

FRIEDRICH-SCHILLER-UNIVERSITÄT JENA

Physikalisch-Astronomische Fakultät

Fortgeschrittenenpraktikum

Versuch:

Röntgenspektroskopie

durchgeführt von: Tobias Bucher, Johannes Wilde

Ausarbeitung erstellt von: Tobias Bucher, Johannes Wilde

erster Versuchstag: 19.05.2014 letzter Versuchstag: 27.05.2014

Gesamtversuchstage: 4 abgegeben am: 03.06.2014

Aufgabenstellung: gemäß Versuchsanleitung: ja
Änderungen:

Betreuer:

Dr. Ingo Uschmann

- wird vom Betreuer ausgefüllt -

Bewertung der Ausarbeitung:

Note: _____

Protokollführung und Form:

Ergebnisse, Auswertung und Interpretation:

Bemerkungen/Hinweise des Betreuers:

Inhaltsverzeichnis

1	Aufgabenstellung	1
2	Grundlagen und Experimentelles	2
2.1	Atomare Übergänge	2
2.1.1	Abstrahlcharakteristik	2
2.2	Röntgenröhre	4
2.3	Röntgendetektoren	5
2.4	Szintillatoren	5
2.4.1	PIN-Diode	6
2.5	Kristallbeugung	7
3	Versuchsaufbau und -durchführung	8
4	Messergebnisse	9
5	Diskussion	9
5.1	Röntgenfluoreszenzspektren [RFS]	18
5.1.1	Galliumarsenit [GaAs]	18
5.1.2	Metalldraht [unbekannt]	19
5.1.3	Kollimator vom Versuchsplatz Debye-Scherrer-Verfahren	19
5.1.4	Aluminium [Al]	20
5.2	Verstärkung der Diode	20
5.3	Comptonstreuung	21
6	Zusammenfassung	22
7	Literatur	22
8	Anhang	23

1 Aufgabenstellung

Teil 1: Spektroskopie der Röntgenröhre

Nehmen Sie die Spektren einer Röntgenröhre mit Molybdänanode für unterschiedliche Anregungsspannungen auf [10kV ... 50kV, mit 10kV Schrittweite] und stellen Sie die Spektren in einer Grafik dar. Kalibrieren Sie die Wellenlänge mit bekannten Emissionslinien der Röhre bzw. Absorptionskanten von den vorhandenen Filtern. Vergleichen Sie die Kalibrierung mit den entsprechend den Positionen des Schrittmotors für den Spektrometerkristall eingestellten Braggwinkeln für unterschiedliche Reflexionsordnungen des Kristalls.

Variieren Sie die Spaltbreiten des Kollimators und überprüfen Sie anhand einer Absorptionskante, wie sich das Auflösungsvermögen des Spektrometers ändert. Geben Sie das Grenzauflösungsvermögen in Abhängigkeit des Braggwinkels an. Bestimmen Sie aus den kurzwelligigen Grenzen des Spektrums für unterschiedliche Anregungsspannungen den Wert $\frac{h}{e}$. Geben Sie den Fehler an.

Nehmen Sie für drei deutlich unterschiedliche Wellenlängen [K-Linien bzw. Bremsstrahlung] mit dem Strahlungsmeßgerät SMCA eine Impulshöhenverteilung auf. Wählen Sie Verstärkung, Pegel [U_{unten}] und Kanalbreite [$U_{\text{oben}} - U_{\text{unten}}$] so, dass bei der Spektroskopie möglichst alle Impulse des Szintillationszählers registriert werden.

Teil 2: Fluoreszenzspektroskopie und Comptonstreuung

Nehmen Sie für GaAs das Fluoreszenzspektrum für alle detektierbaren Beugungsordnungen auf. Vergleichen Sie die Spektren und diskutieren Sie Intensität und Form der Spektrallinien.

Bestimmen Sie von unbekanntem Proben die enthaltenen Elemente anhand der Röntgenspektren. Diskutieren Sie die Nachweisgrenzen für Elemente entsprechend der zu detektierenden Spektrallinien. Diskutieren Sie qualitativ die vorhandene Konzentration anhand der Linienintensitäten.

Messen Sie für Proben, bestehend aus zwei Folien [z.B. Kupfer auf Nickel] die Linienintensitäten in Abhängigkeit vom Einfallswinkel der anregenden Strahlung sowie vom Beobachtungswinkel. Diskutieren Sie die Messungen und vergleichen Sie auch die Lage der Folien [Kupfer vorn, Nickel hinten bzw. Nickel vorn und Kupfer hinten]. Welche Schlussfolgerungen muß man für quantitative Messungen ziehen?

Nehmen Sie ein an einer Graphitprobe gestreutes Spektrum der Röntgenröhre [Molybdänanode] auf. Versuchen Sie, die Wellenlänge der gestreuten Linienstrahlung so genau wie möglich zu messen und vergleichen Sie diese mit der Wellenlänge der K-Linien von Molybdän. Bestimmen Sie für den vorhandenen Streuwinkel die Comptonwellenlänge.

Teil 3: Messungen mit der gekühlten Silizium PIN [Positive-Intrinsic=ladungsarm-Negative] Diode AMPTEC

Machen Sie sich mit der Bedienung und dem Meßprogramm der energieauflösenden Diode vertraut.

Beachten Sie unbedingt die wichtigen Verhaltensregeln beim Benutzen der Amptec Diode.

Vermessen Sie mehrere Fluoreszenzspektren mit Hilfe des Detektors. Vergleichen Sie die Spektren bezüglich Auflösungsvermögens und Nachweisempfindlichkeit und Messzeit mit dem Kristallspektrometer.

2 Grundlagen und Experimentelles

2.1 Atomare Übergänge

Die Elektronenzustände in Atomen sind diskret verteilt. Zu jedem Zustand gehört eine Bindungsenergie des Elektrons und Übergänge zwischen diesen Zuständen finden unter Absorption bzw. Emission eines Photons statt, dessen Frequenz f gerade durch die Energiedifferenz der Zustände gegeben ist

$$\Delta E = E_2 - E_1 = hf = h \frac{c}{\lambda}. \quad (1)$$

Zur Abschätzung der Elektronenenergien wählt man die Energiewerte wasserstoffähnlicher Systeme und unterschlägt damit die Elektron-Elektron-Wechselwirkungen. Es gilt somit in einfacherer Näherung für Übergangsfrequenzen das **Moseleysche Gesetz**

$$f = f_0 \cdot Z^2 \cdot \left(\frac{1}{n_1^2} - \frac{1}{n_2^2} \right) \quad \text{mit } n_1 < n_2, \quad (2)$$

wobei n_i die Hauptquantenzahl des jeweiligen Zustandes, Z die Kernladungszahl und f_0 die Grundzustandsenergie ist. Mittels einer experimentell bestimmbar effektiven Kernladungszahl, welche die Ladungsabschirmung einzelner Elektronen durch die restliche Atomhülle gegenüber dem Kern berücksichtigt, kann die Gültigkeit dieses Modells erweitert werden.

Betreibt man nicht entsprechenden experimentellen Aufwand, beobachtet man lediglich Dipolstrahlung bei Übergängen. Für diese gelten die folgenden Auswahlregeln der Quantenzahlen eines Elektrons

$$\text{Drehimpulsquantenzahl: } \Delta l = \pm 1, \quad (3)$$

$$\text{magnetische Quantenzahl: } \Delta m = 0, \pm 1. \quad (4)$$

Für den täglichen Gebrauch nutzt man die Siegbahn-Notation [enthält viele Ausnahmen, daher auch neuere Notationen gebräuchlich] für die Übergänge. Dazu benennt man die Elektronenschalen [alle Zustände mit gleichem n] von $n=1,2,\dots$ mit den Großbuchstaben K,L,... und fasst dementsprechend alle Elektronenübergänge, die auf der K,L,... -Schale enden zur K,L,...-Serie zusammen. Mit einem griechischen Index α, β, \dots berücksichtigt man die Änderung der Hauptquantenzahl $\Delta n = 1, 2, \dots$ entsprechend. Ferner treten zu jedem Übergang Δn im Allgemeinen mehrere Linien gemäß der Auswahlregeln für Δl auf, welche mit einer weiteren tiefgestellten lateinischen Zahl bezeichnet werden. Hierbei erhalten die Übergänge mit größerer Wahrscheinlichkeit die kleinere Zahl. Um verschiedene Elemente zu vergleichen, stellt man der bisherigen Notation noch das chemische Symbol voran [Beispiel: Mo K_{α_1}]. [5]

2.1.1 Abstrahlcharakteristik

Das Spektrum einer Röntgenröhre hängt stark davon ab, mit welchen Parametern diese betrieben wird. Da in der Beschleunigungsstrecke lediglich den Elektronen kinetische Energie übertragen wird, bedarf es einem Konversionsprozess, bei dem proportional zur angelegten Feldenergie elektromagnetische Strahlung, die Röntgenstrahlung, erzeugt wird. Dazu fokussiert man den Elektronenstrahl auf das Anodenmaterial.

Elektronen, als massebehaftete Teilchen, können ihre kinetische Energie kontinuierlich abgeben. Sie werden durch das Anodenmaterial abgebremst [Ablenkung der Elektronen bei Wechselwirkung hauptsächlich mit Atomkernen] und geben den Differenzbetrag der kinetischen Energie in Form eines Photons ab. Der Grad der Wechselwirkung einzelner Elektronen und damit die Energie der abgestrahlten Photonen ist quasi-kontinuierlich verteilt. Man nennt das auf diese Weise erzeugte Spektrum daher das **kontinuierliche Teilspektrum** der Röntgenröhre. Der qualitative Charakter des Teilspektrums wird durch die Beschleunigungsspannung beeinflusst. Diese gibt die maximale Energie einzelner Elektronen und damit die kleinste Wellenlänge eines Bremsphotons vor [vgl 7].

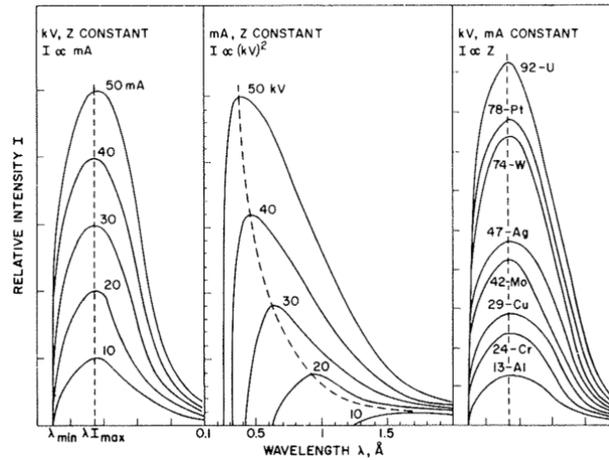


Abbildung 1: Kontinuierliches Teilspektrum einer Röntgenröhre. [1]

Quantitativ steigt die gemessene Intensität sowohl mit dem Röhrenstrom I_b [Anzahl Elektronen] als auch der Kernladungszahl Z des Anodenmaterials [Wirkungsquerschnitt], wie in Abb.1 dargestellt. Es gilt die Abhängigkeit $I_\lambda \sim I_b Z U_b^2$.

