Versuch 255 - Röntgenspektrometer

PAP 2.2

Teilnehmender Student: **Harish Mahendran**

Gruppe des Teilnehmenden: **4**

Kurs: **Diensttag**

Inhaltsverzeichnis

0 Messprotokoll **1**

1 Einleitung **3**
1.1 Motivation . . . 3
1.2 Grundlagen aus der Physik . . . 3

2 Durchführung **5**
2.1 Versuchskizzen . . . 5
2.2 Messverfahren . . . 5

3 Auswertung **6**
3.1 Messung des Röntgenspektrums mit einem LiF-Kristall . . . 6
3.2 Vermessen der K_α und K_β-Linien des Anodenmaterials . . . 8
3.2.1 1.Ordnung . . . 8
3.2.2 2.Ordnung . . . 9
3.3 Bestimmen der Einsatzspannung . . . 10
3.4 Messung des Röntgenspektrums mit einem NaCl-Kristall . . . 11

4 Zusamenfassung und Diskussion **14**
4.1 Diskussion und Kritik . . . 14
4.1.1 Bestimmen der Planck'sche Wirkungsquantum h . . . 14
4.1.2 Bestimmen der K-Linien . . . 14
4.1.3 Extrapolation der Einsatzspannung . . . 14
4.1.4 Messung am NaCl-Kristalls . . . 14
4.2 Fazit . . . 15

0. Messprotokoll

19.11.24

Harish Mahendran

Jonas Schweer

Messprotokoll: Röntgenspektrometer

Messinstrumente

- Röntgengerät mit Röntgenröhre
- Goniometer
- Zählrohr
- LiF- und NaCl-Kristall
- Computer
- Leuchtschirm mit CCD-Kamera

Versuch 1: Röntgenspektrum eines LiF-Kristalls

Für den ersten Versuch montieren wir einen LiF-Kristall in den Versuchsaufbau.

Wir stellen bei dem Gerät folgendes ein:

$U = (35{,}00 \pm 0{,}10)\,kV$ $I = (1{,}000 \pm 0{,}010)\,mA$ $t = 5s$ $\Delta\beta = 0{,}2°$

Wir scannen im Bereich von 3° bis 22° und speichern die Ergebnisse ab.

Versuch 2: Vermessen der K_α und K_β-Linien

Wir bestimmen die K_α und K_β-Linien grob:

	K_α	K_β
1. Ord.	10,2°	9°
2. Ord.	20,8°	18,4°

Tabelle 1: Ungefähre Lage der K-Linien

Wir führen eine Messung von 8,8° - 10,8° durch bei folgenden Einstellungen:

$U = (35{,}00 \pm 0{,}10)\,kV$ $I = (1{,}000 \pm 0{,}010)\,mA$ $t = 20s$ $\Delta\beta = 0{,}1°$

und eine Weitere von 18,0° - 21,1° bei selben Einstellungen

Aufgabe 3: Zählrate als Funktion der Beschleunigungsspannung

Wir stellen den Winkel auf 7,5° ein und Variieren die Spannung. Wir fangen bei $U=(20{,}00 \pm 0{,}10)$ kV an und gehen in 1kV schritten bis $(35{,}00 \pm 0{,}10)$ kV. Wir messen jeweils 20s

U [kV]	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34	35
$\frac{n}{t}$ [s^{-1}]	2,95	3,6	6,95	9,55	22,75	108,1	181,2	243	297,3	358,4	410,4	460,9	517,3	553,6	614,0	644,1

Tabelle 2: Zählrate pro Spannung

Aufgabe 4 Röntgenspektrum eines NaCl - Kristalls

Wir tauschen den Kristall aus Aufgabe 1 mit einem NaCl-Kristall aus. Wir benutzen die selben Einstellungen wie in Aufgabe 1 und messen in einem Winkelbereich 3°-18°. Wir speichern die Ergebnisse.

1. Einleitung

1.1 Motivation

Röntgenstrahlungen sind sehr energetische Photonen. Diese weisen aufgrund ihrer kurzen Wellenlänge interessante Eigenschaften besitzen. Hier wird unter Reflexion mit kleinen Winkeln an Kristallgittern.

