem Aufgabenblatt zum Versuch ausgeschrieben.

Aufgabe 1.1: Kalibrierung mit der Röntgenröhre

Wir haben zunächst den Stellwinkel des Goniometers auf 0° gestellt und ein Kalibrierungsspektrum aufgenommen. Es waren zwei deutliche Peaks erkennbar, die man den L_α - und L_β -Linien zuordnen konnte. Da die Literaturwerte dieser Peaks bekannt waren, konnte man der jeweiligen Kanalnummer die entsprechende Energie zuordnen.

Leider haben wir während der Kalibrierung vergessen, die jeweilige Kanalnummer zu notieren, sodass wir sie leider nicht angeben können. Nach Absprache mit unserem Betreuer genügte jedoch die bloße Kalibrierung für die Aufgaben 2 und 3, sodass die jeweiligen Kanalnummern nicht von Belang sind.

Aufgabe 1.2: Kalibrierung mit den Standardproben

Anschließend haben wir eine Kalibrierung anhand der Standardproben vorgenommen. Dazu haben wir das Goniometer auf einen Stellwinkel von 45° verstellt und nacheinander alle verfügbaren Standardproben eingespannt. Die Proben wurden dann wieder mit Röntgenstrahlung beschossen und es wurden Spektren bei zwei verschiedenen Verstärkungsfaktoren V aufgenommen. Es zeigten sich auch hier wieder deutliche Peaks, deren Anzahl, Position und Amplitude von der jeweiligen Standardprobe abhängig waren.

An die Peaks wurde eine Regression mittels skaliertes Normalverteilung angelegt. Dabei ergaben sich die Parameter a , b und c der Normalverteilung, wobei a für die Kanalnummer steht, bei welcher der Peak auftrat. Mit Hilfe eines geeigneten Periodensystems¹ ließen sich die Peaks den einzelnen Spektrallinien K_α sowie K_β und ihren entsprechenden Energien zuordnen. Dies ist in Tabelle 2 geschehen.

Probe	Peak	a	b	c	V	Linie	Energie in keV
Fe	1	1173	142,0	9237	4	K_α	6,40
	2	2606	284,0	3213	4	K_β	7,06
Cu	1	1577	134,0	12804	4	K_α	8,05
Ni	1	1434	131,0	13123	4	K_α	7,48
	1	504	72,6	26943	2	K_α	7,48
Zn	1	1716	132,0	13558	4	K_α	8,64
	1	649	71,2	27479	2	K_α	8,64
Ag	1	2323	64,8	1896	2	K_α	22,16
	2	2677	72,5	307,0	2	K_β	24,94

Tabelle 2: Spektrallinien der Standardproben

Zur weiteren Auswertung haben wir nun für die zwei Verstärkungsfaktoren separat die jeweiligen Energien über der Kanalnummer aufgetragen und eine lineare Regression durchgeführt, wie es in den Schaubildern 7 und 8 zu sehen ist.