Der prinzipielle Verlauf dieses über der Wellenlänge kontinuierlichen Spektrums wird dabei wie folgt beschrieben [5]

$$I_\lambda \propto \frac{1}{\lambda_{\min} \lambda} - \frac{1}{\lambda^2} \quad (5)$$

Jedoch erst ab einer anodenmaterialspezifischen Schwellenenergien [kritische Röhrenspannungen] sind Elektronen geeignet, immer stärker gebundene Elektronen im Anodenmaterial ins Kontinuum zu heben. Die Freistellen werden kaskadenartig durch schwächer gebundene Elektronen im Atom unter Aussenden eines Photons bei entsprechender Übergangsfrequenz besetzt. Die Lage dieser diskreten Linien im Spektrum ist allein durch das Anodenmaterial bestimmt und man spricht vom **charakteristischen Teilspektrum**. Die Intensität dieser Peaks übertrifft dabei den kontinuierlichen Anteil um einen Faktor 3-5. Das bisher diskutierte Spektrum ordnet man der sogenannten **Primärstrahlung** zu.

Ausgehend von dieser Primärstrahlung betrachten wir nun ein Röntgenphoton beim Durchgang durch andere Materialien. Dieses kann Energie nur diskret übertragen [Compton-Streuung unberücksichtigt], indem es entweder erzeugt oder vernichtet wird. Übersteigt die Photonenenergie die Bindungsenergie von Elektronenzuständen im Anodenmaterial, wird die Primärstrahlung noch im Material unter Ionisation eines Atoms absorbiert.

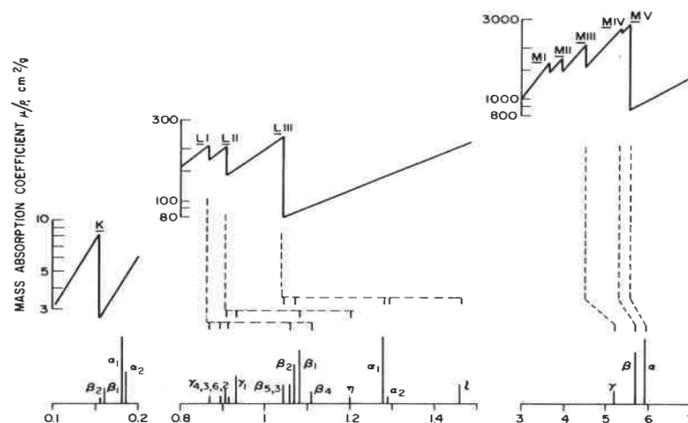


Abbildung 2: Kantenstruktur des spektralen Massenabsorptionskoeffizienten; die Absorptionskante liegt dabei immer zu kleineren Wellenlängen verschoben im Vergleich zur entsprechenden Emissionslinie, die Differenz nimmt ab für Übergänge, die von schwächer gebundenen Zuständen ausgehen, da hierbei der Unterschied zwischen Ionisations- und Übergangsenergie sinkt. [1]

Die beim Auffüllen der Freistelle entstehende **Sekundärstrahlung** oder **Röntgenfluoreszenz** findet man im Spektrum anhand der typischen **Kantenstruktur** wieder, wie sie in Abbildung 2 dargestellt ist. Prinzipiell nimmt der Absorptionskoeffizient eines Materials mit sinkender Wellenlänge ab. Beim Unterschreiten der Absorptionskante des entsprechenden Niveaus steigt die Absorption jedoch schlagartig an. Verringert sich die Wellenlänge weiter, nimmt der Absorptionskoeffizient wieder bis zum Erreichen der nächsten Kante ab.

Ein Sekundärphoton kann jedoch auch noch im Atom ein schwächer gebundenes Elektron herauslösen [Augerelektron], sodass die Röntgenfluoreszenz dieser Linie abgeschwächt wird. Für die Fluoreszenzausbeute ω , welche das Verhältnis zwischen der pro Zeiteinheit entstehenden Freistellen und der Zahl der in dieser Zeit emittierter Photonen angibt, gilt

$$\omega = \frac{Z^4}{A + Z^4} \quad \text{mit } A \sim 10^6 - 10^8. \quad (6)$$

Elemente mit kleinerer Ordnungszahl lassen sich daher immer schlechter anhand von Röntgenfluoreszenz spektroskopieren. [1]

2.2 Röntgenröhre

Der prinzipielle Aufbau einer Röntgenröhre, welche die Glühemission nutzt, ist in Abbildung 3 dargestellt: Links die Kathode, rechts davon der Wehneltzylinder, ganz rechts die Anode und darüber ein Fenster zum Austritt der Röntgenstrahlung. U_h ist die Heizspannung, U_w die des Wehneltzylinders und U_b die Beschleunigungsspannung.

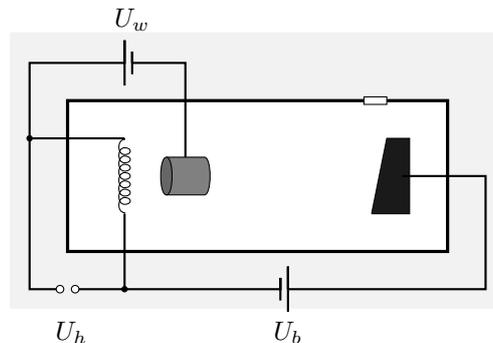


Abbildung 3: Prinzipskizze einer Röntgenröhre.

Die die emittierte Strahlung hauptsächlich charakterisierenden Parameter sind das Anodenmaterial und die Beschleunigungsspannung U_b . Aufgrund der Energieerhaltung und der Konversion der Energie maximal eines Elektrons in ein Photon ist offensichtlich, dass

$$\lambda_{\min} = \frac{hc}{eU_b} \approx \frac{12\text{\AA}}{U_b/\text{kV}}. \quad (7)$$

Das Anodenmaterial bestimmt dabei zum einen die charakteristischen Linien der Röntgenstrahlung, andererseits jedoch auch den Wirkungsgrad der Konversion

$$\eta = C Z U_b, \quad C \sim 10^{-9}/\text{V}. \quad (8)$$

Mit typischen Werten für die Größenordnung der einzelnen Parameter von $Z < 10^2$ und $U_b \sim 10^2$ kV erhält man einen Wirkungsgrad $\eta < 10^{-2}$ für die Konversion. Die Abstrahlung der Röntgenstrahlung vom Anodenmaterial erfolgt jedoch isotrop in den Raum, so dass durch das Fenster nur ein sehr kleiner Teil emittiert wird. Außerdem absorbiert das Fenster vor allem im langwelligen Teil signifikant, so dass der Wirkungsgrad einer Röntgenröhre in der Anwendung unter 0,5‰ [5] liegt.

Alle nicht in Strahlung umgewandelte Energie wird dabei in Wärme umgewandelt, so dass vor allem die Anode stark gekühlt werden muss. Daher wird das Anodenmaterial meist auf Kupfer aufgebracht und dieses mittels einer Wasserkühlung gekühlt. Legt man die Anode auf Masse und lädt die Kathode negativ demgegenüber auf, so kann man diese Kühlung mit normalem Leitungswasser realisieren. In diesem Fall treten jedoch auch aus dem Anodenmaterial beschleunigte Elektronen aus und können das Fenster zerstören.

Alternativ lädt man die Anode positiv auf, muss dann jedoch zur Kühlung destilliertes Wasser oder ein anderes schlecht elektrisch-, gut wärme-leitendes Material verwenden. Dann werden alle zuvor an der Kathode austretenden Elektronen „eingefangen“.

Das Fenster besteht aus einem Material mit möglichst kleiner Kernladungszahl Z , da die Absorption mit mindestens Z^3 geht; meist Beryllium [$Z = 4$].

In der Röhre herrscht ein Hochvakuum, damit die beschleunigten Elektronen die Anode ungestört erreichen. Dadurch wird jedoch der Dampfdruck vor allem der stark erhitzten Kathode nicht vernachlässigbar, so dass hier meist Wolfram verwendet wird.

Über die Heizspannung U_h kann man dabei die Anzahl der pro Zeit ausgelösten Elektronen steuern. Die Beschleunigungsspannung ist dabei so groß, dass die Röntgenröhre im sogenannten „Sättigungsbetrieb“ betrieben wird, i.e. dass alle thermisch ausgelösten Elektronen quasi instantan wegbeschleunigt werden. Man erkennt, dass die Anzahl der pro Zeit thermisch ausgelösten Elektronen gleich dem Strom der beschleunigten ist; die Intensität der Röntgenröhre mittels U_h also steuerbar ist.

Der Wehneltzylinder dient der Fokussierung der ausgelösten Elektronen auf einen kleinen Bereich der Anode.

2.3 Röntgendetektoren

2.4 Szintillatoren

Szintillatoren sind Materialien, die einfallende hochenergetische elektromagnetische Strahlung in mit herkömmlichen Mitteln messbare $[UV, VIS]$ umwandeln. Dabei dominieren abhängig von der Energie der einfallenden Photonen und der [effektiven] Kernladungszahl Z des Materials verschiedenen Effekte [vergleiche Abbildung 4]: der photoelektrische Effekt, der Compton-Effekt oder die Paarproduktion; prinzipiell tritt aber, sofern energetisch möglich, jeder dieser Prozesse immer auf.

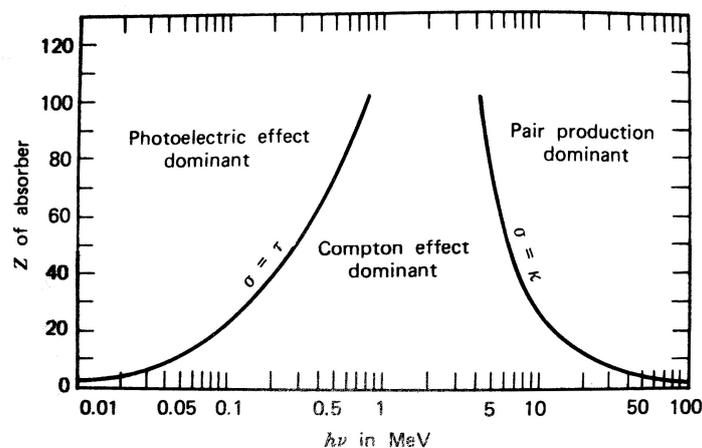


Abbildung 4: Die dominierenden Effekte bei der Szintillation über γ -Energie und Kernladungszahl Z [aus [3]].