1.2 Grundlagen aus der Physik

Röntgenröhren beschleunigen Elektronen innerhalb einer evakuierten Glasröhre von einer Kathode auf eine Anode zu, wobei die Elektronen beim Auftreffen auf die Anode durch das Coulombfeld der Atome in der Anode abgebremst werden, und Bremsstrahlung emittieren. Aufgrund der unterschiedlichen Energieverluste der Elektronen gibt es ein Bremsspektrum, was kontinuierlich verteilt ist. Wird das Elektron, was von der Spannung U beschleunigt wurde, in einem Prozess abgebremst wird, geht die Energie vollständig in die Röntgenstrahlung $h\nu_{gr}$ über. Wir erhalten also

$$E = eU = h\nu_{gr} = h\frac{c}{\lambda_{gr}} \tag{1}$$

$$\Rightarrow \lambda_{gr} = \frac{hc}{eU} \tag{2}$$

Zusätzlich können die Elektronen auch die Anodenatome ionisieren, welche dann ein Atom-charakteristisches Linienspektrum abstrahlen. Je nach dem aus welcher Schale die Elektronen ausgelöst werden, und aus welcher Schale ein Elektron nachrückt, werden Photonen unterschiedlicher Wellenlängen emittiert. Nach dem Moseleysche Gesetz gilt für die abgestrahlte Energie $E_{n\to m}$, also die Energie, wenn ein Elektron von der m. Schale auf die n. Schale nachrückt, folgende Relation

$$E_{n\to m} = hcR_\infty(Z-A)^2\left(\frac{1}{m^2}-\frac{1}{n^2}\right) \tag{3}$$

Mit der Kernladungszahl Z, Rydbergkonstanten R_∞ und die Abschirmungskonstante A . Bei den energetischen K_α-Übergängen von der L- auf die K-Schale wird der Kern effektiv nur noch von einem Elektron abgeschirmt, man erhält dadurch

$$E_{1\to 2} = \frac{3}{4}hcR_\infty(Z-1)^2 \tag{4}$$

Verschiedene Effekte, zum Beispiel durch die Feinstrukturaufspaltung, führen zu kleinen Abweichungen der Energien, die Formel bleibt aber eine gute Näherung. Für diesen Versuch relevant ist auch derK_β-Übergang von der M-Schale auf die K-Schale. Durch die minimal höhere Energiedifferenz führt dies zu Emission von kurzwelligerem Strahlung.

Bragg-Reflexion

Übliche Mittel zur Untersuchung von Spektren sind die Dispersion und die Beugung. Aufgrund der kleinen Strukturen kann man diese nicht nutzen. In diesem Versuch verwenden wir Bragg-Reflexion.
Bei einem Auftreffen von Röntgenstrahlung auf einen Kristall im Winkel Θ findet auf seiner Oberfläche Reflexion statt, da Röntgenstrahlung auch weit in den Kristall eindringen können, können diese auch in tieferen Ebenen reflektiert werden. Für den Gangunterschied Δs gilt dann

$$\Delta s = 2d \cdot sin(\Theta) \tag{5}$$

für konstruktive Interferenz folgt dann

$$n\lambda = 2d \cdot sin(\Theta) \tag{6}$$

Es lassen sich also durch Bestrahlung eines Kristalls unter verschiedenen Winkeln bestimmte Wellenlängen der Strahlung gesondert betrachten, und so das Spektrum im Röntgenbereich untersuchen. Wenn man das Spektrum kennt, kann man Rückschlüsse auf die Gitterstruktur ziehen.

Avogadro Konstante

Bei Kenntnis über die Zahl der Ionenpaare/-gruppen in einer Elementarzelle n, und das Volumen V der Elementarzellern lässt sich die AvogadrokonstanteN_A berechnen. Kennt man das Molvolumen V_{mol} des Kristalls, folgt daraus:

$$N_A = n\frac{V_{mol}}{V} \tag{7}$$

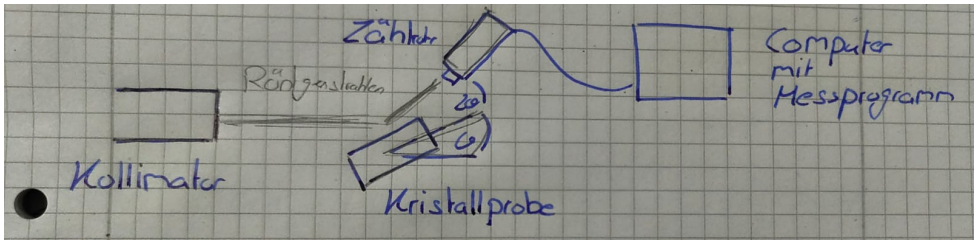
Das Volumen V lässt aus dem Netzebenenabstand d berechnen. Hier entspricht es der halben Gitterkonstante, man erhält also

$$N_A = n\frac{V_{\mathrm{mol}}}{a^3} = n\frac{M_{\mathrm{mol}}}{\rho(2d)^3} = \frac{n}{8}\frac{M_{\mathrm{mol}}}{\rho d^3} \tag{8}$$

Wobei M_{mol} die Molmasse und ρ die Dichte ist.

