Versuch 256 - Röntgenfluoreszenz

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 Messaufbau 5

3 Auswertung **6**
3.1 K_α-Linien 6
3.2 K_β-Linien 8
3.3 K_β-Linien (Korrektur) 11

4 Zusamenfassung und Diskussion **13**
4.1 Diskussion und Kritik 13
4.1.1 K_α-Linien 13
4.1.2 K_α-Linien 13
4.2 Fazit 13

0. Messprotokoll

Messprotokoll: Röntgenfluoreszens

26.11.24
Horish Mahendran
Jonas Schweer

Messgeräte

- Röntgengerät mit Röntgenröhre (Molybdän-Anode)
- Röntgenenergiedetektor
- Vielkanalanalysator
- Metallproben
- Computer

Versuchsdurchführung

Wir nehmen in dem digitalen Rechenprogramm zur Auswertung elektronischer Datenströme folgende Einstellungen vor:

- 512 Kanäle
- negative Pulse
- Verstärkung = Faktor -2,5
- Messzeit = 180s

An unserem Röntgenstrahl-analysierapparatus nehmen wir zudem folgende Einstellungen vor:

- 35 kV
- 1 mA

Wir legen nun verschiedene Platten in den Analysator und stellen die Hochspannung an. Mit dem PC (Persönlicher Computer, verbaut: Intel Core i5-3470 4GB DDR3 Ram) nehmen wir die Messwerte auf. Wir messen die Metalle:

Fe, Cu, Ag, Zn, Zr, Ni, Ti, Mo

Wir legen an die K_α-Linie des Fe- und Mo-Spektrums eine Gaußverteilung an und notieren den Mittelwert und die Standardabweichung:

Fe: $\mu = 81{,}943$ $\sigma = 3{,}083$

Mo: $\mu = 231{,}3$ $\sigma = 2{,}715$

Mit diesen Messwerten kalibrieren wir unsere Energieskala

Nun legen wir weitere Gaußkurven an die restlichen Linien an und notieren die Werte:

Cu: $\mu_\alpha = 7{,}84\,keV$, $\sigma_\alpha = 0{,}33\,keV$ (blau)
$\mu_\beta = 12{,}02\,keV$, $\sigma_\beta = 0{,}83\,keV$

Ag: $\mu_\alpha = 21{,}9\,keV$, $\sigma_\alpha = 0{,}19\,keV$ (Lila)
$\mu_\beta = 24{,}5\,keV$, $\sigma_\beta = 0{,}2\,keV$

Zn: $\mu_\alpha = 8{,}44\,keV$, $\sigma_\alpha = 0{,}34\,keV$ (grün)
$\mu_\beta = 12{,}83\,keV$, $\sigma_\beta = 1{,}22\,keV$

Zr: $\mu_\alpha = 15{,}84\,keV$, $\sigma_\alpha = 0{,}2\,keV$ (dunkelblau)
$\mu_\beta = 17{,}67\,keV$, $\sigma_\beta = 0{,}23\,keV$

Ni: $\mu_\alpha = 7{,}23\,keV$, $\sigma_\alpha = 0{,}38\,keV$ (magenta)
$\mu_\beta = 11{,}19\,keV$, $\sigma_\beta = 0{,}37\,keV$

Ti: $\mu_\alpha = 4{,}96\,keV$ $\sigma_\alpha = 0{,}19\,keV$ (braun)
$\mu_\beta = 7{,}38\,keV$ $\sigma_\beta = 0{,}26\,keV$

Mo: $\mu_\alpha = 17{,}51\,keV$ $\sigma_\alpha = 0{,}17\,keV$ (schwarz)
$\mu_\beta = 19{,}57\,keV$ $\sigma_\alpha = 0{,}2\,keV$

Fe: $\mu_\alpha = 6{,}4\,keV$ $\sigma_\alpha = 0{,}3\,keV$ (rot)
$\mu_\beta = 9{,}81\,keV$ $\sigma_\beta = 0{,}26\,keV$

Nun vermessen wir drei unbekannte Legierungen mit dem Programm um die chem. Zusammensetzung herauszufinden.

Legierung 5: W + Ga

Legierung 3: Cu + Zn (Messing)

Legierung 1: Fe + Cr + Ni (Edelstahl)

Magnet: Co + Ni (+ Hg ? Ergibt aber wenig Sinn)

26.11 AQB

1. Einleitung

1.1 Motivation

Man kann Materialien zum fluoreszieren anregen, in dem man diese mit energetischen Starhlung bestrahlt. Die Abstrahlung des Materials gibt ein für das Material charaktischen Spektrum. In diesem Versuch werden mit Röntgenspektren die Zusammensetzung der Legierungen bestimmt.