¹AnalytiCON Periodensystem mit Röntgenlinien

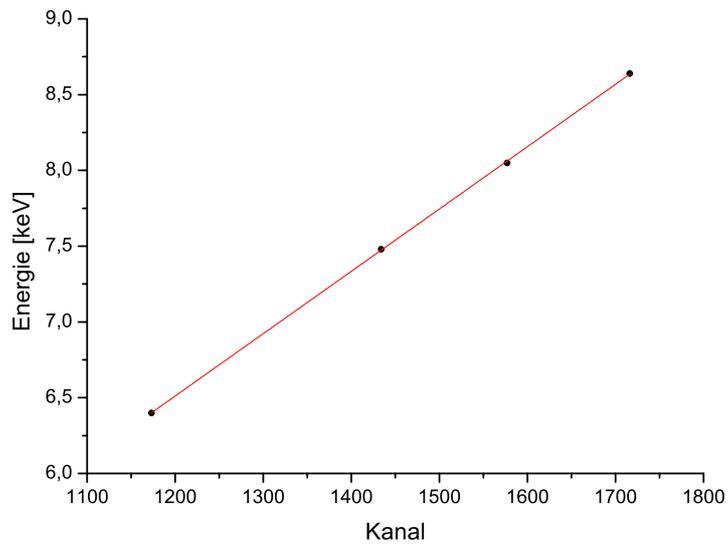


Abbildung 7: Energieskalierung für $V = 4$

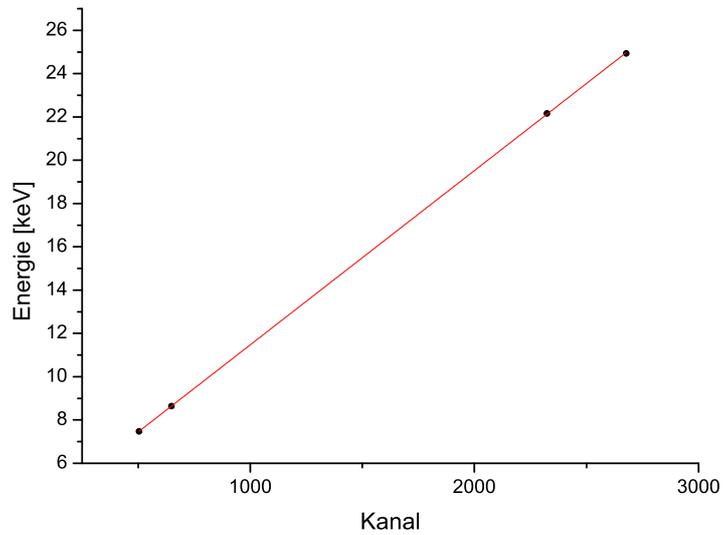


Abbildung 8: Energieskalierung für $V = 2$

Origin lieferte auf diese Weise direkt die Steigung m und den y -Achsenabschnitt c sowie die jeweiligen Standardabweichungen σ_i auf diese Werte, wie es in Tabelle 3 dargestellt ist.

V	m	σ_m	c	σ_c
4	0,00411	$2,62 \cdot 10^{-5}$	1,57450	0,03900
2	0,00805	$1,82 \cdot 10^{-5}$	3,42276	0,03304

Tabelle 3: Ergebnisse der linearen Regression

Auf diese Weise erhalten wir also einen direkten Zusammenhang zwischen Kanalnummer und der entsprechenden Energie der Röntgenstrahlung. Der Röntgenenergiedetektor ist somit kalibriert.

Aufgabe 2: Bestimmung der Energieauflösung des RED

Der zweite Versuchsteil beschäftigte sich mit der Energieauflösung des Röntgenenergiedetektors. Diese haben wir nur anhand der Zink-Standardprobe bei einem Verstärkungsfaktor $V = 4$ durchgeführt. Nachdem wir in Aufgabe 1.2 eine Kalibrierung des RED durchgeführt haben, ließen sich hier nun die relevanten Werte direkt in der Einheit keV ablesen.

Es wurde von uns die K_α -Linie der Probe in Abhängigkeit vom Emissionsstrom I_e gemessen. Über die aufgenommene Messdauer Δt konnte über den Maximalwert von 30000 registrierten Impulsen leicht die Zählrate berechnet werden. Eine Regression mittels skaliertes Normalverteilung an die verschiedenen K_α -Peaks lieferte uns dann wieder die Parameter a , b und c . Dabei entspricht a direkt dem Linienschwerpunkt E_0 . In Tabelle 4 sind alle Messwerte angegeben.

I_e in mA	Δt in s	Zählrate in s^{-1}	a	b	c	E_0 in keV	Δ_{FWHM} in keV	A
0,01	135	222,22	8,34	0,68	129	8,34	1,59	5,24
0,05	27	1111,11	8,29	0,67	135	8,29	1,58	5,26
0,10	17	1764,71	8,22	0,68	134	8,22	1,60	5,13
0,20	12	2500,00	8,08	0,71	139	8,08	1,68	4,81
0,50	11	2727,27	7,60	0,82	136	7,60	1,93	3,95
1,00	10	3000,00	6,73	0,97	128	6,73	2,28	2,96

Tabelle 4: Messwerte zur Energieauflösung

Die Halbwertsbreite Δ_{FWHM} lässt sich mit Hilfe der Standardabweichung b der Normalverteilung über²

$$\Delta_{FWHM} = 2\sqrt{2\ln(2)}b \quad (19)$$

errechnen. Die Ergebnisse dieser Rechnung sind ebenfalls direkt in der Tabelle angegeben. Das Auflösungsvermögen A ergibt sich gemäß Gleichung 14 dann direkt durch Einsetzen. Anschließend haben wir noch die Linienschwerpunkte und die Halbwertsbreiten in zwei einzelnen Schaubildern über der Zählrate aufgetragen.