Beim Photoeffekt wird die gesamte Energie des einfallenden Photons auf ein Hüllenelektron übertragen und das entsprechende Atom somit ionisiert. Das nun freie und schnelle Elektron löst über Stöße weitere gebundene Elektronen aus und ionisiert weitere Atome, bis die gesamte Energie des eingestrahnten Photons in Ionisationsenergie übergegangen ist. Bei der Rekombination wird nun von jedem dieser ionisierten Atome ein Photon [oder mehrere über Zwischenschritte] niedrigerer Energie - verglichen mit der des anfangs eingestrahnten - isotrop ausgesandt. Aufgrund der diskreten Energieniveaus der Elektronen werden nur Photonen diskreter Energien ausgesandt.

Beim Compton-Effekt wird die frei werdende Energie einer abgebremsten Ladung in elektromagnetische Bremsstrahlung umgewandelt, die energetisch sehr viel niedriger liegt, als die kinetische Energie des beschleunigten Teilchens. Dies erfolgt jedoch nicht diskret - man erhält ein kontinuierliches Spektrum bei niedrigen Energien. Die Intensität ist dabei stark von der Richtung relativ zum einfallenden Photon abhängig: je größer die Energie

des einfallenden Photons ist, desto mehr strahlt das beschleunigte Elektron aufgrund relativistischer Effekte tangential zur Bewegungskurve ab.

Bei der Paarbildung entstehen im elektro-magnetischen Feld eines Atomkerns ein Elektron und ein Positron; dazu muss die Energie des eingestrahlt Photons jedoch mindestens die Energie äquivalent der Ruhemasse der beiden Teilchen [$\sim 1,024 \text{ MeV}$] tragen - damit dieser Prozess wahrscheinlich wird, sogar ein Vielfaches dessen. Die über die mindestens nötige Energie hinausgehende wird in kinetische der beiden Teilchen umgewandelt. Das entstandene Positron wird sehr schnell abgebremst und von anderen Elektronen annihiliert; dabei entsteht wiederum ein Photon, welches nun $1,024 \text{ MeV}$ hat und über die vorig beschriebenen Prozesse in Photonen niedrigerer Energie umgewandelt wird. Das gebildete Elektron wird über Stöße und den Compton-Effekt ebenfalls abgebremst und produziert ebenfalls niederenergetische Photonen.

Die nach dem Szintillator vorhandenen Photonen sind nun mit Photodetektoren messbar; die gesamt gemessene Intensität aller niederenergetischen Photonen ist dabei proportional der des eingestrahlt Photons.

Die Szintillatoren sind jedoch zusätzlich [schwach] dotiert, da die Photonen mit einer für einen Übergang im Festkörper charakteristischen Energie in diesem absorbiert werden. Dieser Prozess ist nicht immer umkehrbar, da zu einem gewissen Anteil die Energie des Photons thermisch verschwindet.

Durch die Dotierung entstehen niedriger gelegene angeregte Zustände im Festkörper, die bei Abregung Photonen liefern, die nur an gleichen Übergängen auch wieder absorbiert werden. Da die Dotierung so schwach ist, ist es erstens unwahrscheinlicher, dass ein Photon diesen Übergang findet. Zweitens sind die Energien niedriger als die des Leitungsbandes, so dass sie relativ schnell wieder besetzt werden und nicht für einen Übergang zur Verfügung stehen.

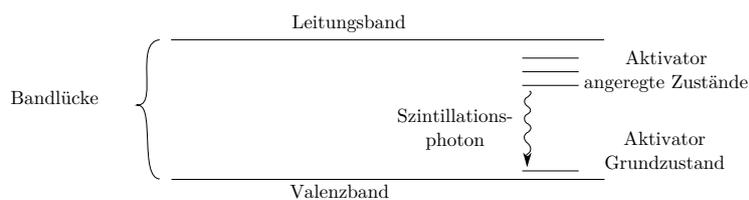


Abbildung 5: Szintillationsprozess - schematisch [nach [3]].

Dadurch verliert man zwar einen kleinen Teil der Energie beim Übergang der Elektronen vom Leitungsband zum angeregten Zustand des Aktivators, nutzt jedoch so vom Festkörper relativ unbeeinflusste Photonen, die man anschließend detektieren kann.

Anschließend müssen die „niederenergetischen“ Photonen über zum Beispiel einen Photomultiplier oder eine Photodiode detektiert werden.

Der Szintillator im Versuch bestand aus Natrium-Iodid und war schwach mit Thallium dotiert.

2.4.1 PIN-Diode

Bei der PIN-Diode handelt es sich um eine spezielle Photodiode. Der Name leitet sich daher ab, dass der in Abbildung 6 grau dargestellte Bereich in der Mitte undotiert ist und somit rein eigenleitend [„intrinsisch“ leitend] ist.

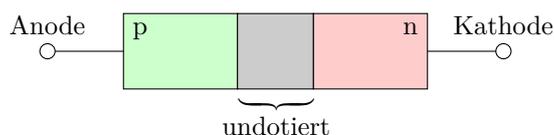


Abbildung 6: Schematische Skizze einer PIN-Diode.

Wird die Diode durch Anlegen einer Spannung vorgespannt, so führt ein auftreffendes Photon über den inneren

photoelektrischen Effekt zu einem Stromimpuls. Dieser ist proportional der Energie des eingestrahnten Photons. Photonen, deren Energie kleiner der Bandlückenenergie des Diodenmaterials [z.B.: Silizium 1,1 eV bei Raumtemperatur], werden dabei nicht detektiert. Für Silizium sind damit Wellenlängen größer 1100 nm nicht mehr detektierbar. Zumindest für die charakteristische Röntgenstrahlung stellt dies keine Einschränkung dar; auch der größte Teil der Bremsstrahlung kann detektiert werden.

Der Vorteil einer PIN- gegenüber normalen Photodioden ist, dass sie eine höhere Sperrspannung und eine niedrigere Eigenkapazität besitzen. Dadurch sind die Messbandbreite und die Auflösung größer.

Die Auflösung ist maßgeblich von der nachgeschalteten Verstärker- und Auswertelektronik bestimmt. Die Reaktionszeit der PIN-Diode liegt nämlich unter 100 ns.

2.5 Kristallbeugung

In einem Kristall sind Atome oder Moleküle in einer regelmäßigen Gitterstruktur angeordnet. Elektromagnetische Strahlung, deren Wellenlänge im Bereich der Abstände zwischen diesen Gitterpunkten liegt, kann an solchen Strukturen gebeugt werden. Betrachten wir zwei Gitterpunkte mit dem Verbindungsvektor \vec{R} und die ein(aus)fallende ebene Welle mit Wellenzahlvektor \vec{k}_0 (\vec{k}) nach Abbildung 7.

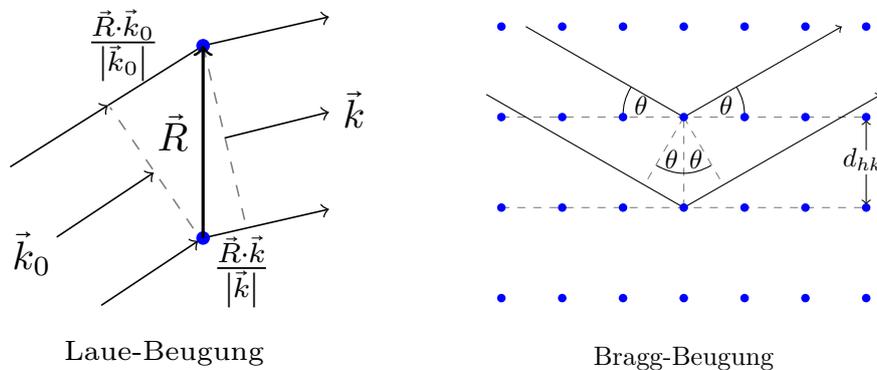


Abbildung 7: Röntgenbeugung am Punktgitter.

Wir wollen zunächst annehmen, dass die Streuung am Gitter elastisch sei, sodass $\vec{k} = \vec{k}_0$. Die einfallende Welle regt an jedem Gitterpunkt phasengleiche Elementarwellen an, welche sich zu neuen Wellenfronten überlagern. Betrachtet man das Fernfeld [Abstand des Beobachters ist viel größer als der Abstand der Gitterpunkte], entstehen konstruktive Überlagerungen, falls

$$\Delta S = \left| \frac{\vec{R} \cdot \vec{k}_0}{|\vec{k}_0|} - \frac{\vec{R} \cdot \vec{k}}{|\vec{k}|} \right| = n \cdot \lambda \quad \xrightarrow{|\vec{k}|=|\vec{k}_0|} \quad \Delta \varphi = k \cdot \Delta S = \Delta \vec{k} \cdot \vec{R} = n \cdot 2\pi \quad \text{mit } n \in \mathbb{N}. \quad (9)$$

Dabei sind ΔS ($\Delta \varphi$) die Weglängen (Phasen-)differenz zweier Elementarwellen ausgelöst an benachbarten Gitterpunkten und $\Delta \vec{k} = \vec{k}_0 - \vec{k}$ der Streuvektor.

Das Punktgitter wird aufgespannt durch die Menge aller ganzzahligen Linearkombinationen eines Satzes an das Punktgitter angepasster Basisvektoren $\{\vec{a}_i\}$, sodass sich der Abstandsvektor \vec{R} als Differenz zweier Gitterpunktvektoren ebenfalls als ganzzahlige Linearkombination der \vec{a}_i schreiben lässt. Soll die obige Bedingung für beliebige Linearkombinationen erfüllt sein, so muss im einzelnen gelten $\Delta \vec{k} \cdot \vec{a}_i = c_i \cdot 2\pi$. Dies ist gerade die Bedingung, dass der Streuvektor ein reziproker Gittervektor \vec{G} sein muss [Laue-Bedingung], da die Basisvektoren $\{\vec{b}_i\}$ des reziproken Gitters über $\vec{a}_i \cdot \vec{b}_j = 2\pi \cdot \delta_{ij}$ zusammenhängen.[7]

Man kann zeigen, dass die Laue-Beugung mathematisch völlig analog zu einer physikalischen Betrachtung ist, die Bragg angestellt hat. Er beschreibt die Kristallbeugung als Reflexion an Netzebenen des Gitters. Wie in Abbildung 7 erkennbar, entsteht in Reflexion unter Berücksichtigung von zwei Netzebenen gerade dann konstruktive Interferenz, falls

$$\Delta S = 2d_{hkl} \sin(\theta) = n \cdot \lambda \quad \text{mit } n \in \mathbb{N} \quad (10)$$

gilt. Man nennt den zu einer gegebenen Wellenlänge und Beugungsordnung gehörenden Winkel θ , welcher die Bragg-Bedingung erfüllt, auch Glanzwinkel. Der Netzebenenabstand d_{hkl} ergibt sich für rechtwinklige Gitter mit

Gitterkonstanten a, b und c aus den entsprechenden Miller-Indizes h, k und l gemäß

$$d_{hkl} = \frac{1}{\sqrt{\left(\frac{h}{a}\right)^2 + \left(\frac{k}{b}\right)^2 + \left(\frac{l}{c}\right)^2}}. \quad (11)$$

3 Versuchsaufbau und -durchführung

Um die Unterschiede der Röntgenfluoreszenzanalyse einerseits mit drehbarem Kristall im θ - 2θ -Aufbau mit Szintillationsdetektor und andererseits mit PIN-Diode zu sehen, gibt es in diesem Versuch drei Versuchsaufbauten. Der erste dient allein der Analyse der Röntgenröhre mittels drehbarem Kristall und Szintillator und ist in Abbildung 8 dargestellt.