2. Durchführung

2.1 Versuchskizzen



Versuchsaufbau

2.2 Messverfahren

Funktionstest

Die Sicherheitskreise werden überprüft, dafür ist das Gerät bei $I = 1\,\text{mA}$ und $U = 5\,\text{kV}$ anzuschalten. Die Bleiglasfenster werden geschlossen, und die Hochspannung eingeschaltet. Wenn die Kontrollleuchte über dem Taster blinkt, und die Röntgenröhre aufleuchtet, wird die Verriegelung der Bleiglasscheibe aufgehoben. Sofort sollten sich die Kathodenheizung sowie die Hochspannungskontrollleuchte abschalten.

Messung des Röntgenspektrums mit einem LiF-Kristall

Es wird der Lithiumfluoridkristall auf dem Targethalter fixiert, die Röhrenspannung U wird auf $35\,\text{kV}$, beziehungsweise der Röhrenstrom I auf $1\,\text{mA}$ eingestellt, die Messzeit t auf $5\,\text{s}$, und der Einfallswinkel β in Schritten $\Delta\beta$ von $0,2°$ zwischen $3°$ und $22°$ variiert. Die Messung erfolgt nach Eingabe all dieser Parameter in das Messprogramm am Computer.

Es wird die Messung für die groben Bereiche der K_α- und K_β-Linien in erster und zweiter Ordnung wiederholt, allerdings mit $\Delta\beta = 0,1°$, und $t = 20\,\text{s}$.

Nun wird die Zählrate bei einem festen β von $7,5°$ für verschiedene U im Bereich von $20\,\text{kV}$ bis $35\,\text{kV}$ in Schritten von $1\,\text{kV}$ gemessen, die Messzeit beträgt hier wieder $20\,\text{s}$.

Messung des Röntgenspektrums mit einem NaCl-kristall

Es wird die erste Messung am Lithiumfluoridkristall analog am Kochsalzkristall durchgeführt. Der Winkel β wird diesmal zwischen $3°$ und $18°$ variiert.

3. Auswertung

3.1 Messung des Röntgenspektrums mit einem LiF-Kristall

Aus den Daten der ersten Messung wird die Grenzwellenlänge λ_{gr} durch eine Extrapolation des linearen Anstiegs am kurzwelligen Ende der Kurve bestimmt. Die statistischen Fehler ergeben sich dabei aus der Quadratwurzel der Zählungen, geteilt durch die Messzeit. Das resultierende Diagramm sieht wie folgt aus:

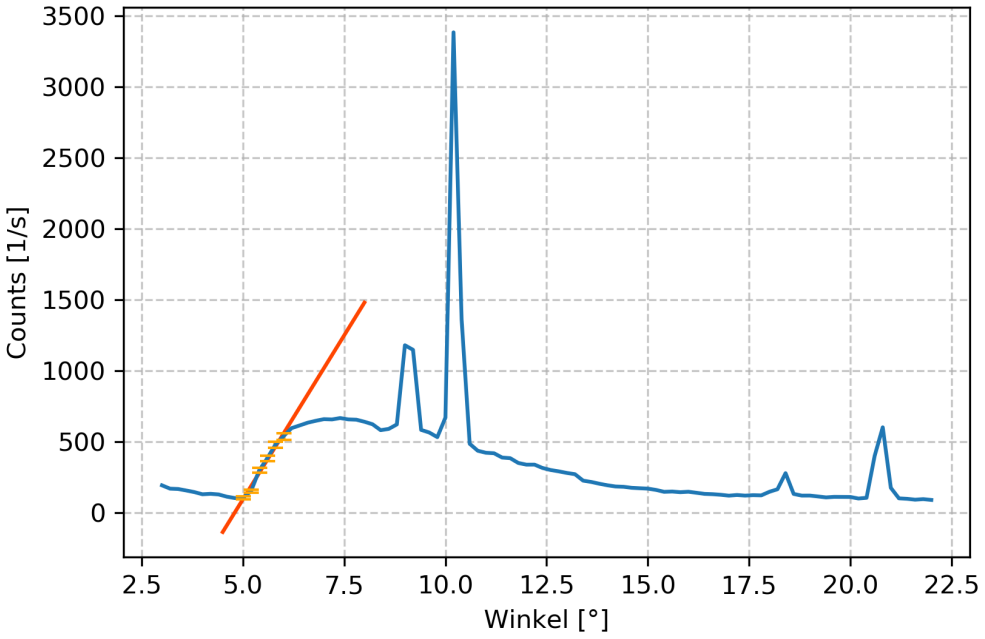


Diagramm 1: Das Röntgenspektrum als Winkelabängigkeit der Zählrate, mit Extrapolationsgerade für die Grenzfrequenz

Man erhält mithilfe des Least-Squares-Fittingalgorithmus über Anlegung einer Gerade an das entsprechende Intervall den gesuchten Wert und seinen Fehler, es ergibt sich so für den Reflexionswinkel der Grenzwellenlänge folgender Wert:

$$(4,82 \pm 0,12)^\circ$$

Um die Wellenlänge daraus zu bestimmen verwenden wir Formel (6). Der Wert für den Netzenabstand ist gegeben als $d = \frac{a}{2} = 201,4pm$ *(Quelle: Jens Wagner, PAP 2.2 , Stand: 2024)*. Wir erhalten daraus folgenden Wert:

$$\lambda_{gr} = (33,8 \pm 0,8)pm$$

Der Fehler berechnet sich mit folgender Formel:

$$\begin{aligned}\Delta\lambda &= \frac{\partial\lambda}{\partial\Theta}\cdot\Delta\Theta \\ &= 2dcos(\Theta)\Delta\Theta\end{aligned} \tag{9}$$

Daraus können wir auch das Planck'sche Wirkungsquantum h berechnen. Wir verwenden dazu Gleichung (2):

$$\lambda_{gr} = \frac{hc}{eU} \Rightarrow h = \frac{\lambda_{gr}eU}{c} \tag{10}$$

Mit der Fehler Formel:

$$\Delta h = h\sqrt{(\frac{\Delta\lambda_{gr}}{\lambda_{gr}})^2 + (\frac{\Delta U}{U})^2} \tag{11}$$

erhalten wir folgenden Wert für das Planck'sche Wirkungsquantum:

$$h = (6,32 \pm 0,15)\cdot 10^{-34} Js$$

Um zu berechnen, wann das Spektrum der zweiten Ordnung anfängt stellen wir die Gleichung (6) um zu

$$\Theta_{2.} = \arcsin\frac{n\lambda_{gr}}{2d} \tag{12}$$

Wir setzen nun für $n = 2$ und $\lambda = \lambda$. Wir erhalten daraus folgenden Winkel

$$\Theta_{2.} = (9,661 \pm 0,004)^\circ$$

Der Fehler wurde mit folgender Formel berechnet

$$\Delta\Theta_{2.} = \frac{\partial\Theta_{2.}}{\partial\lambda_{gr}} \tag{13}$$

$$= \theta_2\left(\frac{\Delta\lambda_{gr}n}{d\sqrt{\frac{\lambda_{gr}^2n^2}{d^2} + 4\ \arcsin\left(\frac{\lambda_{gr}n}{2d}\right)}}\right) \tag{14}$$

3.2 Vermessen der K_α und K_β-Linien des Anodenmaterials

3.2.1 1.Ordnung

Es werden nun die Messungen der K_α- und K_β-Linien betrachtet, in analoger Auftragung. Dabei werden zur genaueren Auswertung der Peaks Gaußkurven an diese gefittet. Für die erste Ordnung ergibt sich:

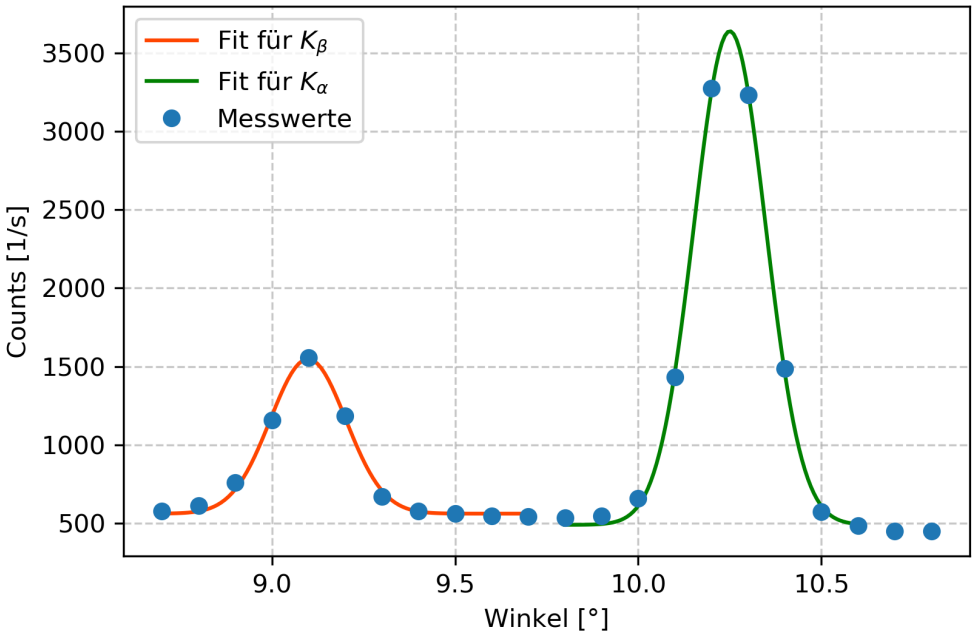


Diagramm 2: Genauere Messungen der Peaks in erster Ordnung mit gefitteten Gaußkurve

Wir erhalten folgender Postionen der Linien:

$$K_\alpha{:}(10,25 \pm 0,09)^\circ$$
$$K_\beta{:}(9,09 \pm 0,10)^\circ$$

Als Fehler wird die Standardabweichung σ der Gaußkurve verwendet. Mit Gleichung (6) kann man wieder die Wellenlänge bestimmen. Hier gilt $n = 1$. Wir erhalten dadurch:

$$K_\alpha{:}(71,675 \pm 0,6)pm$$
$$K_\beta{:}(63,636 \pm 0,7)pm$$

Auch hier wird der Fehler mit Gleichung (9) bestimmt.
Um die Halbwertsbreite der 1. K_α-Linie verwenden wir folgende Gleichung:

$$FHWM = 2\sqrt{2\ln 2}\sigma$$

Wobei σ die Standardabweichung ist. Wir erhalten dadurch

$$(0,230 \pm 0,011)^\circ$$

3.2.2 2.Ordnung

Analog zur 1.Ordnung werden die Werte der 2.Ordnung bestimmt

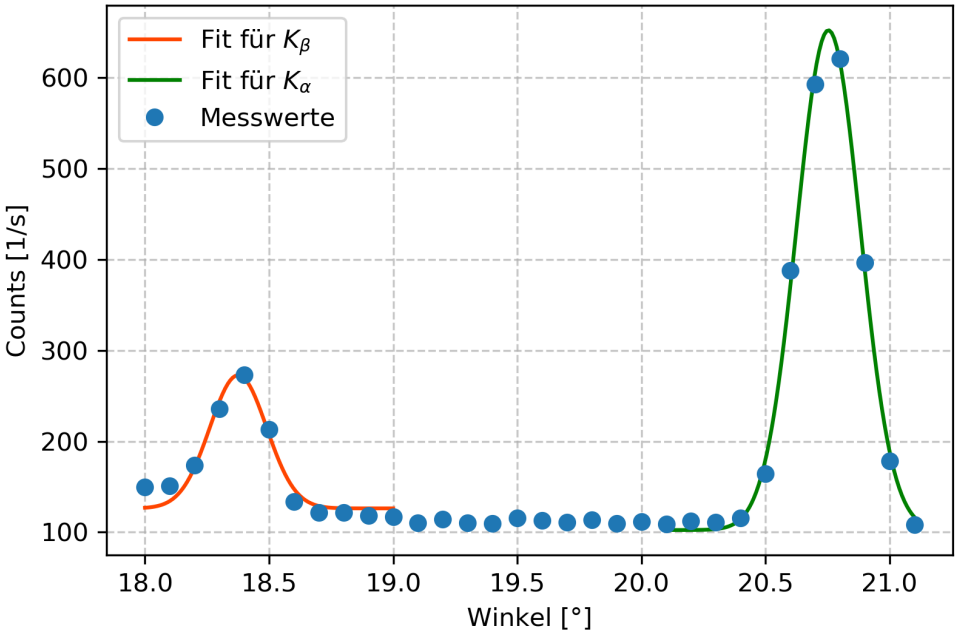


Diagramm 2: Genauere Messungen der Peaks in zweiter Ordnung mit gefitteten Gaußkurve