1.2 Grundlagen aus der Physik

Die energetische Röntgenstrahlung kann Elektronen der inneren Atomschalen aus den Atomen herauslösen. Die so entstandenen unbesetzten Energieniveaus werden durch höherenergetische Elektronen aus höheren Schalen ausgefüllt. Die Energiedifferenz wird als elektromagnetische Welle abgestrahlt, meistens Röntgenstrahlen. Die abgestrahlten Energien sind charakteristisch für das bestrahlte Material. Aus dem Bohr'sche Atommodell kann man folgende Nährung erhalten für die Energiedifferenz ΔE beim Wechsel von der n_2. Schale auf die n_1. Schale

$$\Delta E = E_2 - E_1 = chR_\infty \left(\frac{(Z-\sigma_{n_1})^2}{n_1^2} - \frac{(Z-\sigma_{n_2})^2}{n_2^2} \right) \tag{1}$$

Wobei R_∞ die Rydbergkonstante, c die Lichtgeschwindigkeit, h das Planck'sche Wirkungsquantum, und Z die Kernladungszahl ist. Als σ_i werden die Abschirmungskonstanten bezeichnet. Sie gibt die Abschirmung der Kernladungszahl durch die umgebenden Elektronen an. Wenn man die beiden zu σ_{12} mittelt erhält man

$$\Delta E = chR_\infty (Z-\sigma_{12})^2 \left(\frac{1}{n_1^2} - \frac{1}{n_2^2} \right) \tag{2}$$

Durch einsetzen der Rydberg-Energie $E_R = hcR_\infty$ erhalten wir das Gesetz von Moseley

$$\sqrt{\frac{E}{E_R}} = (Z-\sigma_{12}) \sqrt{\frac{1}{n_1^2} - \frac{1}{n_2^2}} \tag{3}$$

Betrachten wir ein Elektron, was von der 2. Schale in die 1.Schale rückt, wenn K_α-Strahlung freigesetzt wird, erhalten wir folgende Näherung für die Strahlungsenergie

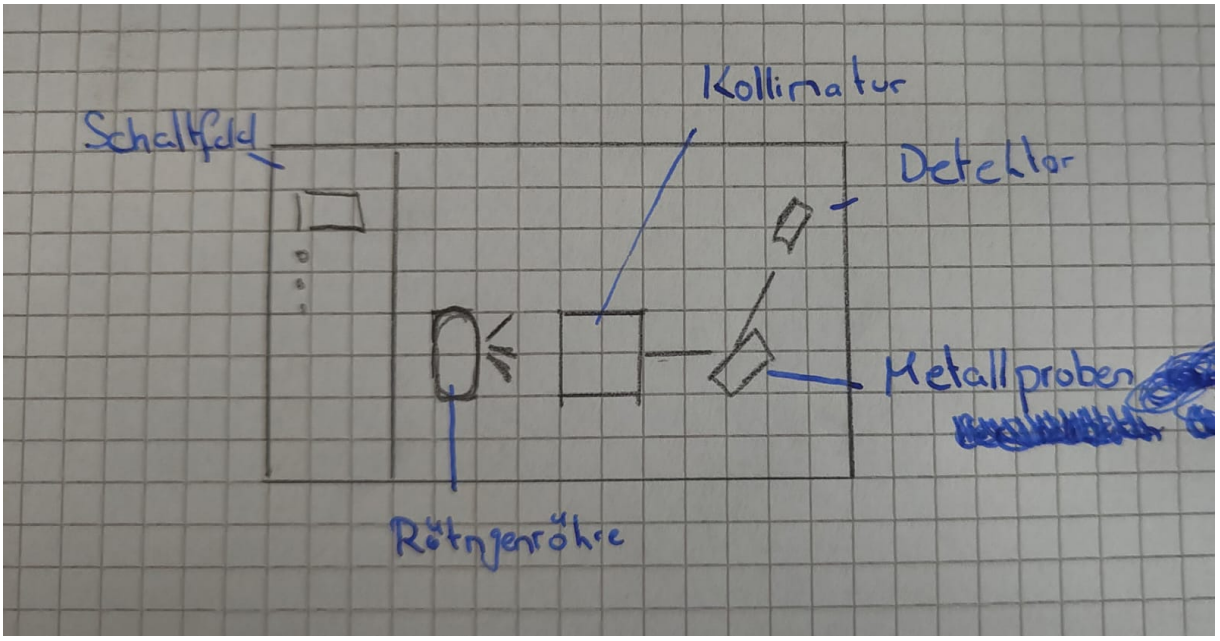
$$\sqrt{\frac{E}{E_R}} = (Z-1) \sqrt{\frac{3}{4}} \tag{4}$$