In Abbildung 9 sieht man die Auftragung von E_0 über der Zählrate. Man erkennt sehr deutlich einen linearen Bereich leicht negativer Steigung bis zu einer Zählrate von etwa $2500 s^{-1}$. Darüber hinaus lässt sich ein scharfer Einbruch im Linienschwerpunkt erkennen.

Wir vermuten, dass ab einer so hohen Zählrate die einzelnen Photoelektroden im Halbleiter nicht mehr schnell genug abgesaugt werden können, sodass sich Messfehler ergeben. Der Einsatz des Röntgenenergiedetektors ist also auf Zählraten unter $2500 s^{-1}$ beschränkt, da er darüber hinausgehend versagt.

In Abbildung 10 wurde schließlich die Halbwertsbreite Δ_{FWHM} über der Zählrate aufgetragen. Auch hier lässt sich ein hinreichend konstanter Bereich bis zu einer Zählrate von etwa $2500 s^{-1}$ ausmachen, ab welcher die Halbwertsbreite dann stark zunimmt.

Diese Beobachtung deckt sich auch mit den Vorhersagen in unserer Vorbereitung. Durch die steigende

²<http://de.wikipedia.org/wiki/Halbwertsbreite#Umrechnung>

Zählrate steigt die Streurate und die Halbwertsbreite nimmt zu. Wir erkennen also, dass der Röntgenenergiedetektor in relativ geringen Bereichen der Zählrate von etwa 2500 s^{-1} hinreichend genaue Werte liefert. Daher sollte dieser Bereich auch als Arbeitsbereich gewählt werden, um die Fehler so gering wie möglich zu halten.

