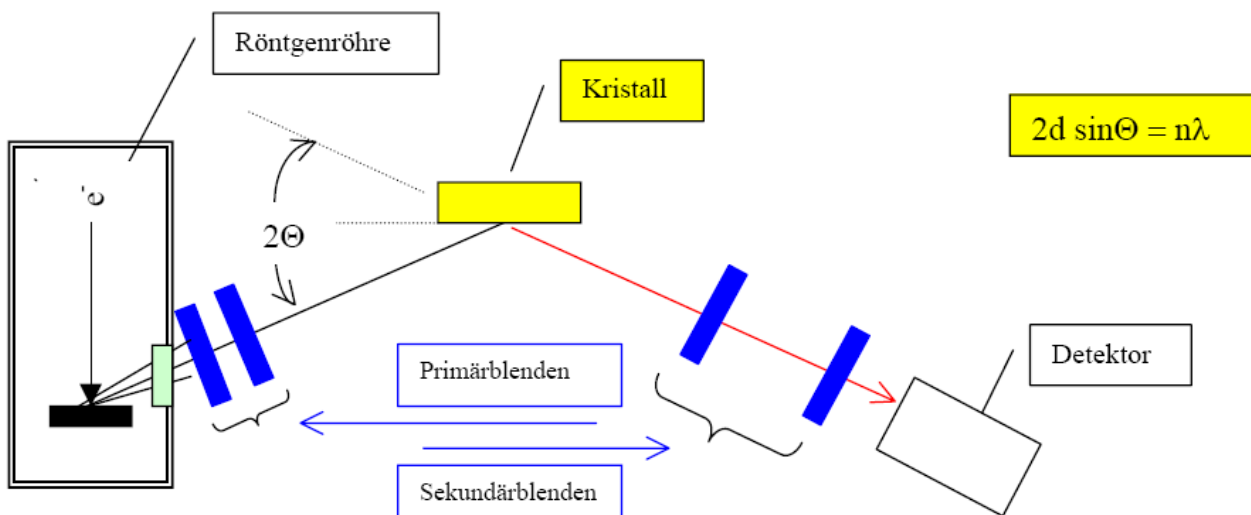


# Protokoll Röntgenspektren

## Aufgabenstellung:

1. Aufnahme und Interpretation des Spektrums  $I(\Theta)$  einer Röntgenröhre mittels eines BRAGG- Spektrometers und Berechnung des Planckschen Wirkungsquantums  $h$  aus der kurzwelligen Grenze  $\lambda_{\min}$  des Bremsspektrums.
2. Bestimmung der Dicke eines Absorptionsfilters aus dem gemessenen Intensitätsverhältnis  $V = I/I_0$  ( $I$  – geschwächte Intensität nach dem Filter,  $I_0$  – ungeschwächte Intensität).
3. Messung des  $K_{\alpha}$ - Dubletts in zweiter oder höherer Beugungsordnung und Erklärung der Beobachtung mit Hilfe der Abhängigkeit des Auflösungsvermögens vom Braggwinkel.
4. Aufnahme einer Detektorcharakteristik und einer Impulshöhenverteilung bei der Winkellage des Intensitätsmaximums einer der charakteristischen Linien.
5. Aufnahme von Fluoreszenzspektren verschiedener Proben mit einem Elektrolumineszenzdetektor und einem Vielkanalanalysator bzw. mit einem Silizium-Drift-Detektor.

## Aufbau und Messprinzip:



Die in der Röntgenröhre durch einen hochenergetischen Elektronenstrahl erzeugte elektromagnetische Strahlung wird durch ein Be-Fenster auf die Primärblenden gelenkt. Diese lassen nur einen kleinen Raumwinkel der Strahlung hindurch, außerdem bewirkt der Kollimator eine Parallelisierung des Strahlenbündels. Die Strahlung trifft mit dem Braggwinkel  $\Theta$  auf einen LiF-Kristall mit einem doppelten 002-Netzebenenabstand  $2d = 4.028 \text{ \AA}$ . Der reflektierte Strahl wird jetzt durch das Sekundärblendensystem gelenkt, dessen Aufgabe es ist, Streustrahlung von anderen Orten als dem Kristall auszublenken.