Röntgenenergiedetektor

Um die Energie der Fluoreszenzstrahlung zu bestimmen, verwenden wir ein Halbleiterdetektor, also eine Diode die in Sperrrichtung betrieben wird. Die Diode ist der Übergang zwischen einem n-Halbleiter mit vielen mobilen Elektronen, und einem p-Halbleiter mit Fehlstellen. Die Fehlstellen wirken hier als positive Ladungsträger. Am Übergang kommt es zu Diffusion der "positivenünd negativen Ladungsträger. Beim Zusammentreffen der Ladungsträger kommt es zur Rekombination, das führt dazu, dass es in der Grenzschicht wenige bis keine freien Ladungsträger gibt, diese Schicht bezeichnet man deswegen als "Verarmungszone". Die Größe diser Zone ist dadurch limitiert, dass sich durch die Ladungsträgerverschiebung ein der Diffusion gegengerichtetes elektrisches Feld aufbaut. Wird nun an das Element eine zusätzliche Spannung so angelegt, dass sich der p-Halbleiter auf einem negativen Potential relativ zum n Halbleiter befindet, verbreitert sich aufgrund des "Ladungssoges" durch die Spannung die Veramungszone. Trifft ein γ-Teilchen auf die Verarmungszone, löst es durch den Photoeffekt ein Elektron aus. Dieses gibt ihre kinetisch Energie durch Stöße im Kristallgitter ab, welche Elektronen-Loch-Paare erzeugen, die Menge der gebildeten Paare ist proportional zur Energie des einfallendes Röntgenquants, und kann durch Einsatz einer Integratorschaltung am Spannungskreis bestimmt werden. Die durch den Integrator generierten Impulse werden in einem Vielkanalanalysator ausgewertet. Dieser misst die Verteilung der Impulshöhen, also die Energien der Röntgenphotonen, durch eine Einteilung in Bins der Höhen. So wird ein Histogramm der Energieverteilung erzeugt. Um quantitative Informationen über die absoluten Energien zu gewinnen, wird eine Energiekalibrierung an einem bekannten Energiespektrum durchgeführt, in diesem Versuch durch die $K\alpha$-Linien von Eisen und Molybden.

2. Durchführung

2.1 Versuchskizzen



Versuchsskizze: Röntgengerät

2.2 Messaufbau

In diesem Versuch nutzen wir ein Röntgengerät, das im Kern aus einer Röntgenröhre besteht und ein Röntgenspektrum erzeugt. Dieses Spektrum wird mit einem Kollimators auf eine Halterung gelenkt, auf der die zu untersuchenden Metallproben und Legierungen platziert werden können. Über der Halterung befindet sich ein Energiedetektor, der mithilfe von Halbleitern und eines Vielkanalanalysators die eintreffenden Strahlenergien erfasst. Anschließend werden diese Daten an einen Computer übermittelt, der sie mithilfe eines eigens entwickelten Programms weiter analysiert.

3. Auswertung

3.1 K_α-Linien

Für die Bestätigung des Moseleysche Gesetz und für die Berechnung der Rydberg-Konstante, tragen wir das Wurzel der Emissionsenergien der K_α im folgenden Diagramm auf.