Postionen der Linien:

$$K_\alpha{:}(20,75 \pm 0.13)^\circ$$
$$K_\beta{:}(18.37 \pm 0.11)^\circ$$

Wellenlängen der Linien:

$$K_\alpha{:}(71,35 \pm 0,9)pm$$
$$K_\beta{:}(63,47 \pm 0,7)pm$$

Wir vergleichen die Werte mit Gleichung (15) mit den Literaturwerten die gegeben sind als

$$\bar{K_\alpha}{:}71,1pm$$
$$\bar{K_\beta}{:}63,1pm$$

Daraus erhalten wir folgende Tabelle mit den jeweiligen σ-Abweichungen

	1.Ordnung	2.Ordnung
K_α	1σ	$0,33\sigma$
K_β	$0,71\sigma$	$0,57\sigma$

Tabelle 1: σ-Abweichung der K-Linien

3.3 Bestimmen der Einsatzspannung

Es wird aus den Messungen bei festem Winkel von $\theta = 7,5°$ und variierter Spannung die Einsatzspannung, also die Spannung, bei der detektiert wird, extrapoliert:

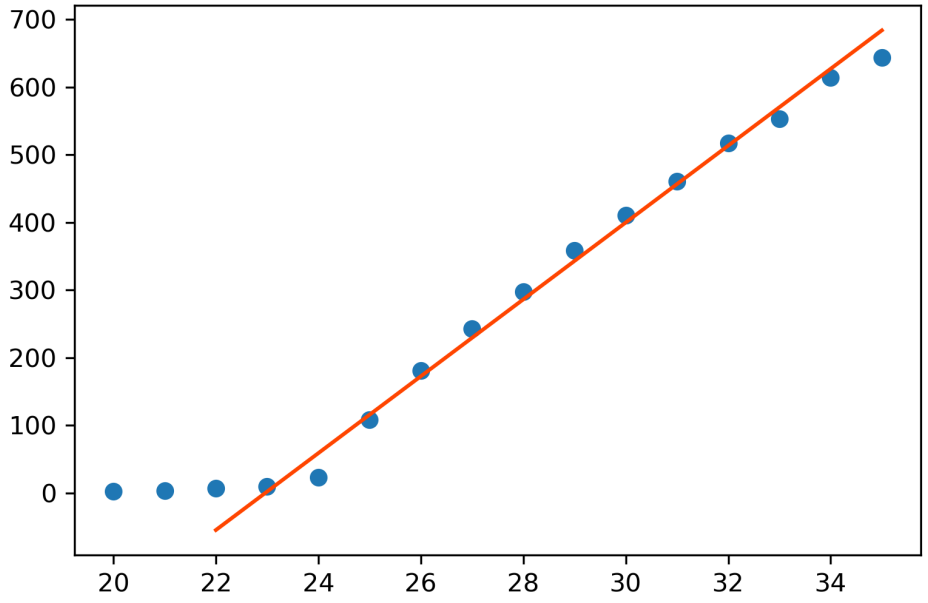


Diagramm 4: Die Zählraten bei verschiedenen Spannungen und festem Einfallswinkel von $7,5°$

Wir erhalten daraus folgenden Wert durch extrapolieren des Anstiegs

$$U = (22,96 \pm 0,7)kV$$

Man kann mit diesem Wert wieder das Planck'sche Wirkungsquantum berechnen. Dazu berechnen wir die Wellenlänge mit Hilfe des Braggschen Gesetz, Gleichung (6). Die Wellenlänge beträgt, für $n = 1$ und dem geschätztem Fehler $\Delta\theta$

$$\lambda = (52,57 \pm 0,11)pm$$

mit der Fehlerformel (9), diesmal mit $n = 1$ Wir erhalten mit Gleichung (10) folgenden Wert

$$h = (6,45 \pm 0,20) \cdot 10^{-34} Js$$

mit Fehlerformel (11). Wenn wir diesen Wert noch vergleichen mit Hilfe folgender Formel

$$\frac{|x - y|}{\sqrt{(\Delta x)^2 + (\Delta y)^2}} \tag{15}$$

Wobei x und y die zu vergleichenden Werte sind und Δx bzw. Δy. Wir erhalten also eine σ-Abweichung von

$$\Delta\sigma = 0,52$$

Man sieht hier, dass die Abweichung unterhalb des 3σ-Bereichs liegt. Man kann also systematische Fehler, ausschließen.