## Formeln:

Braggbedingung  $n\lambda = 2d \sin \Theta$

- $\lambda$  Wellenlänge
- $n$  Beugungsordnung
- $d$  Netzebenenabstand im LiF-Kristall
- $\Theta$  Braggwinkel

Plancksches Wirkungsquantum  $h = \frac{eU \cdot \lambda_{\min}}{c} = \frac{eU}{c} \cdot \frac{2d}{n} \sin \theta_{\min}$

- $e$  Elementarladung
- $U$  Beschleunigungsspannung der Röntgenröhre
- $\lambda_{\min}$  minimale Grenzwellenlänge
- $c$  Lichtgeschwindigkeit im Vakuum
- $n$  Beugungsordnung
- $d$  Netzebenenabstand im LiF-Kristall
- $\Theta_{\min}$  Braggwinkel

Berechnung der Dicke des Absorptionsfilters:  $d = \frac{\ln \frac{I_0}{I}}{\rho \cdot \frac{\mu}{\rho}}$

- $I_0$  ungeschwächte Intensität
- $I$  Intensität nach Absorption
- $\rho$  Dichte des absorbierenden Materials
- $\mu / \rho$  Absorptionskoeffizient (im Verhältnis zur Dichte)

## Durchführung:

Messparameter:	Detektorspannung $V_D$	-700 V
	Gain (Verstärkung)	110
	Lower Level	0,8 V
	Upper Level	0 V (bedeutet $\infty$ )
	Totzeit	0 $\mu$ s (es wird keine Korrektur berechnet)
	Lower Rate	0
	High Rate	500.000
Blenden:	Primärblenden	1. horizontal: 1,0 mm
		2. vertikal: 6,0 mm
		3. Kollimator (zur Divergenzverringern)
		4. horizontal: 0,25 mm
	Sekundärblenden	1. horizontal: 2,0 mm
		2. vertikal: 6,0 mm
		3. Kollimator
		4. horizontal: 0,1 mm
Röntgenröhre:	Spannung $U$	20 kV bei Winkelbereich 1 40 kV ansonsten
	Stromstärke	10 mA

Als erstes haben wir uns eine Übersicht geschaffen und  $2\Theta = 8 \dots 50^\circ$  in  $0,1^\circ$ -Schritten gemessen. Das Ergebnis dieser Messung ist Online Scan 0, im Anhang zu finden.

Anschließend haben wir 5 Bereiche identifiziert, die wir uns näher angeschaut haben. Dabei fanden wir, im Online Scan 2 den Grenzwinkel mit  $2\Theta_{\min} = 8,74^\circ \pm 0,24^\circ$ , woraus sich eine Grenzwellenlänge von  $\lambda_{\min} = 0,307 \text{ \AA}$ . Daraus ergibt sich mit der obigen Formel ein Plancksches Wirkungsquantum von  $h = 6,556 \text{E-34 Js}$ .

Alle Linien und deren Spezifikationen sind in der folgenden Tabelle aufgeführt:

	Peak	2 $\Theta$ in °	n	Intensität cps	$\Lambda$ in m	Energie in J	E in KeV	Element	Art
Scan 1	1	40,09	1	2222	1,38063E-10	1,43877E-15	8,98 29	Cu	KN2,3 Kbeta2
	2	40,43	1	69314	1,39185E-10	1,42717E-15	8,91 29	Cu	KM2,3 Kbeta1
	3	43,00	1	19918	1,47627E-10	1,34556E-15	8,40 74	W	L3M5
	4	43,34	1	3170	1,48738E-10	1,33551E-15	8,34 74	W	L3M4
	5	44,97	1	253698	1,54047E-10	1,28948E-15	8,05 29	Cu	KL3 Kalpa1
	6	45,08	1	151591	1,54405E-10	1,2865E-15	8,03 29	Cu	KL2 Kalpa2
Scan 4	7	35,98	1	6669	1,24412E-10	1,59664E-15	9,97 74	W	L3N5 Lbeta2
	8	36,52	1	3182	1,26209E-10	1,5739E-15	9,82 74	W	L1M3 Lbeta3
	9	37,10	1	15001	1,28144E-10	1,55014E-15	9,68 74	W	L2M4 Lbeta1
	10	37,69	1	2603	1,30108E-10	1,52674E-15	9,53 74	W	L1M2 Lbeta4
Scan 3	11	22,48	1	4660	7,84996E-11	2,53047E-15	15,80 82	Pb	L1O3 Lgamma4
	12	22,60	1	3915	7,89271E-11	2,51676E-15	15,71 82	Pb	L1O1
Scan 5	13	31,63	1	4818	1,09792E-10	1,80926E-15	11,29 74	W	L2N4 Lgamma1
	14	30,57	1	2786	1,06186E-10	1,87068E-15	11,68 74	W	L1N3 Lgamma3
	15	30,75	1	2544	1,06797E-10	1,85999E-15	11,61 74	W	L1N2 Lgamma2
2te	16	99,81	2	141394	1,54047E-10	1,28948E-15	8,05 29	Cu	KL3 Kalpa1
	17	100,15	2	72337	1,54405E-10	1,2865E-15	8,03 29	Cu	KL2 Kalpa2