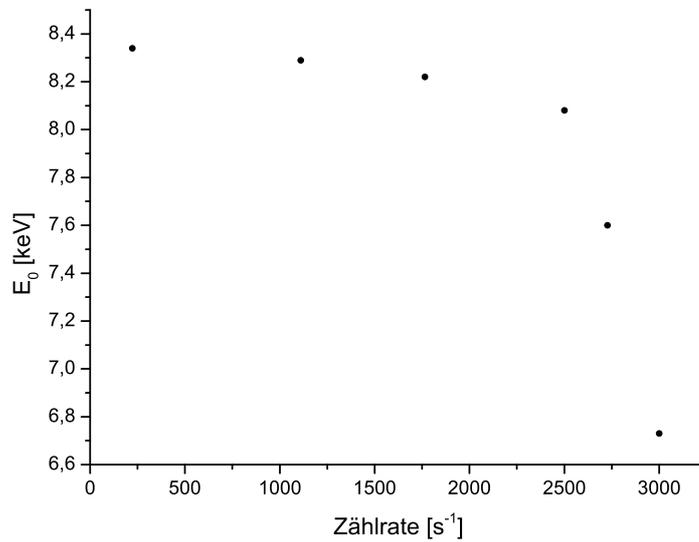


Abbildung 9: Linienschwerpunkt E_0 über der Zählrate

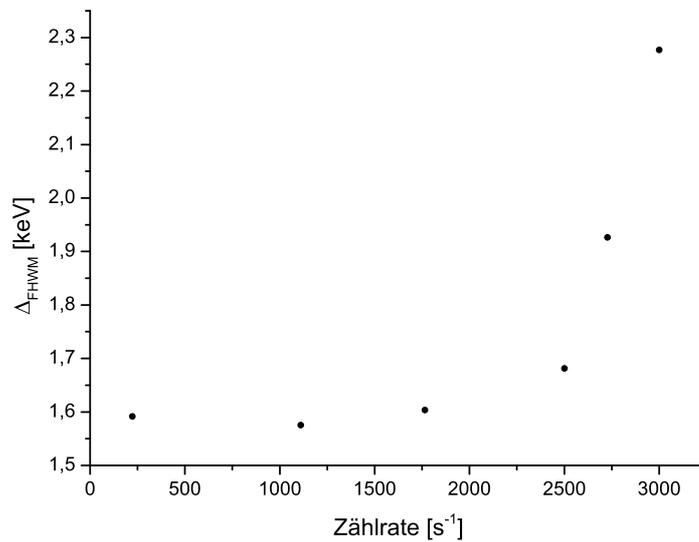


Abbildung 10: Halbwertsbreite Δ_{FWHM} über der Zählrate

Aufgabe 3: Qualitative Röntgenfluoreszenzanalyse, Moseley-Konstante

In der Vorbereitung wurde gezeigt, dass durch Auftragen der Wurzel der Energie der charakteristischen K_α -Linien über der Kernladungszahl Z die Rydberg-Konstante R_∞ sowie die Abschirmkonstante $\sigma_{1,2}$ bestimmt werden können. Daher haben wir die K_α -Linien verschiedener Elemente bestimmt und entsprechend in Schaubild 11 gegeneinander aufgetragen. Wir haben die Energien direkt mit dem RED gemessen, indem die Energiekalibrierung aus Aufgabe 1.1 verwendet wurde. Die Messwerte sind in Tabelle 13 in Abschnitt III aufgelistet.

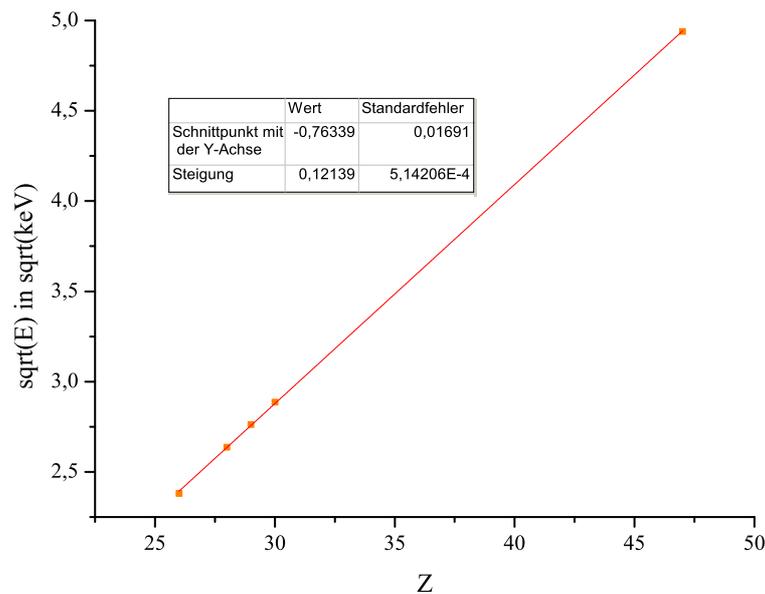


Abbildung 11: \sqrt{E} über Z aufgetragen.

Zunächst wollen wir die Rydberg-Konstante R_∞ aus der Steigung m der Regressionsgeraden bestimmen. Nach Gleichung (12) ergibt sich diese zu

$$R_\infty = \frac{4 \cdot m^2}{c \cdot h \cdot 3} = (16.639.618 \pm 137.569) \frac{1}{\text{m}} .$$

Mit dem statistischen Fehler σm der Steigung der Regressionsgeraden konnten wir den statistischen Fehler σR_∞ der Rydbergkonstante mittels Gaußscher Fehlerfortpflanzung bestimmen. Die Abweichung zum Literaturwert [2] beträgt 51,6% und ist damit relativ groß. Vermutlich liegt das hauptsächlich daran, dass die Energiekalibrierung aus Aufgabe 1.1 ziemlich ungenau war. Diesen systematischen Fehler haben wir in unserer Rechnung allerdings nicht berücksichtigt.