3.4 Messung des Röntgenspektrums mit einem NaCl-Kristall

Das Spektrum aus der Bestrahlung des Kochsalzkristalls wird analog zu den vorherigen aufgetragen, um hier ebenfalls die Lage der K_α- und K_β-Linien zu bestimmen.Es ergibt sich:

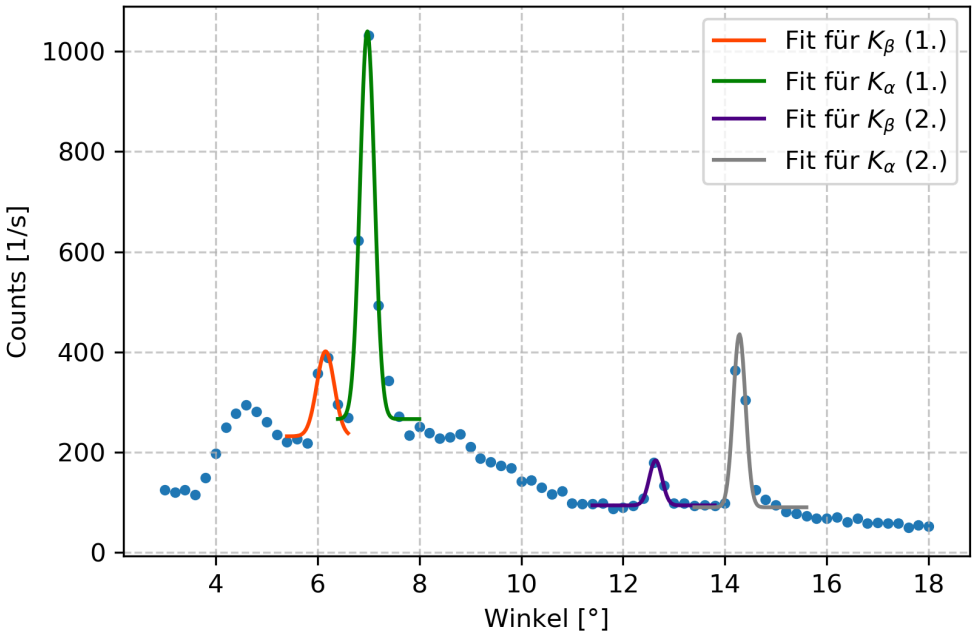


Diagramm 5:Das Röntgenspektrum am NaClkristall mit angelegtem Gaußfits

Analog zu (3.1) ergeben sich folgende Werte: Postionen der Linienm 1.Ordung:

$$K_\alpha{:}(6.97 \pm 0.14)^\circ$$
$$K_\beta{:}(6.15 \pm 0.17)^\circ$$

Postionen der Linien 2.Ordung:

$$K_\alpha{:}(14.28 \pm 0.12)^\circ$$
$$K_\beta{:}(12.63 \pm 0.13)^\circ$$

Verwendet man nun die Werte aus (3.1) für die Wellenlängen können wir mit dem Bragg'schen Gesetz Netztenabstand berechnen. Aus (6) folgt:

$$d = \frac{n\lambda}{2\sin\Theta} \tag{16}$$

Der Fehler berechnet sich wie folgt:

$$\Delta d = \sqrt{\left(\frac{\partial d}{\partial \lambda}\Delta\lambda\right)^2 + \left(\frac{\partial d}{\partial \theta}\Delta\theta\right)^2} \tag{17}$$
$$= d\sqrt{\left(\frac{\Delta\lambda}{\lambda}\right)^2 + \left(\frac{\Delta\theta}{\tan(\theta)}\right)^2} \tag{18}$$

Wir erhalten also, für die erste Ordnung folgende Werte, wenn wir die berechneten Wellenlängen einsetzen.