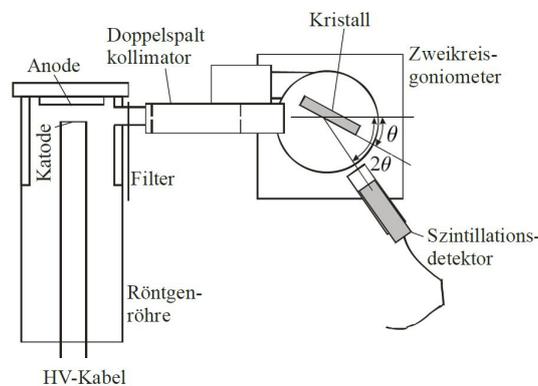


Abbildung 8: 2θ -Messaufbau. [6]

Als zweites soll die Röntgenfluoreszenz an verschiedenen Materialien qualitativ untersucht werden, so dass zusätzlich zwischen Quelle und Kristall das zu untersuchende Material eingebracht werden kann. Da die Fluoreszenz isotrop in den Raum strahlt und von der gesamten bestrahlten Fläche ausgeht, wird hier zusätzlich ein Soller-Kollimator verwendet, um die Interferenzen am Kristall möglichst monochrom zu halten.

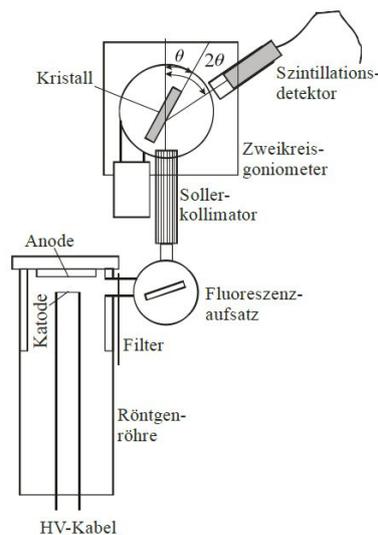


Abbildung 9: Aufbau zur Röntgenfluoreszenzmessung mit Szintillator. [6]

Schließlich werden im Vergleich zu vorigem die gleichen / ähnliche Messungen mit der PIN-Diode als Detektor gemacht, um sowohl Unterschiede beim Versuch als auch in den Messdaten zu sehen.

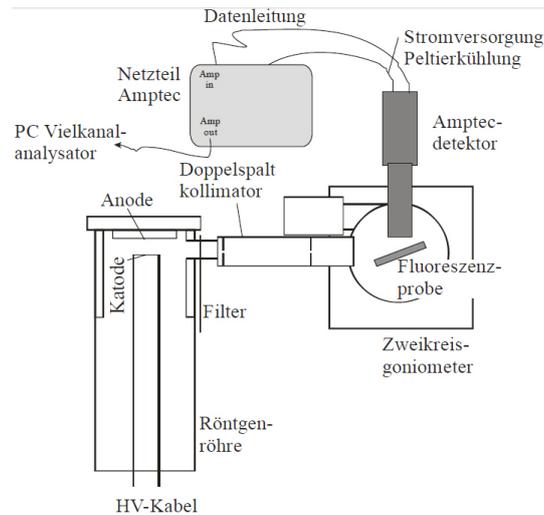


Abbildung 10: Aufbau zur Röntgenfluoreszenzmessung mit PIN-Diode. [6]

Zur Durchführung ist noch der Strahlenschutz zu erwähnen. Alle obigen Aufbauten befinden sich dabei in geschlossenen Kästen, mit Bleiäquivalentfenstern. Ist eine der Türen offen, so geht die Strahlungsquelle nicht, so dass keinerlei Gefahr besteht. Die gesetzlichen 1 mSv sollten so weit unterschritten bleiben.

4 Messergebnisse

$$\frac{h}{e} = 3,957 \frac{\text{J s}}{\text{C}} \pm 0,105 \frac{\text{J s}}{\text{C}}$$

$$\lambda_{C,e^-} = 2,92 \text{ pm} \pm 0,03 \text{ pm}$$

5 Diskussion

Zuerst mussten die Schrittmotoren des 2θ -Aufbaus aufeinander eingefahren werden. Dazu wurde die K_α -Linie des Molybdäns in 2. Beugungsordnung genutzt. Außerdem gab es zusätzlich zu dem Doppelspalt-Kollimator in Abbildung 8 noch einen einzelnen Doppelspalt zwischen Kristall und Szintillationsdetektor.

Machte man diesen Spalt möglichst weit auf, so wurde auf der relativ großen Detektorfläche das Beugungssignal aufgenommen. Über Maximierung dessen konnte zuerst der richtige Winkel des Kristalls zum Strahl eingestellt werden.

Anschließend wurde dieser Spalt verkleinert und versucht, auch den Detektor optimal auszurichten. Um jedoch ein ausreichend großes Signal zu erhalten, wollten wir den Spalt nicht zu klein machen, so dass, wie in Abbildung 11 zu sehen, ein immer noch recht breites Plateau der Intensität während der Bewegung des Detektors entstand.

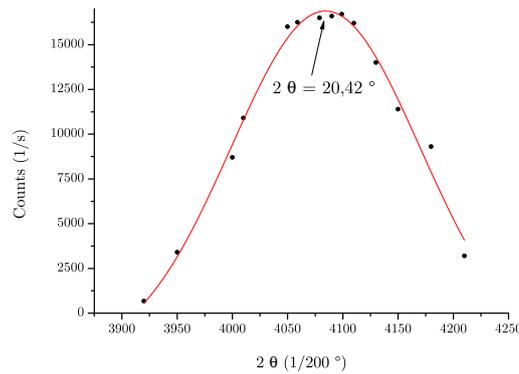


Abbildung 11: Intensitätsverteilung zur Kalibrierung des Detektors relativ zum Kristall.

Nichtsdestotrotz ließ sich das Optimum finden und somit Kristall- und Szintillationsdetektor-Motor so referenzieren, dass sie an dieser Stelle genau dem theoretischen Winkel für die Beugung 2. Ordnung der K_{α} -Linie von Molybdän hinter einem LiF -Kristall in (100)-Orientierung entsprachen [$\theta = 10,146^{\circ}$ bzw. $2\theta = 20,292^{\circ}$]. An dem Unterschied zwischen dem bestimmten Maximum in Abbildung 11 von $2\theta = 20,42^{\circ}$ und dem theoretischen Wert von $2\theta = 20,292^{\circ}$ erkennt man die ursprüngliche Verschiebung von $2\theta = 0,15^{\circ}$. Diese Justage nahm nahezu zwei Drittel des ersten Versuchstags in Anspruch und war somit recht zeitaufwendig.

War nun der Aufbau einmal justiert, so konnte man eine Messung starten. Diese lief voll automatisiert, dauerte jedoch, da für jeden Messpunkt für eine aussagekräftige Anzahl von Impulsen eine Messzeit von 1 s gewählt wurde, lange [ca. 7 min pro $\theta = 10^{\circ}$].

Die so aufgenommenen Spektren sind in Abbildung 12 dargestellt.

Wie nach der Energieerhaltung [vgl. Formel 7 auf Seite 4] zu erwarten, verschiebt sich für kleinere Beschleunigungsspannungen in der Röhre die minimale Wellenlänge zu größeren hin. Dies ist hier sehr gut ersichtlich, da nach der Bragg-Bedingung [vgl. Formel 10 auf Seite 7] die Wellenlänge einer Beugungsordnung genauso streng monoton wie der Beugungswinkel ist [$\theta \leq 90^{\circ}$].

Aus dem „per Hand“ abgelesenen Minimalwinkel ergaben sich so folgende Werte für $\frac{h}{e}$:

Tabelle 1: $\frac{h}{e}$ bestimmt aus λ_{\min} und U_b .

U_b	$\frac{h}{e}$
50 kV	$3,894 \cdot 10^{-15} \frac{J \cdot s}{C} \pm 0,097 \cdot 10^{-15} \frac{J \cdot s}{C}$
40 kV	$3,958 \cdot 10^{-15} \frac{J \cdot s}{C} \pm 0,096 \cdot 10^{-15} \frac{J \cdot s}{C}$
30 kV	$3,879 \cdot 10^{-15} \frac{J \cdot s}{C} \pm 0,100 \cdot 10^{-15} \frac{J \cdot s}{C}$
20 kV	$4,016 \cdot 10^{-15} \frac{J \cdot s}{C} \pm 0,124 \cdot 10^{-15} \frac{J \cdot s}{C}$
10 kV	$4,038 \cdot 10^{-15} \frac{J \cdot s}{C} \pm 0,213 \cdot 10^{-15} \frac{J \cdot s}{C}$
Theorie	$4,136 \cdot 10^{-15} \frac{J \cdot s}{C} \pm 0,273 \cdot 10^{-21} \frac{J \cdot s}{C}$

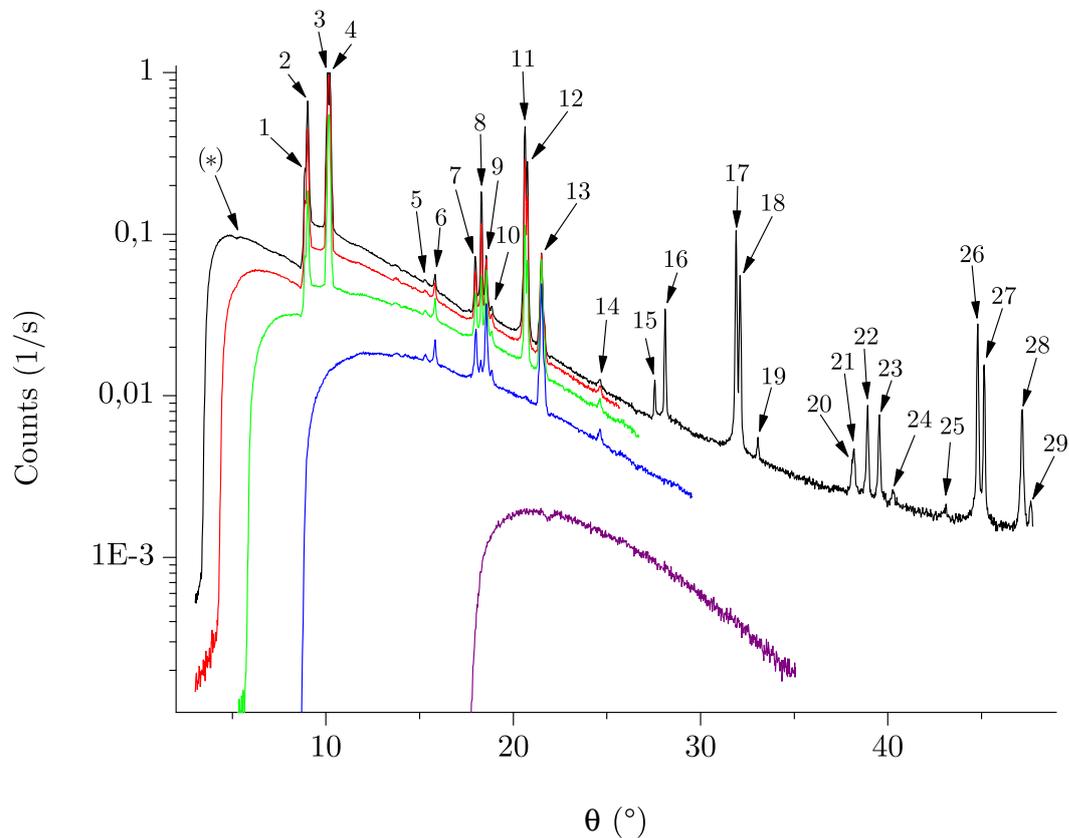


Abbildung 12: Spektren der Röntgenröhre für verschiedene Beschleunigungsspannungen [50 kV, 40 kV, 30 kV, 20 kV, 10 kV].