Die Abschirmkonstante $\sigma_{1,2}$ kann schließlich aus dem Y-Achsenabschnitt d der Regressionsgeraden bestimmt werden.

$$\sigma_{1,2} = \frac{2 \cdot d}{\sqrt{3 \cdot R_\infty \cdot c \cdot h}} = -6,137 \pm 0,136$$

Da unser y-Achsenabschnitt negativ ausfiel, ist auch der Wert der Abschirmkonstanten negativ, was physikalisch keinen Sinn ergibt. Denn die übrigen Elektronen sollten abschirmend wirken und nicht die

positive Ladung des Kerns verstärken. Auch trotz des berücksichtigten statistischen Fehlers erreicht der Wert niemals den positiven Bereich. Wir vermuten auch hier die Ursache in der ungenauen Energiekalibrierung des RED aus Aufgabe 1.1. Da wir den Fehler nicht explizit in der Rechnung berücksichtigt haben, soll er noch kurz diskutiert werden. In Tabelle 5 sind die gemessenen Energiewerte und die Literaturwerte, welcher wieder dem AnalytiCON Periodensystem entnommen wurden, aufgelistet.

Element	Kernladungszahl	$E(K_\alpha)_{\text{mess}}$ in keV	$E(K_\alpha)_{\text{lit}}$ in keV	Relative Abweichung
Fe	26	5,67	6,40	-11,41%
Ni	28	6,95	7,48	-7,09%
Cu	29	7,63	8,05	-5,22%
Zn	30	8,33	8,64	-3,59%
Ag	47	24,4	22,16	10,11%

Tabelle 5: Gemessene Energie mit Kalibrierung aus Aufgabe 1.1 im Vergleich zum Literaturwert.

Man kann erkennen, dass die relative Abweichung der Energie der gemessenen Energie zum Literaturwert im Bereich von $\pm 10\%$ liegt. Diese recht große Abweichung pflanzt sich in der weiteren Berechnung fort und führt so zu ungenauen Ergebnissen von R_∞ und insbesondere zu einem negativen Wert von $\sigma_{1,2}$.

Aufgabe 4: Quantitative Röntgenfluoreszenzanalyse an Legierungen

Wir haben die Zusammensetzung der Legierungen von Lötzinn (C), Konstantan (D), einem Metallfräskopf (E) und einem 50-Cent Stück untersucht. Wir betrieben die Röntgenröhre mit 35 kV und variierten den Heizstrom so, dass eine Zählrate zwischen 50 und 150 Impulsen pro Sekunde zu stande kam. Die Verstärkung stellen wir auf 2 und führten die Messungen jeweils 600 s lang im Kanalbetrieb durch. Danach ordneten wir mit Hilfe der Energiekalibrierung aus Aufgabe 1.2 die sichtbaren Peaks bekannten K_α - und K_β -Linien zu, welche wir dem Periodensystem aus Aufgabe 1 entnahmen. So war es uns möglich auf die Elemente in der Legierung zu schließen.

Um das Verhältnis dieser Elemente zu bestimmen, addierten wir alle Peakhöhen zusammen und definierten diese als 100%. Ausgehend davon ließ sich anschließend der prozentuale Anteil des jeweiligen Elements in der Legierung abschätzen. Diese Methode ist nicht sonderlich genau, da wir den Skalierungsfaktor c der Normalverteilung als Peakhöhe verwendet haben und nicht die tatsächlichen Werte der gemessenen Intensitäten, da uns diese nicht direkt zugänglich waren. In den Tabellen 14 bis 17 in Abschnitt III sind die Messwerte der einzelnen Proben aufgelistet. Nachfolgend sind die einzelnen Proben mit ihren charakteristischen Röntgenlinien tabellarisch dargestellt. Die Zuordnung war dabei leider nicht immer eindeutig durchzuführen.

Peak	Kanal	E in keV	Impulse	Röntgenlinie	Anteil
1	610	8,33	9450	Cu- K_{α}	49,9%
2	2311	22,03	2841	Ag- K_{α}	15,0%
3	2708	25,22	5644	Sn- K_{α}	29,8%
4	3116	28,51	1002	Sn- K_{β}	5,3%

Tabelle 6: Probe C: Lötzinn

Das Ergebnis liefert eine übliche Zusammensetzung von Lötzinn aus Silber, Kupfer und Zinn, wobei uns der Anteil von letzterem etwas hoch erscheint und stattdessen die Zink-Linie völlig ausblieb. In Abbildung 12 sind die Messwerte und die skalierten Normalverteilungen dargestellt, so wie sie uns von der Auswertungssoftware *measure* ausgegeben wurden.