$$K_\alpha{:}(295 \pm 6)pm$$
$$K_\beta{:}(296 \pm 9)pm$$

und für die zweite Ordnung, also für $n = 2$:

$$K_\alpha{:}(289 \pm 4)pm$$
$$K_\beta{:}(290 \pm 4)pm$$

Wir erhalten folgenden Mittelwert und Fehler:

$$\bar{d} = (293 \pm 7)pm$$

Daraus kann man mit Gleichung (8) die Avogadro-Konstante N_A berechnen. Der Fehler

berechnet sich wie folgt:

$$\Delta N_A = N_A \cdot 3\frac{\Delta d}{d} \tag{19}$$

Daraus insgesamt folgenden Wert:

$$N_A = (5,4 \pm 0,4) \cdot 10^{23} \frac{1}{mol}$$

Wenn wir diesen mit dem Literaturwert $\bar{N_A} = 6,022 \cdot 10^{23} \frac{1}{mol}$, mit Hilfe von Gleichung (15), wobei nur der Fehler der gemessen Avogardro-Zahl verwendet wird. Es ergibt sich folgende Abweichung:

$$\Delta\sigma = 1,56$$

Auch hier liegt es innerhalb des 3σ- Bereiches.

4. Zusamenfassung und Diskussion

4.1 Diskussion und Kritik

4.1.1 Bestimmen der Planck'sche Wirkungsquantum h

Die Abweichung liegt zwar nicht über der Signifikanzschwelle von 3 σ, allerdings könnten mögliche Verbesserungen der Genauigkeit wahrscheinlich durch genauere Messungen erzielt werden, die Ergebnisse deuten auf eine ungenaue Messung hin. Durch eine bessere Auswahl des relevanten Bereiches für das Anlegen der Geraden könnten dann auch noch bessere Ergebnisse erzielt werden. Auch könnte man noch mehrere Messungen in diesem Bereich durchführen.

4.1.2 Bestimmen der K-Linien

Wir sehen anhand der Tabelle (1), dass die Messwerte innerhalb des 3σ Bereiches liegen. Auffällig ist jedoch, dass alle Werte nach oben abweichen. Man könnte hier ein systematischen Fehler vermuten. Eine mögliche Fehlerquelle, ist als das LiF-Kristall eingesetzt wurde der Kristall nicht auf 0° eingestellt wurde. Da die gemessen Winkel, würden hier einige Bogenminute ein Unterschied machen. Um diesen Fehler zu minimieren hätte man noch mal überprüfen, können ob der Winkel tatsächlich bei 0° liegt.

4.1.3 Extrapolation der Einsatzspannung

Bei der Wellenlängenbsetimmung ist die Verwendung von $n = 1$ gerechtfertigt, da zuvor bestimmt wurde, dass die 2.Ordnung erst bei $9,6°$ anfängt. Hier liegt der Wert, der für das Planck'sche Wirkungsquantum bestimmt wurde, näher an den Literaturwert, als bei der Messung in 3.1 . Dies liegt daran, dass bei der Spektrumextrapolation, Messpunkte unterschiedlicher Wellenlängen verwendet werden. Diese müsste man aber jeweils auf Eigenabsorption in der Anode, dem Röhrenfenster etc. sowie auf das unterschiedliche Reflexionsvermögen des LiF-Kristalls korrigiert werden. *(Quelle: Jens Wagner, PAP 2.2 , Stand: 2024)*

4.1.4 Messung am NaCl-Kristalls

Hier wurde leider kein Literaturwert für die Netzenabstand für das NaCl-Kristalls gegeben. Weswegen der bestimmte Wert nicht auf Richtigkeit überprüft werden kann.
Die σ-Abweichung bei der Bestimmung der Avogadro-Konstante N_A liegt auch innerhalb des 3σ Bereiches. Die eher kleine σ-Abweichung liegt an der relativ großen Fehlers bei der Gitterkonstante. Um eine bessere Messungen und einen kleinen Fehler zu erhalten, hätte man wie auch bei dem LiF-Kristall genauere Messung mit einem kleineren Winkelbereich $\Delta\beta$ in den Bereichen der Linien durchführen.

4.2 Fazit

Insgesamt weichen die Ergebnisse nicht weit von den Erwartungen ab. Die meisten Werte weichen nicht stark von den Literaturwerten ab. Für genauere Werte und kleiner Fehler, sind mehrmalige Messungen mit kleineren Winkelbereichen $\Delta\beta$ am sinnvollsten.