Die vor allem für große Beschleunigungsspannungen starken Abweichungen vom Theoriewert sind durch dieses händische Ablesen zu erklären, da dort auch das Rauschen entsprechend groß und schon als scheinbares Signal interpretiert werden kann. Bei kleineren Beschleunigungsspannungen erscheint das Signal erst verspätet, da es anfangs noch nicht vom Rauschen trennbar ist.

So erklärt sich die generelle Tendenz zu größeren Werten für kleinere Beschleunigungsspannungen.

Die hier angegebenen Fehler sind nur auf die Ablesefehler bezogen und enthalten keine systematischen, wie zum Beispiel Dejustage der Apparatur oder Spannungsschwankungen der Beschleunigungsspannung.

Im Folgenden sind die aus Vergleichen mit experimentellen Daten in [4] identifizierten Linien aus Abbildung 12 für das 50 kV-Spektrum aufgelistet.

Tabelle 2: Peak-Zuordnung für das 50 kV-Spektrum.

Benennung	Beugungsordnung	Linie
1	2	Mo $K_{\beta_{22}}$
2	2	Mo K_{β_1}
3	2	Mo K_{α_1}
4	2	Mo K_{α_2}
5	2	W L_{γ_3}
6	2	W L_{γ_1}
7	4	Mo $K_{\beta_{22}}$
8	2	W L_{β_3}
	4	Mo K_{β_1}
9	2	W L_{β_1}
10	2	W L_{β_4}
11	4	Mo K_{α_1}
12	4	Mo K_{α_2}
13	2	W L_{α_1}
14	2	W L_1
15	6	Mo $K_{\beta_{22}}$
16	6	Mo K_{β_1}
17	6	Mo K_{α_1}
18	6	Mo K_{α_2}
19	4	W L_{γ_1}
20	8	Mo $K_{\beta_{22}}$
21	4	W L_{β_2}
22	4	W L_{β_3}
	8	Mo K_{β_1}
23	4	W L_{β_1}
24	4	W L_{β_4}
[25	2	I L_{β_2}]
26	8	Mo K_{α_1}
27	8	Mo K_{α_2}
28	4	W L_{α_1}
29	4	W L_{α_2}
(*)	siehe unten [Seite 14]	

Wie zu erwarten, waren für Molybdän - das Anodenmaterial - charakteristische Peaks vorhanden. Diese traten bis zur 8. Beugungsordnung auf.

Wie der Tabelle und der Abbildung 12 zu entnehmen, ist die K_{α_1} -Linie die dominanteste im gesamten Spektrum [3, 11, 17, 26]. Intensitätsmäßig folgen zu kleineren hin die K_{α_2} und die K_{β} -Linien von Molybdän.

Dazwischen findet man die für Wolfram charakteristischen Peaks. Deren Energie ist dabei jeweils nur etwa halb so groß, wie die der Molybdän-Linien. Das Auftreten dieser Peaks lässt sich aufgrund des Hochvakuums in der Röntgenröhre und der hohen Temperatur an der Heizwendel aus Wolfram verstehen: Bei solch extremen Bedingungen wird der Sättigungsdampfdruck nicht vernachlässigbar, weshalb sich Wolfram überall in der Röntgenröhre befindet; so auch auf der Anode. Dort werden dann auch die entsprechenden Übergänge angeregt. Mit annähernd 70 keV sind die K_{α} -Linien von Wolfram dabei viel zu energieintensiv, so dass hier hauptsächlich die L -Linien von Wolfram angeregt werden. Diese sind intensitätsmäßig wesentlich schwächer als die K_{α} -Linie von Molybdän.

Der Peak Nummer 25 ist eingeklammert, da er keine explizit gemessene intensivere Wellenlänge darstellt. Da dieser relativ zu Peak Nummer 26 zu größeren Energien hin verschoben ist, kann es sich nicht um einen Escape-Peak handeln.

In zweiter Beugungsordnung entspricht dieser Peak der L_{β_2} -Linie von Iod. Dass sich Iod vor dem Beugungskristall befand, halten wir für sehr unwahrscheinlich. Außerdem würde diese Strahlung während der Propagation zum

Detektor sehr stark abgeschwächt werden, da die Wellenlänge so groß ist [2,751 Å].

Da der Szintillator aus Natrium-Iodid bestand, vermuten wir, dass selbiger bei genau der Übergangsenergie sensitiver ist. So könnten z.B. mittels induzierter Emission wesentlich mehr Szintillationsphotonen erzeugt werden. Bei den anderen Iod-charakteristischen Wellenlängen tritt dies jedoch nicht auf, so dass auch diese Vermutung eben nicht mehr als eine Vermutung ist.

Leider haben wir für die kleineren Beschleunigungsspannung nur einen kleineren Bereich ausgemessen, so dass nicht beobachtet werden konnte, ob dieser Peak bei kleineren U_b verschwindet.

Für kleinere Beschleunigungsspannungen wurden die Spektren absolut intensitätsärmer und auch das Maximum verschob sich zu größeren Winkeln, also Wellenlängen, hin. Zusätzlich sieht man für $U_b = 20\text{ kV}$, dass die K_β - [$E_\gamma \approx 19,6\text{ keV}$] und K_α -Linien [$E_\gamma \approx 17,4\text{ keV}$] des Molybdäns [z.B. 1, 2, 3, 4, 8, 11, 12, 15, 16, ...] fehlen. Auch wenn hier die Anregungsenergie prinzipiell noch groß genug wäre, so ist die Wahrscheinlichkeit für einen solchen Übergang zu klein.

Bei dem Spektrum mit $U_b = 10\text{ kV}$ treten keinerlei charakteristische Peaks mehr auf; nur noch sehr schwach das kontinuierliche Bremsspektrum.

Um den prinzipiellen Verlauf dieser gemessenen Spektren zu verstehen, haben wir mittels Formel 5 auf Seite 3 und der Bragg-Bedingung ein Diffraktogramm berechnet:

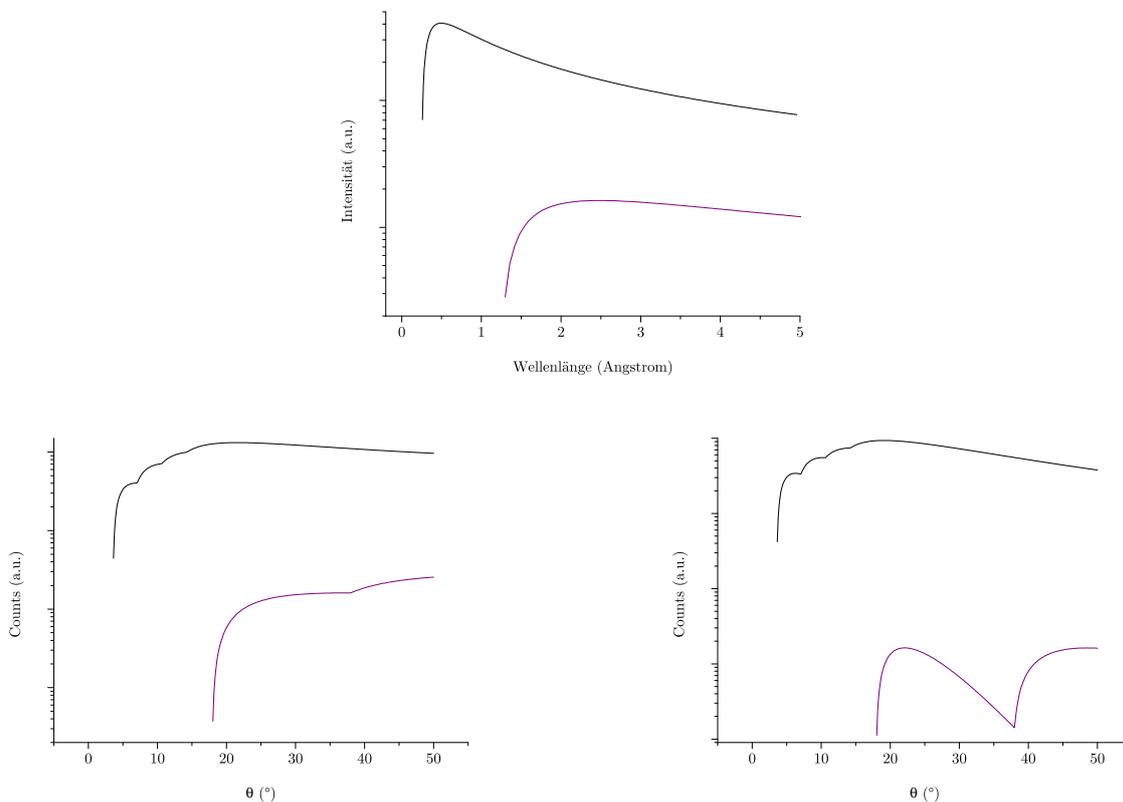


Abbildung 13: Prinzipiell erwartete Bremsspektren der Röntgenröhre für verschiedene Beschleunigungsspannungen [50 kV, 10 kV] sowohl über der Wellenlänge [oben], als auch als Diffraktogramm ohne [unten links] bzw. mit [unten rechts] λ^2 -Dämpfung während der Propagation.

Vergleicht man nun die beiden unteren mit den experimentellen Spektren in Abbildung 12 auf Seite 11, so fällt als erstes auf, dass für große Winkel die Rechnung ohne λ^2 -Schwächung während der Propagation annähernd konstant ist, im Experiment jedoch stark abfällt.

Nimmt man nun aber einen solchen Abschwächungsmechanismus an, so sieht man prinzipiell eine relativ gute Übereinstimmung der Rechnung mit dem Experiment.