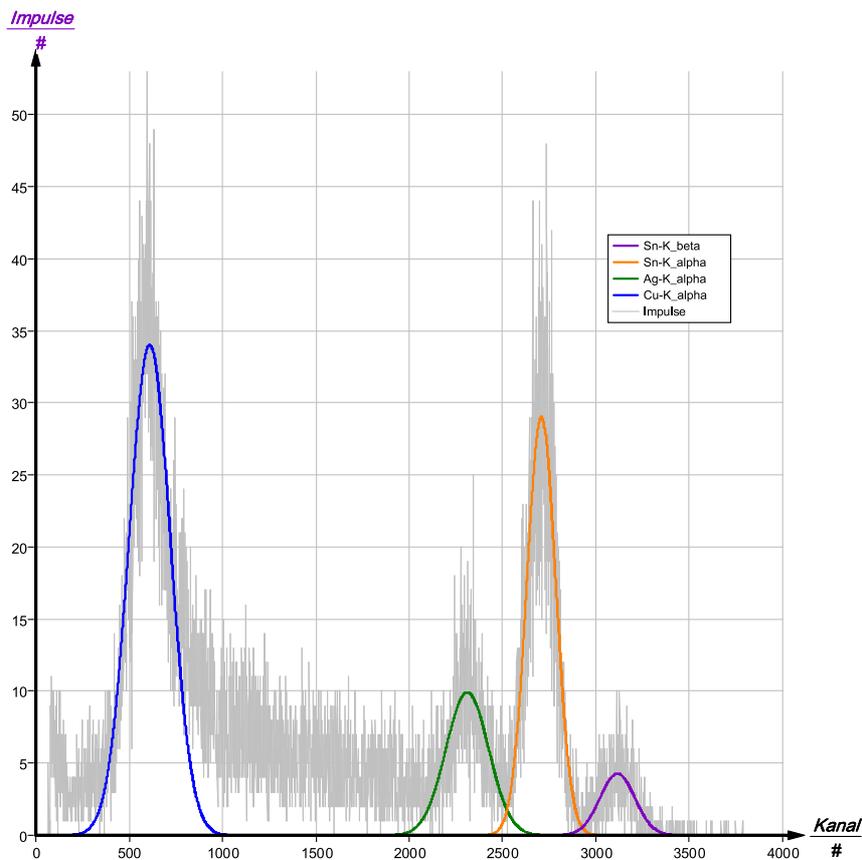


Abbildung 12: Probe C: Lötzinn, Impulse über Kanalnummer aufgetragen inkl. skaliertes Normalverteilung.

Peak	Kanal	E in keV	Impulse	Röntgenlinie	Anteil
1	153	4,65	1857	Ti- K_{α}	2,3%
2	628	8,48	45943	W- L_{α}	55,7%
3	762	9,56	31396	W- L_{β}	38,0%
4	989	11,38	3329	Se- K_{α}	4,0%

Tabelle 7: Probe E: Metallfräser

Beim untersuchten Fräskopf handelt es sich aller Wahrscheinlichkeit nach um einen Wolfram-Karbidfräser,

der mit etwas Titan verstärkt wurde.

Peak	Kanal	E in keV	Impulse	Röntgenlinie	Anteil
1	329	6,07	52358	Mn- K_α	100,0%

Tabelle 8: Probe D: Konstantan

Beim Konstantan fehlen die typischen Linien von Kupfer und Nickel, wohingegen der Mangananteil nur minimal ausfallen sollte. Trotz mehrfacher Messung war es uns nicht möglich hier ein besseres Ergebnis zu erzielen.

Peak	Kanal	E in keV	Impulse	Röntgenlinie	Anteil
1	576	8,06	9450	Cu- K_α	100,0%

Tabelle 9: Probe (eigen): 50-Cent Stück

Die Legierung der 50-Cent Münze wird als Nordisches Gold bezeichnet. Den Hauptteil macht dabei Kupfer aus, wie wir es hier nachweisen konnten. Daneben sollten aber noch Teile von Aluminium, Zink und Zinn vorhanden sein³.