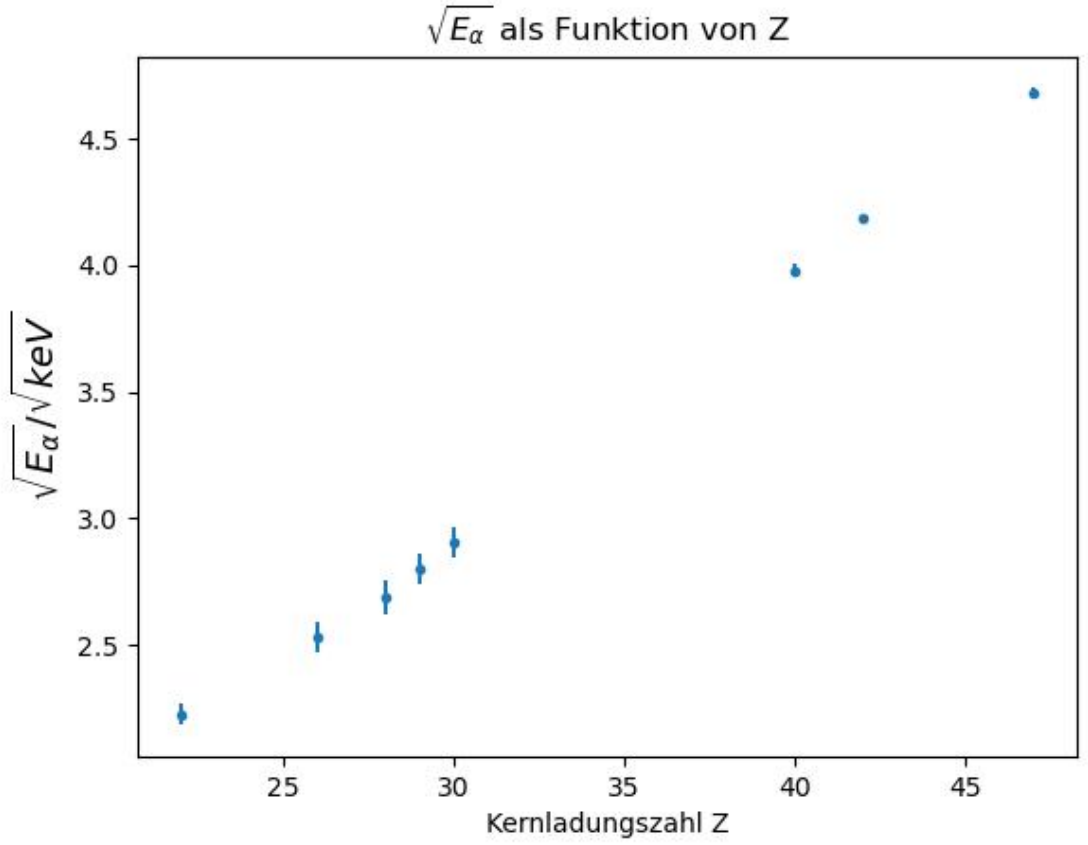


Abbildung 1: Die Wurzel der $K\alpha$-Energie über die Kernladungszahl aufgetragen

Der Fehler lässt sich wie folgt berechnen:

$$\Delta\sqrt{(E_R)_\alpha} = \frac{\partial\sqrt{(E_R)_\alpha}}{\partial(E_R)_\alpha} \cdot \Delta(E_R)_\alpha = \frac{\Delta(E_R)_\alpha}{2 \cdot \sqrt{(E_R)_\alpha}} \tag{5}$$

Mit einem Curve-Fit wird nun eine Gerade durch die Punkte gelegt.

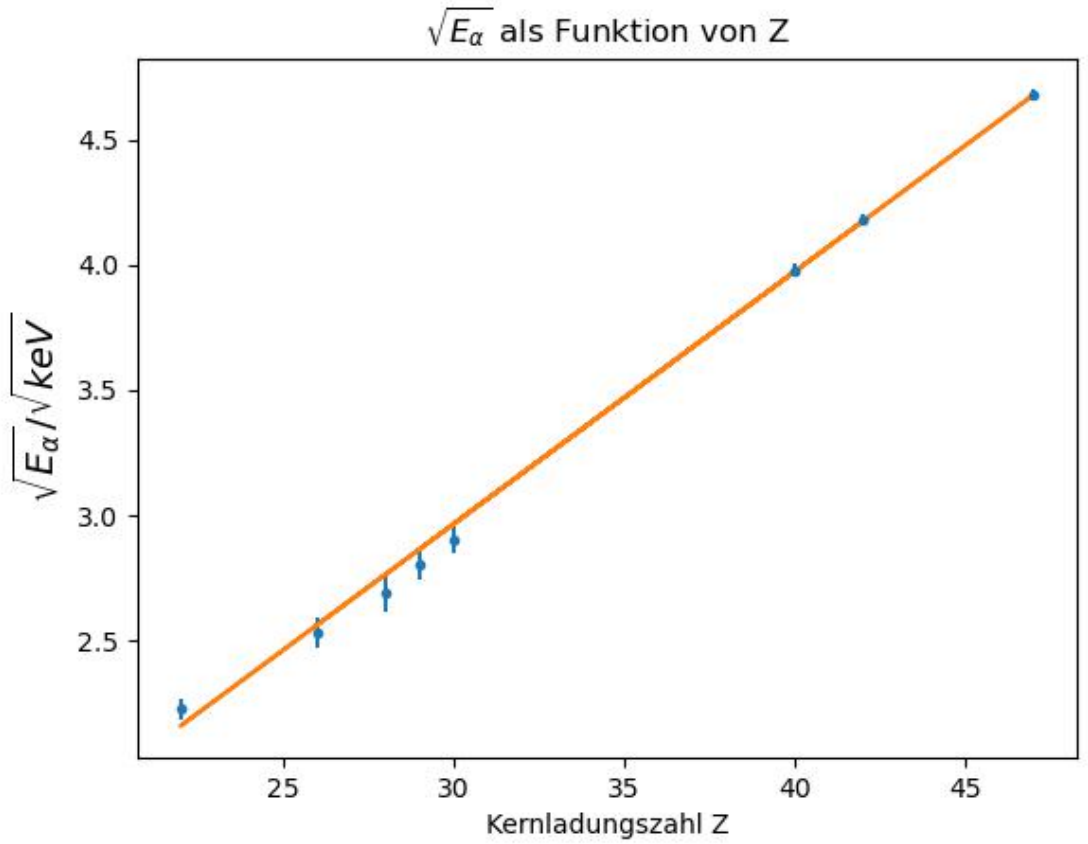


Abbildung 2: Die Wurzel der $K\alpha$-Energie über die Kernladungszahl aufgetragen mit Fitgerade