Ausserdem sieht man vor allem bei dem 50 kV-Bremsspektrum anfangs Huckel. Diese rühren von der Überlagerung der unterschiedlichen Interferenzordnungen her.

Wir vermuten, dass das gleiche bei (*) in Abbildung 12 auf Seite 11 passiert, jedoch stimmt der Winkel nicht überein. Es könnte sich auch um einen Escape-Peak vom Maximum des Bremsspektrum handeln, jedoch entspricht die Energiedifferenz mit 4,0 keV nicht ganz dem Iod-Übergang mit 4,5 keV und außerdem tritt dieser Effekt eigentlich nur bei stark hervorstehenden Peaks auf.

Brachte man nun einen Filter am Ausgang der Röhre an, so war dessen Absorptionskante im Spektrum ersichtlich. Zur Auswertung im Folgenden sind hier *min*, *max* und *mitte* eingezeichnet; das Auflösungsvermögen wurde nämlich definiert als

$$AV = \frac{E(\theta_{\text{mitte}})}{E(\theta_{\text{min}}) - E(\theta_{\text{max}})} \quad (12)$$

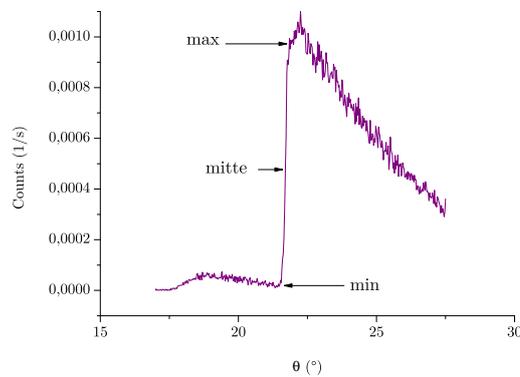


Abbildung 14: Spektrum der Röntgenröhre mit $U_b = 10$ kV und Nickel-Filter.

Für den hier dargestellten Nickel-Filter ergab sich die Kante zu 8347 eV; dies ist in guter Übereinstimmung mit dem Referenzwert 8333 eV.

Variierte man nun die Breite der Spalte des Doppelspalt-Kollimators, so veränderte sich die Steilheit der Kante.

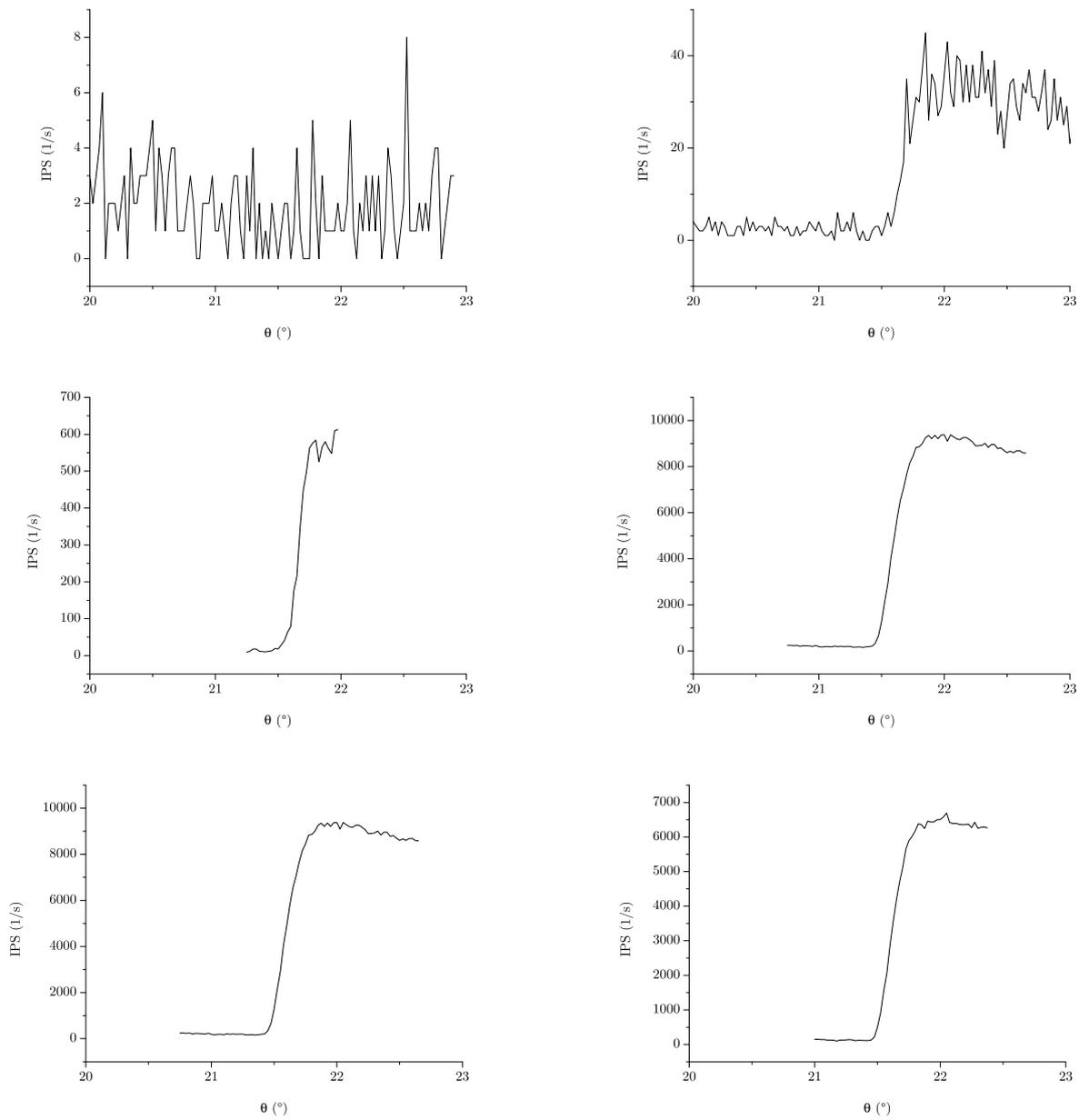


Abbildung 15: Spektrum der Röntgenröhre mit $U_b = 10\text{ kV}$ und Nickel-Filter und verschiedene Spaltbreiten [von oben links: Untergrund bei 0,2 mm, 0,1 mm, 0,2 mm, 0,4 mm, 0,6 mm und 1,0 mm].

Händisch abgelesen ergaben sich folgender Zusammenhang zwischen Spaltbreite und Auflösungsvermögen:

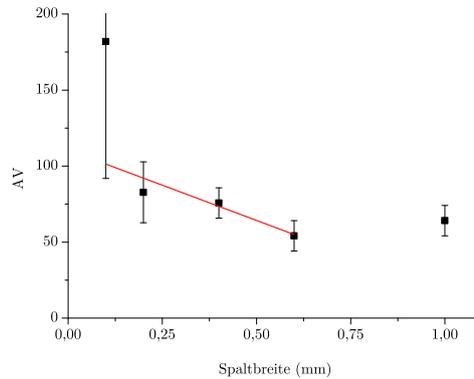


Abbildung 16: Auflösungsvermögen über der Spaltbreite.

Der letzte Messwert wurde nicht berücksichtigt, da bei vollständig ausgeleuchtetem Detektor keine Veränderung im Auflösungsvermögen mehr erwartet werden kann.

Der Fehler für kleine Spaltöffnungen ist dabei so groß, da auch die Intensität mit der Spaltbreite mindestens linear abnahm [vgl. Abbildung 15].

Es ergab sich also, wie zu erwarten, für kleinere Spaltöffnungen eine höhere Auflösung; die Intensität des Signals jedoch nahm signifikant ab. Daher wurde als guter Kompromiss eine Spaltbreite von 0,2mm gewählt.

Auch ist anzumerken, dass, je kleiner die Spaltöffnungen sind, desto besser die Kalibrierung sein muss.

Die Impulshöhenanalyse lieferte abhängig vom Winkel die folgenden Verteilungen:

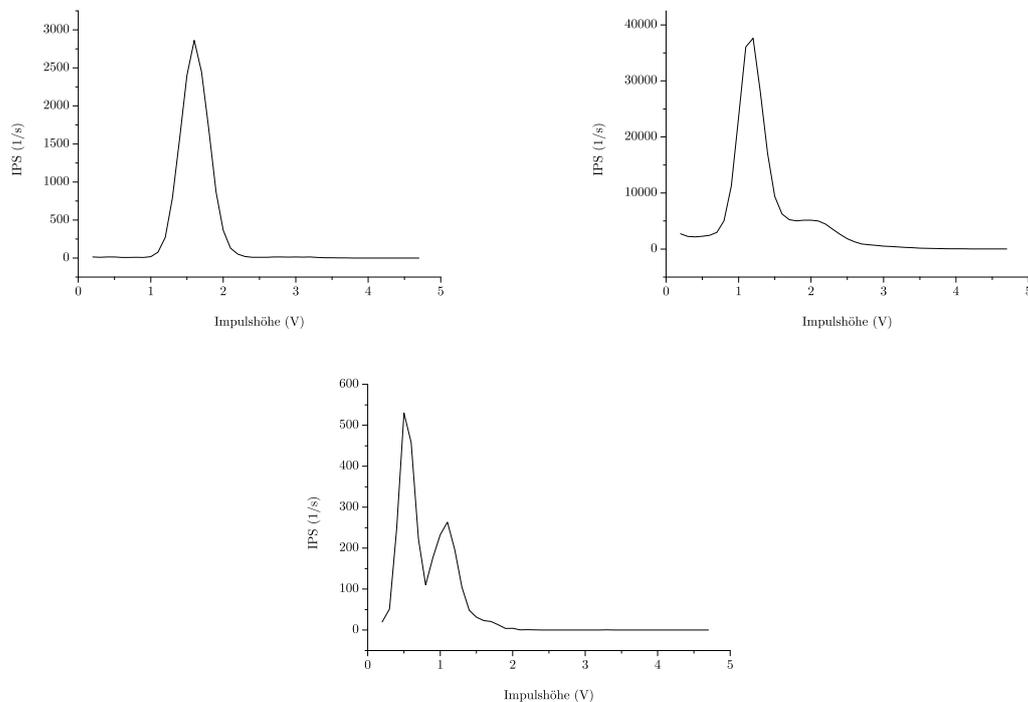


Abbildung 17: Impulshöhenverteilung bei $U_b = 30 \text{ kV}$, $I_b = 30 \text{ mA}$ und unter $\theta = 7,5^\circ$ [oben links], $\theta = 10,1^\circ$ [oben rechts], $\theta = 26,0^\circ$ [unten].

Wie zu erwarten waren bei $U_b = 30\text{ kV}$, $I_b = 30\text{ mA}$ und unter $\theta = 7,5^\circ$ nur Photonen einer Energie zu sehen.