Berechnung der Dicke des Absorptionsfilters:

Spannung	Strom	Messzeit	Filter	Zählrate pro s	Impulse
Für Cu K <sub><math>\alpha</math>1,2</sub> : $\mu/\rho = 48,8 \text{ cm}^2/\text{g}$					
16 kV	5 mA	5 s	Nickel	40440,4	202202
16 kV	5 mA	5 s	Nickel	40555,0	202775
16 kV	5 mA	5 s	Leer	72225,0	361125
16 kV	5 mA	5 s	Leer	72441,6	362208
Für Cu K <sub><math>\beta</math>1,2</sub> : $\mu/\rho = 279 \text{ cm}^2/\text{g}$					
20 kV	20 mA	10 s	Nickel	4212,8	42128
20 kV	20 mA	10 s	Nickel	4220,1	42201
20 kV	20 mA	1 s	Leer	133168	133168
20 kV	20 mA	1 s	Leer	133828	133828

Mit Hilfe der oben bereits aufgeführten Formel  $d = \frac{\ln \frac{I_0}{I}}{\rho \cdot \frac{\mu}{\rho}}$  und der Dichte für Nickel ( $\rho = 8,908 \text{ g/cm}^3$ ) erhalten

wir für die Dicke des Absorptionsfilters  $d = 13,34 \mu\text{m}$  für die Werte der Cu K <sub>$\alpha$</sub>  Linien und  $d = 13,90 \mu\text{m}$  für die Werte der Cu K <sub>$\beta$</sub>  Linien.

Aus der Braggbedingung  $n\lambda = 2d \sin \Theta$  folgt mit  $n=2$  der Winkel der 2. Ordnung:  $2\Theta = 99,75^\circ$  bis  $100,11^\circ$ .

Eine Messung an dieser Stelle („2. Ordnung, nje Scan 1“) zeigte, dass die beiden K <sub>$\alpha$</sub>  Peaks weiter von einander getrennt waren als in der 1. Ordnung, so dass der Abstand Beider nun größer als die Halbwertsbreite ist, was als Maß für die Unterscheidbarkeit gilt.

Dies lässt sich mit Hilfe der Bragg-Gleichung erklären indem wir das Auflösungsvermögen ausrechnen:

Mit  $\Delta d = 0$  folgt für den Fehler von  $\lambda$ :  $\Delta \lambda = \frac{2d}{n} \cdot \cos \Theta \cdot \Delta \Theta$

Daraus folgt das Auflösungsvermögen:  $\frac{\lambda}{\Delta \lambda} = \frac{\tan \Theta}{\Delta \Theta}$

und wegen  $\tan(100^\circ) < \tan(45^\circ)$  folgt

$$\frac{\lambda}{\Delta \lambda}(100^\circ) < \frac{\lambda}{\Delta \lambda}(45^\circ).$$

Da ein kleineres Auflösungsvermögen eine größere Genauigkeit impliziert, bedeutet dies also, dass die 2. Ordnung besser aufgelöst ist als die Erste.

Aus der Detektorcharakteristik können wir nun anhand der Peaks deren Position ( $U_{\max}$ ) und Halbwertsbreite (HWB) das Auflösungsvermögen des Detektors bestimmen:

$$\frac{\lambda}{\Delta\lambda} = R_{\text{HWB}} = \frac{\text{HWB}}{U_{\max}} = 0,48 \text{ für } K_{\alpha} \text{ und } 0,38 \text{ für } K_{\beta}.$$

### Fehlerbetrachtung:

Für das Plancksche Wirkungsquantum:

$$h = \frac{eU}{c} \cdot \frac{2d}{n} \sin\theta_{\min}$$

$$\Delta h = \frac{2de}{cn} \cdot (\Delta U \cdot \sin\theta_{\min} + U \cdot \cos\theta_{\min} \cdot \Delta\theta_{\min})$$

- mit: -  $U = 40.000\text{V} \pm 1200\text{V}$  (2% Absolutgenauigkeit + 1% Welligkeit)  
 -  $\theta = 8,74^\circ \pm 0,24^\circ$  (in Rad eingesetzt)  
 -  $n = 1$   
 -  $e = 1,602 \cdot 10^{-19}\text{C}$   
 -  $c = 3 \cdot 10^8 \text{ms}^{-1}$   
 -  $d = 2,014 \cdot 10^{-10}\text{m}$

$$\Delta h = 7,484 \cdot 10^{-35} \text{Js} \quad h = 6,556 \cdot 10^{-34} \text{Js} \pm 0,748 \cdot 10^{-34} \text{Js}$$