Aufgabe 5: Bestimmung der Schichtdicke dünner Folien

In diesem letzten Versuchsteil galt es die Dicke einer Aluminiumfolie zu bestimmen. Auf eine zweite Messung mit der Kupferfolie wurde nach Absprache mit unserem Betreuer verzichtet. Wir haben eine verschiedene Anzahl an Schichten der Alufolie auf die Fe-Probe gelegt und das Spektrum über einen Zeitraum von $t = 300$ s gemessen. Die Verstärkung betrug 4, wobei die Wolfram-Röhre mit 35 kV und 0,4 mA betrieben wurde. Dieselben Messungen wurden danach wiederholt, allerdings wurde nun die Blende anstelle der Probe mit der Folie abgedeckt, um die reduzierte Primärstrahlintensität $I_{P0,r}$ zu bestimmen. Die gemessenen Parameter a , b und c der skalierten Normalverteilung befinden sich in Abschnitt III in Tabelle 18.

Als Intensität bezeichnen wir im Folgenden den dimensionslosen Faktor c , der aus der skalierten Normalverteilung der Auswertungssoftware entnommen wurde und proportional zur eigentlichen Intensität ist. Wir nahmen die Fluoreszenzspektren auf und betrachteten jeweils die K_α -Linie bei etwa $E(Fe) - K_\alpha = 6,4$ keV [3]. Dabei konnten wir beobachten, wie bei steigender Anzahl n der Folien die Intensität rasch abnahm, wie in Abbildung 13 zu sehen ist. Der Schwerpunkt a des Peaks blieb dabei hinreichend konstant, was zu erwarten war.

³https://de.wikipedia.org/wiki/Nordisches_Gold

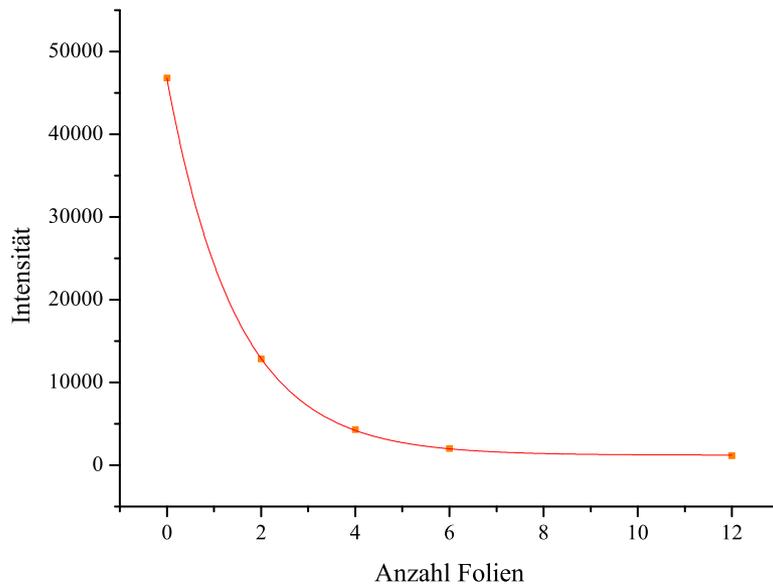


Abbildung 13: Intensität aufgetragen über der Anzahl der Alufolien.

Wir konnten so ziemlich eindeutig den exponentiellen Zusammenhang zwischen Foliendicke und Abschwächung demonstrieren. Um letztendlich auf die Foliendicke d der Alufolie schließen zu können, verwendeten wir Gleichung (18), die in der Vorbereitung hergeleitet wurde. Die berechneten Foliendicken der jeweiligen Messreihe befinden sich in Tabelle 10. Zur Berechnung wurde außerdem $\rho_{\text{Al}} = 2,7 \text{ g/cm}^3$ und $\mu_{\text{Al}} = 92,8 \text{ cm}^2/\text{g}$ verwendet [3].

n	$I_{\text{P0,r}}$	I_{Fx}	d in μm
2	38004	12839	20,20
4	30984	4318	16,35
6	26546	2023	13,74
12	17019	1130	7,19

Tabelle 10: Gemessene Foliendicken

Als Mittelwert erhalten wir $\bar{d} = 14,37 \mu\text{m}$. Handelsübliche Alufolie hat eine Dicke von $10 - 15 \mu\text{m}$. Daher können wir davon ausgehen, dass sich der von uns gemessene Wert im Bereich des Sinnvollen liegt, allerdings ist eine Tendenz der einzelnen Werte von d zu erkennen. Bei Steigender Folienszahl nimmt die Qualität des Messergebnisses ab, da die Fluoreszenzstrahlung der Fe-Probe zu stark abgeschirmt wird.