Aus dem Python-Code folgt:

$$\sqrt{(E_R)_\alpha} = (0,1166 \pm 0,0018)\sqrt{keV}$$

$$\sigma_{1,2} = (0,6 \pm 0.6)$$

Aus dem Quadrat von $\sqrt{(E_R)_\alpha}$ folgt die Rydberg-Konstante:

$$(E_R)_\alpha = (13,6 \pm 0,4)eV$$

Der Fehler lässt sich mit Gauß'scher Fehlerfortpflanzung, wie folgt berechnen:

$$\Delta(E_R)_\alpha = \frac{\partial\sqrt{(E_R)_\alpha}^2}{\partial\sqrt{(E_R)_\alpha}} \cdot \Delta\sqrt{(E_R)_\alpha} = 2\sqrt{(E_R)_\alpha} \cdot \Delta\sqrt{(E_R)_\alpha} \tag{6}$$

Der Literaturwert der Rydbergkonstante ist gegeben als

$$E_{R_{lit}} = 13,606eV$$

(Quelle: Wikipedia ,Stand:2025) Die σ-Abweichung lässt sich mit folgender Formel berechnen:

$$\frac{|x-y|}{\sqrt{(\Delta x)^2-(\Delta y)^2}} \tag{7}$$

Wobei x und y die zu vergleichenden Werte sind und Δx bzw. Δy die Fehler der Werte sind. Da hier für den Literaturwert kein Fehler gegeben ist, wird hier ein Fehler $0,001$ verwendet. Dieser Wert kommt aufgrund von dem Runden des Wertes zustande. Es ergibt sich somit folgende σ-Abweichung:

$$\sigma = 0,015$$

Der Literaturwert für die Abschirmungskonstante für K_α ist gegeben als

$$\sigma_{1,2} \approx 1$$

(Quelle: Wikipedia ,Stand:2025) Es ergibt sich also folgende σ-Abweichung

$$\sigma = 0,67$$

3.2 K_β-Linien

Das gleiche Vorgehen wird auch für die $K\beta$-Strahlung wiederholt. Man muss jedoch beachten, dass der Wechsel von der 3. zur 1.Schale erfolgt. Wodurch die Quantenzahl n_2 als $n_2 = 3$ gegeben ist. Fehlerformel bleiben gleich.