Auch unter $\theta = 10,1^\circ$ sollte man eigentlich nur einen Peak sehen, da der minimale Winkel für die 4. Beugungsordnung bei $\theta = 11,9^\circ$ liegt; ungerade Interferenzordnungen sollten aufgrund des Strukturfaktors, wie schon erwähnt, nicht auftreten. Jedoch ist hier ein nicht zu vernachlässigendes Nebenmaximum sichtbar, welches nun entweder über die 3. Beugungsordnung oder über ungewollte Reflexe im Aufbau erklärt werden muss; beides erscheint uns jedoch als unwahrscheinlich.

Unter $\theta = 26,0^\circ$ sollte man theoretisch die ersten 4 geraden Beugungsordnungen sehen; 2 der 4 entsprechenden Wellenlängen sind dabei jedoch so intensitätsschwach, dass sie hier nicht auflösbar waren.

Verringerte man nun die Beschleunigungsspannung auf $U_b = 10\text{ kV}$ [$I_b = 30\text{ mA}$, $\theta = 26,0^\circ$], so ergab sich folgende Impulshöhenverteilung:

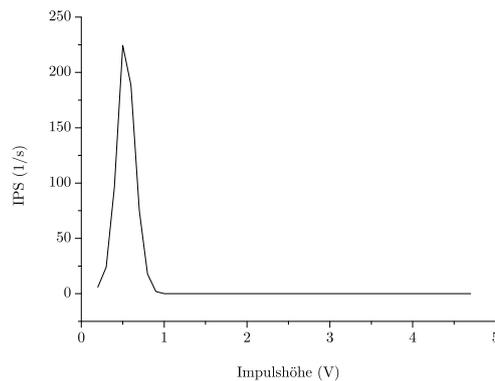


Abbildung 18: Impulshöhenverteilung bei $U_b = 10\text{ kV}$, $I_b = 30\text{ mA}$ und unter $\theta = 26,0^\circ$.

Man erkennt, dass der energetisch höhere Peak fehlt. Dieser war also charakteristischen Linien entweder des Molybdäns oder des Wolframs zuzuordnen.

Um eventuell die bei $U_b = 30\text{ kV}$, $I_b = 30\text{ mA}$ und $\theta = 26,0^\circ$ erwarteten 4 Peaks doch aufzulösen, wurde das gleiche Spektrum mit einer 10-mal größeren Auflösung aufgenommen.

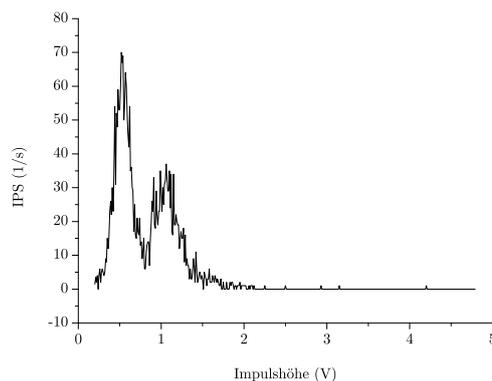


Abbildung 19: Impulshöhenverteilung bei $U_b = 30\text{ kV}$, $I_b = 30\text{ mA}$ und unter $\theta = 26,0^\circ$.

Jeoch ist hier aufgrund des Rauschens und durch die Apertur der Doppel-Spalt-Blende dem Messsignal eine starke Störung überlagert.

Ob es sich dabei nun wirklich um 4 Peaks handelt, ist auch hier nicht abzulesen; dazu müsste man den Einfluss des Rauschens noch weiter minimieren und wahrscheinlich noch um einen Faktor 2 höher aufgelöst im Bereich 0,5 V bis 1,6 V messen.

Entgegen der ursprünglichen Aufgabenstellung wurde in Absprache mit Herrn Uschmann aus Zeitgründen auf die Fluoreszenzaufnahmen mittels Szintillator verzichtet. Die damit vorgeschlagenen Messungen wurden jedoch größtenteils nur mit der Diode durchgeführt.

5.1 Röntgenfluoreszenzspektren [RFS]

Im Folgenden haben wir mittels der nun kalibrierten PIN-Diode das Fluoreszenzspektrum verschiedener Proben aufgenommen. Die Diode wurde hierbei senkrecht zum Strahlengang ausgerichtet, sodass lediglich isotrope Strahlung detektiert wurde, welche durch den Einfluss der Röntgenstrahlung [RF] in der Probe entstand. Dies belegen auch Messungen ohne Probe, bei denen selbst mit längerer Messzeit ein kaum vom Untergrundrauschen abhebbares Signal gemessen werden konnte [dass hier nicht die RF der Luftmoleküle auftritt, liegt an der ständigen Reabsorption dieser Strahlung in der Luftstrecke].

5.1.1 Galliumarsenit [GaAs]

Das aufgenommene Fluoreszenzspektrum von GaAs ist in Abbildung 20 dargestellt.

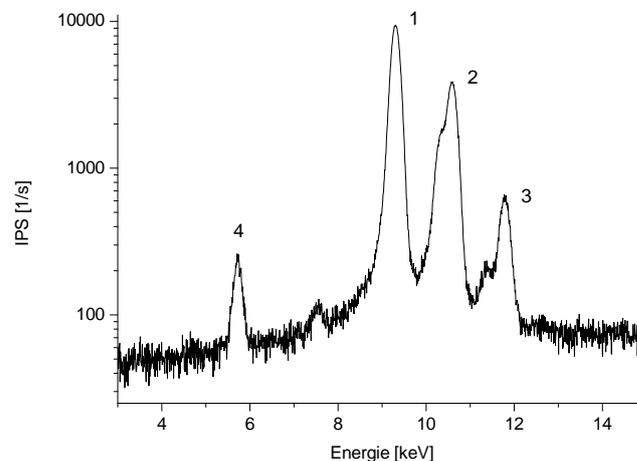


Abbildung 20: Röntgenfluoreszenzspektrum von GaAs; Beschleunigungsspannung 30 kV, Röhrenstrom 20 mA.

Die identifizierten Mittenenergien sind in der folgenden Tabelle zusammen mit den zugeordneten Übergängen angegeben, wobei deren Fehler aus der Kalibrierungsgenauigkeit und dem Diskretisierungsfehler ermittelt wurden.

Tabelle 3: Zuordnung der Röntgenfluoreszenzlinien von GaAs.

Peak	Mittenenergie[gemessen]/keV	Übergang	Mittenenergie[Literatur]/keV
1	$9,30 \pm 0,06$	Ga K_{α_1}	9,251 74
2	$10,60 \pm 0,06$	As K_{α_1}	10,543 72
3	$11,78 \pm 0,07$	As K_2	11,864 2
4	$5,73 \pm 0,06$??	??

Die K_{α_1} -Linien von Ga und As haben eine relative Intensität von $I_{K_{\alpha_1}}^{\text{Ga}}/I_{K_{\alpha_1}}^{\text{As}} = 2,44 \pm 0,03$ und man kann dieses Verhältnis als grobe Abschätzung des Konzentrationsverhältnisses der beiden Elemente im vorliegenden Verbindungshalbleiter annehmen.

Bei Peak 2 könnte man eine Aufspaltung in zwei Peaks vermuten, bei dem Knick handelt es sich jedoch um die K-Absorptionskante von Gallium bei 10,367 1 keV, welche diese Arsenlinie zu kleineren Wellenlängen hin abschwächt [vgl $Z_{\text{As}} = Z_{\text{Ga}} + 2$] und damit das Maximum entsprechend verschiebt; dies legt zumindest der

Vergleich mit der Literatur nahe.

Die Zuordnung von Peak 3 ist nicht ganz eindeutig, da es mehrere Linien der As K-Serie gibt [K_{β_3} bei 11,822keV und K_2 bei 11,8642keV], welche sich vermutlich überlagern.

Weder Gallium noch Arsen konnte die Linie 4 zugeordnet werden. Die Photonenenergie liegt bei Übergängen der L-Serie der Übergangsmetalle Neodym und Cer, dessen Ursprung an dieser Stelle ungeklärt bleibt.

5.1.2 Metalldraht [unbekannt]

Das in Abbildung 21 dargestellte RFS wurde von einem Metalldraht aufgenommen, dessen Material unbekannt war.

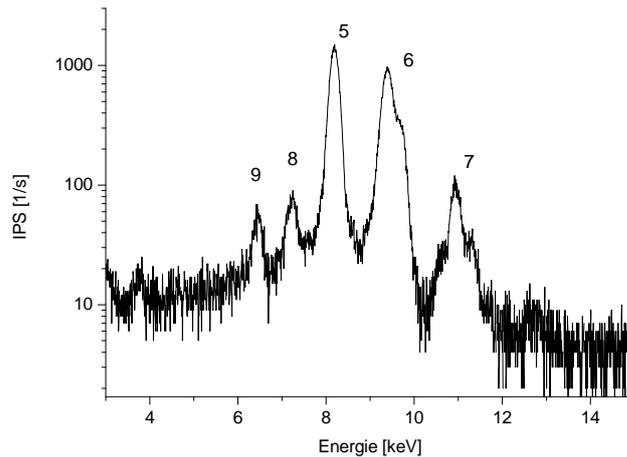


Abbildung 21: Röntgenfluoreszenzspektrum des Metalldrahtes; Beschleunigungsspannung 30 kV, Röhrenstrom 20 mA.

Leider ist es uns nicht gelungen, die Spektrallinien konsistent zuzuordnen. In Tabelle 4 sind jeweils Möglichkeiten angegeben, welche jedoch entweder nicht alle Linien oder das Fehlen entsprechend anderer erklären können.

Tabelle 4: Zuordnung der Röntgenfluoreszenzlinien des Metalldrahtes

Peak	Mittenergie[gemessen]/keV	Übergang	Mittenergie[Literatur]/keV
5	$8,19 \pm 0,06$	Ta L_{α_1}	8,146 1
		Er L_{β_2}	8,189
6	$9,39 \pm 0,06$	Ta L_{β_1}	9,343 1
		Er L_{γ_2}	9,385
7	$10,92 \pm 0,08$	Ta L_{γ_1}	10,895 2
8	$7,25 \pm 0,06$	Ta L_1	7,173 1
9	$6,43 \pm 0,06$??	??

Tantal kann die meisten Linien erklären, allerdings liegt die Vermutung nahe, dass das Metall auch in Oxiden und anderen Verbindungen vorliegt, sodass die Übergänge verschoben sind.

5.1.3 Kollimator vom Versuchsplatz Debye-Scherrer-Verfahren

Als weiteren zu untersuchenden Gegenstand haben wir einen Kollimator vom Versuchsplatz unserer Nachbarn verwendet. Während des Versuches vermuteten wir, dass dieser aus Messing besteht. In Abbildung 22 ist das entsprechende RFS dargestellt.