Literatur

- [1] Eichler H.J., Kronfeldt H.-D., Sahn J. (2006): *Das Neue Physikalische Grundpraktikum*. 2. Auflage, Berlin
- [2] <https://de.wikipedia.org/wiki/Rydberg-Konstante> (abgerufen am 26.10.12)
- [3] Vorbereitungsmappe zum Versuch „Materialanalyse mit Röntgenstrahlen (MAX)“

III. Messprotokoll

Probe	Peak	a	b	c	V
Fe	1	1173	142,0	9237	4
	2	2606	284,0	3213	4
Cu	1	1577	134,0	12804	4
Ni	1	1434	131,0	13123	4
	1	504	72,6	26943	2
Zn	1	1716	132,0	13558	4
	1	649	71,2	27479	2
Ag	1	2323	64,8	1896	2
	2	2677	72,5	307,0	2

Tabelle 11: Messwerte zu Aufgabe 1

I_c in mA	Δt in s	Zählrate in s^{-1}	a	b	c
0,01	135	222,22	8,34	0,68	129
0,05	27	1111,11	8,29	0,67	135 6
0,10	17	1764,71	8,22	0,68	134
0,20	12	2500,00	8,08	0,71	139
0,50	11	2727,27	7,60	0,82	136
1,00	10	3000,00	6,73	0,97	128

Tabelle 12: Messwerte zu Aufgabe 2

	Peak	Parameter	Wert
Zn V=4	1	a	8,33
		b	0,641
		c	22,6
Ag V=2	1	a	24,4
		b	0,591
		c	24
	2	a	27,9
		b	0,618
		c	3,65
Ni V=4	1	a	6,95
		b	0,624
		c	22,7
Cu V=4	1	a	7,63
		b	0,609
		c	22,7
Fe V=4	1	a	5,67
		b	0,604
		c	22,7

Tabelle 13: Messwerte zu Aufgabe 3

Peak	Parameter	Wert
1	a	610
	b	111
	c	9450
2	a	2311
	b	114
	c	2841
3	a	2708
	b	77,6
	c	5644
4	a	3116
	b	93,4
	c	1002

Tabelle 14: Messwerte zu Aufgabe 4 - Probe C: Lötzinn, $I = 1 \text{ mA}$, $V = 2$

Peak	Parameter	Kanal
1	a	153
	b	65,4
	c	1857
2	a	628
	b	142
	c	45943
3	a	762
	b	98,1
	c	31396
4	a	989
	b	74,8
	c	3329

Tabelle 15: Messwerte zu Aufgabe 4 - Probe E: Fräser, $I = 0,8 \text{ mA}$, $V = 2$

Peak	Parameter	Kanal
1	a	329
	b	101
	c	52358

Tabelle 16: Messwerte zu Aufgabe 4 - Probe D: Konstantan, $I = 0,6 \text{ mA}$, $V = 2$

Peak	Parameter	Kanal
1	a	576
	b	72,2
	c	46611

Tabelle 17: Messwerte zu Aufgabe 4 - Probe: 50 Cent, $I = 0,15 \text{ mA}$, $V = 2$

Schichten	Parameter	Wert Probe	Wert Blende
0	a	1161	1161
	b	131	131
	c	46813	46813
2	a	1167	1159
	b	131	116
	c	12839	38004
4	a	1169	1169
	b	135	135
	c	4318	30984
6	a	1172	1159
	b	140	117
	c	2023	26546
12	a	1165	1162
	b	127	116
	c	1130	17019

Tabelle 18: Messwerte zu Aufgabe 5