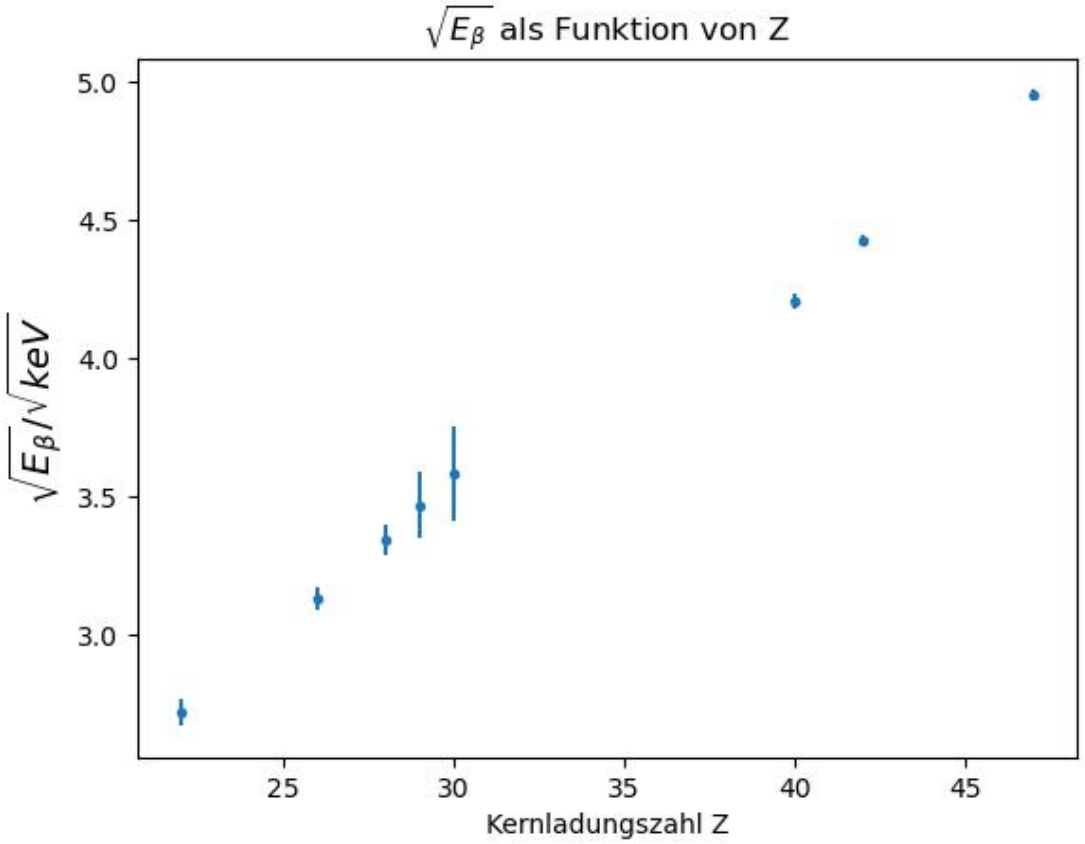


Abbildung 3: Die Wurzel der K_β-Energie über die Kernladungszahl aufgetragen

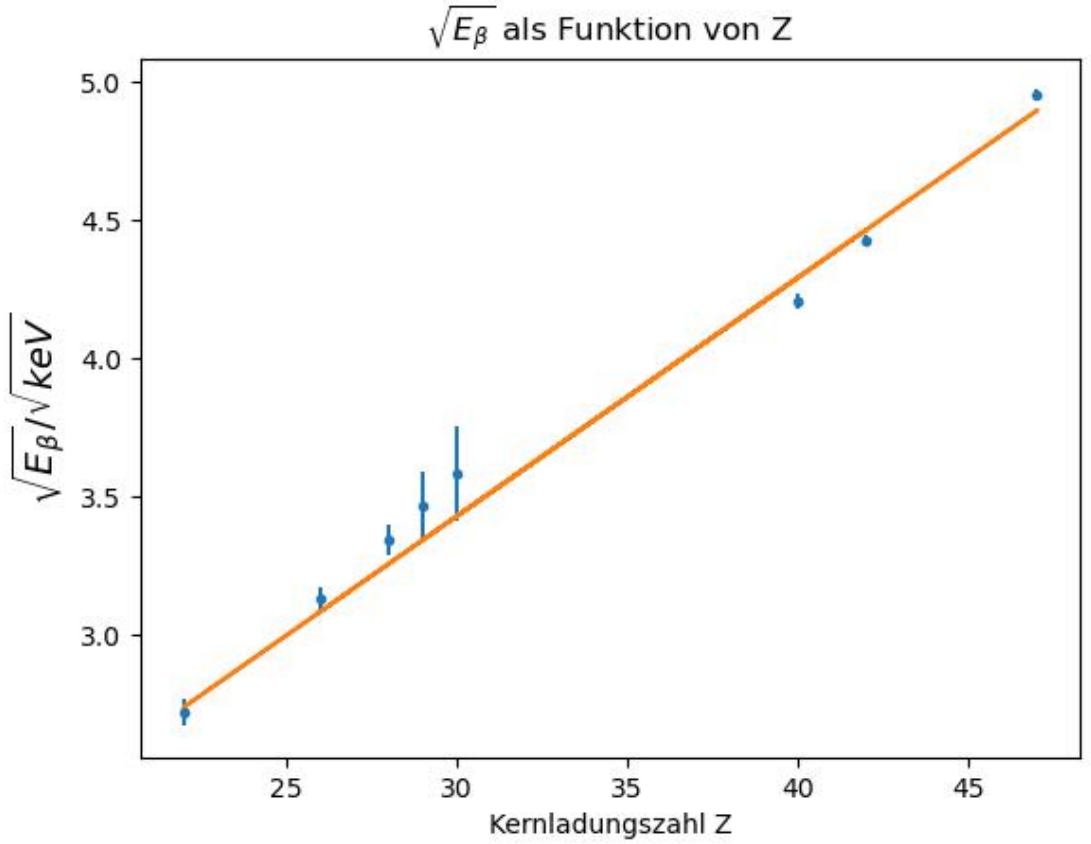


Abbildung 4: Die Wurzel der K_β-Energie über die Kernladungszahl aufgetragen mit Fitgerade

Man kann man im Diagramm sehen, dass die Werte Zr(40), Mo(42), Ag(47) nicht auf der extrapolierten Gerade aus den Werten von Cu(29), Zn(30), Ni(28), Ti(22), Fe(26) liegen. Es lässt sich dadurch vermuten, dass die letzten 3 Werte Fehlmessungen sind. Berechnet man trotzdem die Werte erhält man:

$$\sqrt{(E_R)_\beta} = (0,092 \pm 0,003)\sqrt{keV}$$

$$(E_R)_\beta = (8,4 \pm 0,6)eV$$

$$\sigma_{1,3} = (9,7 \pm 1,8)$$

Es ergibt sich folgende σ-Abweichung:

$$E_R{:}8,68$$
$$\sigma_{1,3}{:}4,38$$

Wobei der Literaturwert für die Abschirmungskonstante $\sigma_{1,3}$ gegeben ist als $\approx 1,8$. (Quelle: Wikipedia Wikipedia ,Stand:2025)
Im folgenden wird die Berechnung von K_β wiederholt, wobei aber die letzten drei Werte aus der Gewichtung fallen:

3.3 K_β-Linien (Korrektur)

Das Verfahren ist analog zu 3.2 K_β-Linien.
Es ergeben sich folgende Diagramme

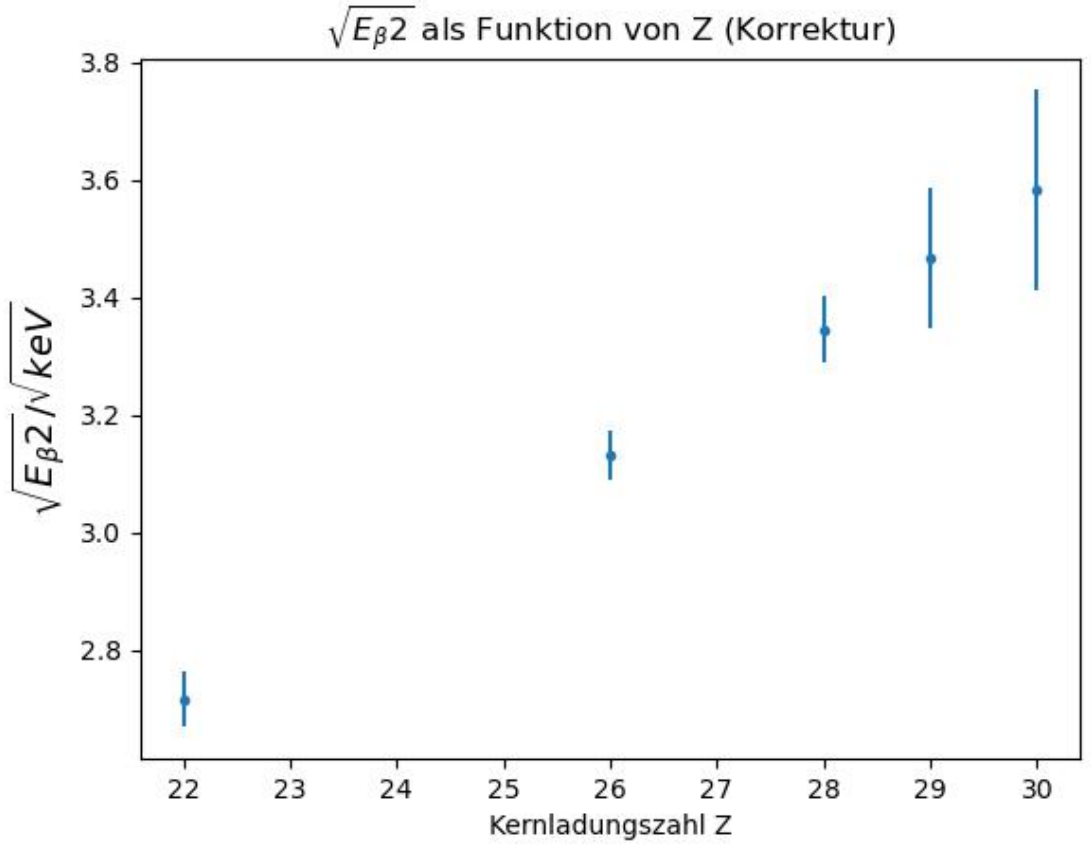


Abbildung 5: Die Wurzel der K_β-Energie über die Kernladungszahl aufgetragen für Cu,Zn,Ni,Ti,Fe