Für die Berechnung der Dicke des Absorptionsfilters:

$$\Delta d = \frac{\rho}{\rho\mu} \cdot \frac{I}{I_0} \cdot \left( \frac{\Delta I_0}{I} + \frac{I_0}{I^2} \Delta I \right) + \frac{\rho^2}{\rho\mu^2} \cdot \Delta \left( \frac{\mu}{\rho} \right) \cdot \ln \left( \frac{I_0}{I} \right)$$

$$\Delta d = \frac{\rho}{\rho\mu} \cdot \left( \frac{1}{\sqrt{I_0}} + \frac{1}{\sqrt{I}} \right) + \frac{\rho^2}{\rho\mu^2} \cdot \Delta \left( \frac{\mu}{\rho} \right) \cdot \ln \left( \frac{I_0}{I} \right) \text{ mit } \Delta I_0 = \sqrt{I_0} \text{ und } \Delta I = \sqrt{I}$$

Für Cu  $K_{\alpha}$ :

$$\underline{\Delta d = 0,769 \mu\text{m}}, \text{ mit } \Delta \left( \frac{\mu}{\rho} \right) = 2,5 \frac{\text{cm}^2}{\text{g}} \text{ (Da die Differenz zwischen 2 verschiedenen Nachschlagewerken bereits}$$

$2,15 \frac{\text{cm}^2}{\text{g}}$  ergibt, haben wir den Fehler etwas erweitert. Nachschlagewerke: A.J.C. Wilson und L.I. Komjak)

Für Cu  $K_{\beta}$ :

$$\underline{\Delta d = 0,242 \mu\text{m}}, \text{ mit } \Delta \left( \frac{\mu}{\rho} \right) = 13 \frac{\text{cm}^2}{\text{g}} \text{ (Differenz zw. beiden Tabellen ist } 10 \frac{\text{cm}^2}{\text{g}})$$

$d = 13,34 \mu\text{m} \pm 0,769 \mu\text{m}$  für  $K_{\alpha}$  bzw.  $d = 13,90 \mu\text{m} \pm 0,242 \mu\text{m}$  für  $K_{\beta}$

Aus dem Überlapp der Fehlerbereiche folgt die **Dicke des Filters** eine Spanne von **13,66  $\mu\text{m}$  bis 14,11  $\mu\text{m}$ .**

## Diskussion:

Wir hätten die Messung auch mithilfe der Energieauflösung durchführen können, doch eine Analyse der Detektorcharakteristik hat ergeben, dass diese nicht einmal den K-Alpha und den K-Beta Peak unterscheidbar auflösen kann, da bei einer solchen Messung noch wesentlich mehr Einflüsse eine Rolle spielen.

Weiterhin fällt auf, dass wir relativ ausgeprägte Wolfram-Peaks erkennen können, was seinen Ursprung in der Abnutzung der Glühkathode hat. Da diese irgendwann auch geringe, aber doch vorhandene Mengen des Kathodenmaterials ebenfalls auf die Kupferanode schießt. So entstehen und wachsen langsam die Emissionspeaks des Kathodenmaterials im Spektrum. Unser Kathodenmaterial war eben Wolfram und der Größe der Peaks folgend, war unsere Röntgenröhre schon sehr lange in Gebrauch.

Im letzten zu diskutierenden Punkt möchte ich gern auf das Phantomknie an der Kupfer-K-Alpha1 Linie, welches im Online Scan 1 sehr gut zu erkennen ist, eingehen. Solche Gebilde kommen zustande, wenn das emittierende Material ionisiert wird. Dies hat schließlich zur Folge, dass sich die Energieniveaus verschieben und so andere Wellenlängen emittieren. Da die Anode aber ständig die verlorenen Elektronen neu aufnehmen kann, sind diese Wellenlängen nie stärker ausgeprägt als der Grundzustands-Peak (nicht ionisiert) und bilden so nur eine Begleiterscheinung.

## Literatur:

- B.K. Agarwal X-Ray Spectroscopy, Springer Verlag, Berlin 1991
- A.J.C. Wilson (ed.) International Tables for Crystallography, Vol.C: Math., Phys. and Chem. Tables
- Kluwer Academic Publishers, Dordrecht/Boston/London 1995
- L.I.Komjak Tabellen der Massenschwächungskoeffizienten