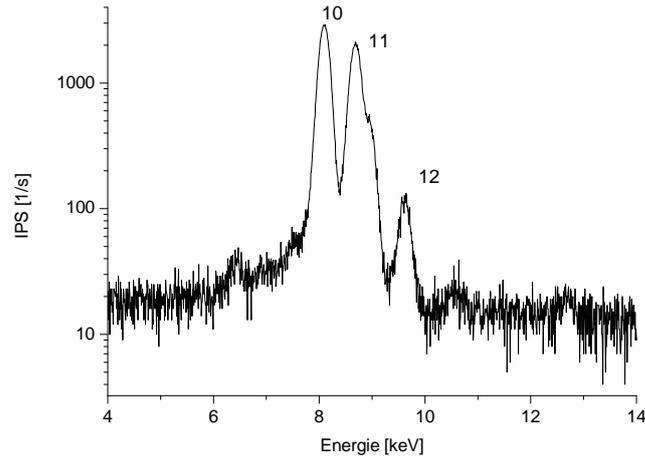


Abbildung 22: Röntgenfluoreszenzspektrum von Messing; Beschleunigungsspannung 30 kV, Röhrenstrom 20 mA.

Tabelle 5: Zuordnung der Röntgenfluoreszenzlinien von Messing.

Peak	Mittenergie[gemessen]/keV	Übergang	Mittenergie[Literatur]/keV
10	$8,08 \pm 0,05$	Cu K_{α_1}	8,047 78
11	$8,68 \pm 0,05$	Zn K_{α_1}	8,638 86
12	$9,63 \pm 0,07$	Zn K_{β_2}	9,658 0

Anhand der Linien im RFS konnten wir unseren anfänglichen Verdacht bestätigen. Es dominieren die K_{α_1} -Linien von Kupfer und Zink, wobei deren relative Intensität $I_{K_{\alpha_1}}^{\text{Cu}} / I_{K_{\alpha_1}}^{\text{Zn}} = 1,36 \pm 0,03$ beträgt. Dies ergibt einen hohen Zinkanteil von etwa 42 %, was mit der hellen und gelblichen Farbe des Metalls übereinzustimmen scheint. Ähnlich dem ersten Spektrum von GaAs findet man die Absorptionskante des leichteren Materials [hier Cu] in der K_{α_1} -Linie des schwereren Materials [hier Zn] wieder. Dies ist typisch für Verbindungen aus Elementen mit ähnlicher Kernladungszahl.

5.1.4 Aluminium [Al]

Als letzten Gegenstand zur Fluoreszenzuntersuchung verwendeten wir einen Block aus Aluminium. Das aufgenommene Spektrum lag jedoch nur knapp über dem Rauschlevel, sodass es zur Auswertung nicht herangezogen werden kann. Die Ursache dafür liegt in der hohen Absorption der charakteristischen Aluminiumlinien in Luft. Für die RFS leichter Elemente benötigte man Vakuumanlagen.

5.2 Verstärkung der Diode

Am Beispiel von GaAs haben wir als nächstes den Einfluss der Nachverstärkung des Diodensignals auf das RFS untersucht. Die aufgenommenen Spektren sind in Abbildung 23 zusammengefasst, wobei unten rechts die Verstärkungsfaktoren angegeben sind.

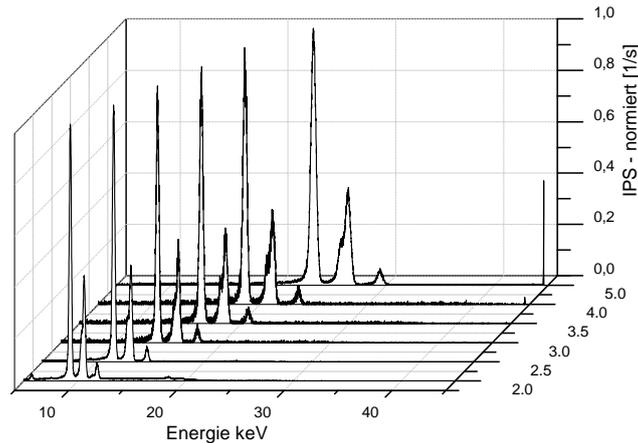


Abbildung 23: Röntgenfluoreszenzspektrum von GaAs bei verschiedenen Diodenverstärkungen; Beschleunigungsspannung 30 kV, Röhrenstrom 20 mA.

Wie zu erwarten ist, wird die Energieskala des Spektrums entsprechend skaliert. Für eine quantitative Auswertung müsste diese somit mit dem Kehrwert des Faktors, um den die Verstärkung geändert wurde, normiert werden. Die Intervallbreite des AD-Wandlers [typ. 5 V] bleibt immer konstant, sodass eine Erhöhung der Verstärkung bedeutet, dass ein kleiner werdendes Energiefenster immer besser aufgelöst wird. Dies erkennt man gut an der Ga K-Absorptionskante in der As K_{α_1} -Linie.

Aufgrund der endlichen Betriebsspannung des Wandlers muss man jedoch darauf achten, dass mit zunehmender Verstärkung auch ein immer größer werdender Signalausschnitt theoretisch einem Spannungswert größer der Betriebsspannung zugeordnet werden müsste. Für diese Signalwerte wird die Diode in Sättigung betrieben und es entsteht ein Peak bei dem der Betriebsspannung entsprechenden Energiewert [hier etwa 45 keV - nicht reskaliert!]. Die Verstärkung muss somit immer an den Messbereich angepasst werden oder dieser durch Einzelmessungen zerlegt werden [einfach für Emissionsspektren].

5.3 Comptonstreuung

Zuletzt haben wir eine Graphitprobe verwendet und unter verschiedenen Winkeln zwischen Röntgenstrahl und Detektor das Comptongestreuete Spektrum aufgenommen. Unter einem Ablenkwinkel von $\theta = 34^\circ$ wurde das in Abbildung 24 dargestellte Spektrum gemessen.

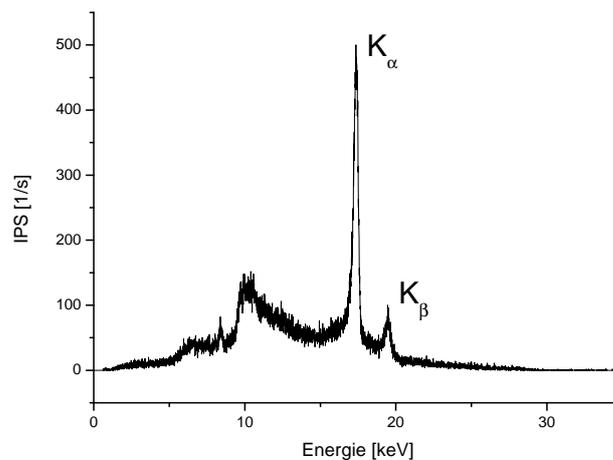


Abbildung 24: An Graphit Comptongestreuertes Molybdänspektrum; Beschleunigungsspannung 30 kV, Röhrenstrom 30 mA.

Aus der verschobenen K_{α_1} - und K_{β_1} -Linie wurde eine Comptonwellenlänge für Elektronen von $\lambda_C = (2,92 \pm 0,03)\text{pm}$ ermittelt. Die anderen Emissionslinien konnten dem von uns aufgenommenen Molybdänspektrum nicht zugeordnet werden, da dieses hauptsächlich zusammenhängende Reflexe verschiedener Ordnungen enthält, welche hierbei nicht auftreten. Der theoretische Wert von $\lambda_C = \frac{h}{m_e c} = 2,426\text{ pm}$ wurde somit um 20,4 % verfehlt.

6 Zusammenfassung

Im Versuch haben wir also die Grundzüge der zerstörungsfreien Materialanalyse mittels Röntgenstrahlen gesehen. Der zeitliche Unterschied zwischen Szintillationszähler und Diode ist aufgrund der Justage des Aufbaus und der echt benötigten Messzeit enorm; die Dioden-Messungen sind bei ungefähr gleicher Auflösung mindestens 5 mal schneller.

Sehr einfach konnten mit diesen Methoden die charakteristischen Linien von Materialien angeregt werden und mittels eines Filters dessen Absorptionskanten detektiert werden.

Aufgrund des Messfehlers stellte sich jedoch die Auswertung nicht allzu einfach dar, da zu einer Linie dann mehrere Übergänge verschiedener Materialien passten.

7 Literatur

- [1] BERTIN, E.P.: *Principles and Practice of X-Ray Spectrometric Analysis*. Springer, 1975.
- [2] BIPIN K. AGARWAL: *X-Ray Spectroscopy: An Introduction (Springer Series in Optical Sciences)*. Springer, 1991.
- [3] GLENN F. KNOLL: *Radiation Detection and Measurement*. Wiley, 2000.
- [4] GÜNTER ZSCHORNACK: *Atomdaten für die Röntgenspektroanalyse (German Edition)*. Springer, 1990.
- [5] HELMUT EHRHARDT U. A.: *Röntgenfluoreszenzanalyse. Anwendung in Betriebslaboratorien*. Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie Leipzig, 1988.
- [6] USCHMANN: *Röntgenspektroskopie - Anleitung zum F-Praktikumsversuch an der FSU Jena*. FSU Jena, 2012.
- [7] WOLFGANG DEMTRÖDER: *Experimentalphysik 3: Atome, Moleküle und Festkörper (Springer-Lehrbuch)*. Springer, 2010.

8 Anhang

- Skripte zur Berechnung der Spektren

```

1 U = 10e3; % in V
2 d = 4.026e-10; % in m
3 res = 400; % in pixel
4 thetamax = 50; % in °
5
6
7 h = 6.62606957e-34;
8 c = 299792458;
9 e = 1.602176565e-19;
10
11 lambdamin=h*c/e/U;
12 lambda=linspace(lambdamin,20*lambdamin,res);
13 Int=zeros(size(lambda));
14 Int=(1/(lambdamin)-1./lambda)./lambda;
15
16 theta = linspace(0,thetamax,res);
17
18 IntTheta=zeros(1,res);
19 for ii = 1:res
20     for n = [2:2:8]
21         IntTheta(ii) = IntTheta(ii) + IntLambda(theta(ii), lambdamin, d, n) *
                exp(-.005*n);
22     end
23 end
24
25 figure
26 subplot(2,1,1)
27 plot(lambda,Int); title('Intensität über der Wellenlänge [m].');
28
29 subplot(2,1,2)
30 semilogy(theta,IntTheta); title('Intensität über Winkel [°] nach LiF-Beugung
    [(100), a = 4.026e-10].'); axis([0 .9*thetamax min(IntTheta) 1.2*max(
    IntTheta)]);
31
32 %Out = [lambda',Int',theta',IntTheta'];
33 %save ([num2str(U),'V_',num2str(thetamax),'degMax_res',num2str(res),'txt'],'
    _max.txt'),'Out','-ascii','-double','-tabs');

1 function Int = IntLambda(theta, lambdamin, d, n)
2
3 theta = theta/180 * pi;
4
5 if (2*d*sin(theta)/n >= lambdamin)
6     Int = (1/lambdamin-n/(2*d*sin(theta)))*n/(2*d*sin(theta));%*exp(-50*(sin(
    theta)/n)^2);
7 else
8     Int = 0;
9 end

```

- Handschriftliches Protokoll.