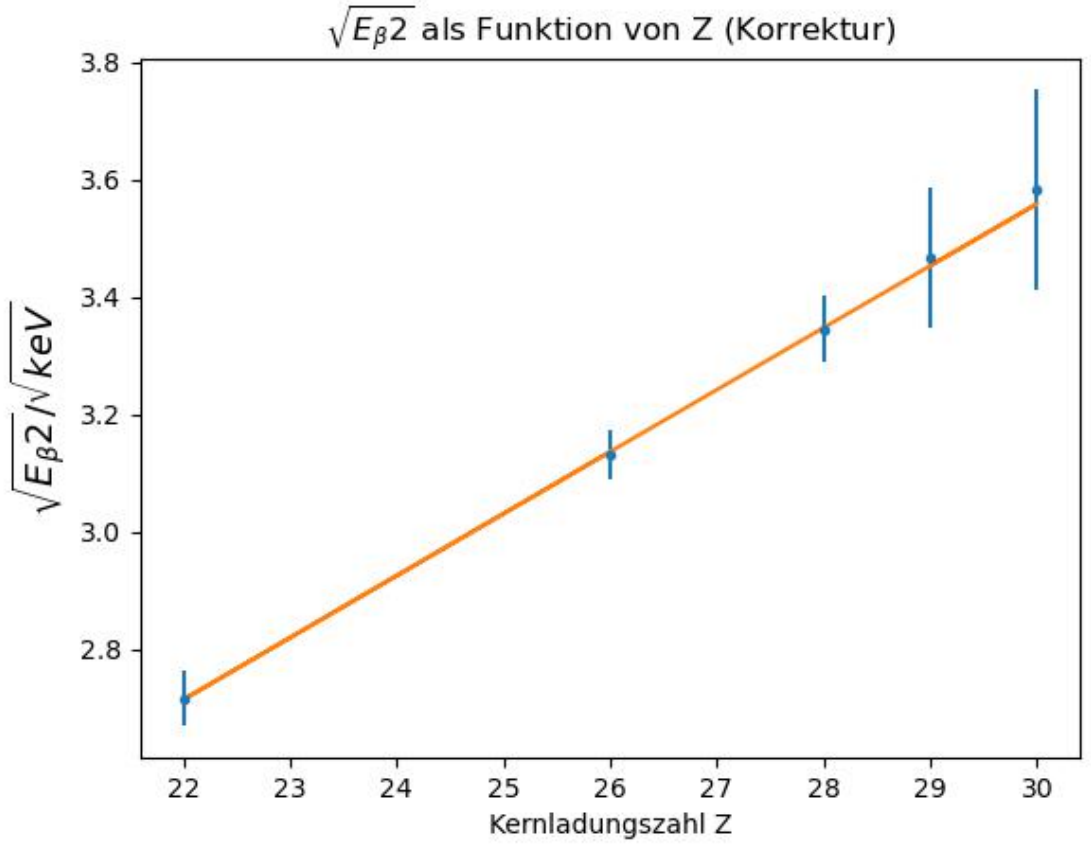


Abbildung 6: Die Wurzel der K_β-Energie über die Kernladungszahl aufgetragen für Cu,Zn,Ni,Ti,Fe mit Fitgerade

Es ergeben sich folgende Werte:

$$\sqrt{(E_R)_\beta} = (0.1120 \pm 0.0014)\sqrt{keV}$$

$$(E_R)_\beta = (12,5 \pm 0,3)eV$$

$$\sigma_{1,3} = (3.7 \pm 0,4)$$

Die σ-Abweichung für E_R ergibt sich zu

$$3,69$$

Die σ-Abweichung für $\sigma 1,3$ ergibt sich zu

$$4,75$$

Der Wert für die Rydbergkonstante ist plausibler.

4. Zusamenfassung und Diskussion

4.1 Diskussion und Kritik

4.1.1 K_α-Linien

Beide Werte, also sowohl die Rydbergkonstante E_R als auch die Abschirmungskonstante $\sigma_{1,2}$ die aus dieser Messung bestimmt werden konnten entsprechen den Literaturwerten, innerhalb des 3σ-Bereiches. Es gibt also keine signifikanten Abweichungen.

4.1.2 K_α-Linien

Wie bereits angesprochen sind die gemessenen Werte wahrscheinlich fehlerhaft. Es lassen sich verschiedene Fehlerquellen vermuten. Eine mögliche Fehlerquelle ist, dass die Platten nicht richtig in die dazugehörige Halteeinrichtung gelegt wurde. Dies erklärt jedoch nicht, dass 3 Messungen hintereinander diese Verschiebung zeigen. Die Möglichkeit, dass die Kalibrierung fehlerhaft war kann man auch ausschließen, da die Messung zu K_α plausibel ist. Eine Möglichkeit ist, dass die Haltevorrichtung verrückt worden ist. Dies haben wir aber nicht überprüft, da der Sprung im Diagramm erst später aufgefallen ist. Wäre dies früher aufgefallen, wäre eine Wiederholung der Messung nur sinnvoll gewesen.
Nach der Korrektur liegen die Werte immer noch außerhalb des 3σ Bereiches, jedoch nicht so signifikant wie bei der Messung ohne Korrektur.

4.2 Fazit

In diesem Versuch konnte der Effekt der Röntgenfluoreszenz ausgenutzt werden, um die Materialbeschaffenheit bestimmter Proben zu bestätigen und diejenige von Proben mit unbekannter Komposition zu bestimmen. Zusätzlich wurde die Gültigkeit des Moseleyschen Gesetzes anhand der Energien der K_α- und K_β-Linien der verschiedenen Materialien verifiziert.