

Versuchsbericht

P428 Röntgenstrahlung und Materialanalyse

Gabriel Remiszewski und Christian Fischer

durchgeführt am 15/16.11.2023

Inhaltsverzeichnis

1	Bragg-Reflexion	2
1.1	Aufbau	2
1.2	Untersuchung einer unbekannten Anode	2
1.2.1	Messung	2
1.2.2	Auswertung	3
1.3	Feinstrukturaufspaltung der K_α -Linie von Molybdän	5
1.3.1	Messung	5
1.3.2	Auswertung	5
	Literaturverzeichnis	7

1. Bragg-Reflexion

Ziel ist es, mit einer Röntgenröhre Röntgenstrahlung zu erzeugen und das entstandene Spektrum mithilfe der Bragg-Reflexion messen zu können. Fällt auf einen Kristall ein paralleles Lichtbündel, so entsteht am Glanzwinkel ϑ konstruktive Interferenz. Aus Abb. 1 lässt sich die Bragg-Bedingung für konstruktive Interferenz herleiten. Diese lautet

$$n\lambda = 2d \sin \vartheta \quad (1)$$

mit der Beugungsordnung n , der Wellenlänge λ und dem Gitterabstand d [1].

1.1. Aufbau

Zur Erzeugung des Röntgenlichts wird ein Vollschrötröhrengerät verwendet, welches freie Elektronen auf eine Anode beschleunigt und dadurch zu einem Teil ein kontinuierliches Spektrum durch Bremsstrahlung entsteht und zum Anderen materialspezifische Linien durch den Photoelektrischen Effekt [2]. Diese Linien werden als Charakteristische Röntgenstrahlung bezeichnet.

Mit einem Kollimator von 1 mm Spaltbreite wird ein paralleles Strahlenbündel erzeugt und auf einen NaCl-Kristall gerichtet. Dieser ist in einem 5 cm Abstand zum Kollimator auf der Halterung eines Goniometers befestigt, deren Neigungswinkel relativ zur Strahlung eingestellt werden kann (siehe Abb. 2). Der Neigungswinkel entspricht dem Glanzwinkel ϑ aus Abb. 1. Für einen Natrium-Chlorid-Kristall ist der doppelte Gitterabstand gegeben mit $2d = 564,02 \text{ pm}$ [3]. Um die Strahlung zu messen wird am Goniometer ein Geiger-Müller-Zählrohr mit Kollimator befestigt mit einem 6 mm Abstand zur Halterung und mit der Option **Coupled** am Experimentiergerät automatisch auf den entsprechenden Messwinkel gedreht. Ein Geiger-Müller-Zählrohr ist ein gasgefüllter Kondensator, mit dem Teilchen durch Ionisation des Gases gemessen werden können. In dem hier genutzten Betrieb kann durch eine vom Teilchen unabhängige Verstärkung lediglich die Anzahl der Teilchen gemessen werden [4], was für diesen Versuch ideal ist, da die Energie der Photonen nach Gleichung (1) auf den Glanzwinkel abgebildet wird.

Der Goniometer-Aufbau ist in Abb. 2 gezeigt.

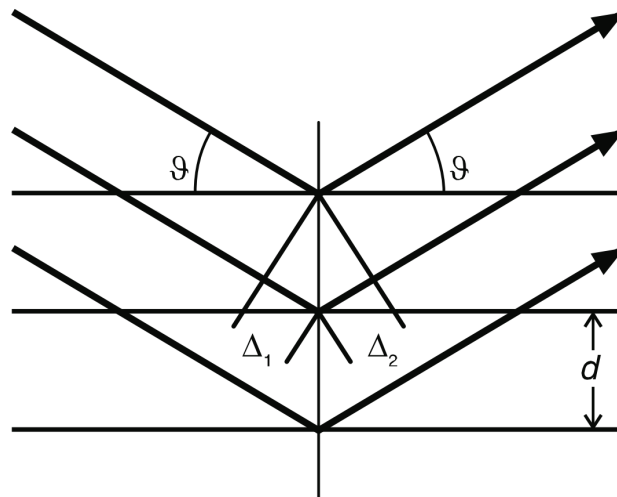


Abbildung 1: Veranschaulichung der Bragg-Reflexion. Dargestellt sind zwei parallele Strahlen, die aufgrund der Wegdifferenz nach der Reflexion miteinander interferieren

1.2. Untersuchung einer unbekannten Anode

1.2.1. Messung

In das Messgerät wird eine Röntgenröhre mit unbekannter Anode eingesetzt und mit dem oben beschriebenen Aufbau das dabei entstehende Röntgenspektrum gemessen. Hierfür wird eine Röhrenhochspannung von 35,0 kV und ein Emissionsstrom von 1 mA eingestellt. Die Messzeit eines Winkelschritts liegt bei

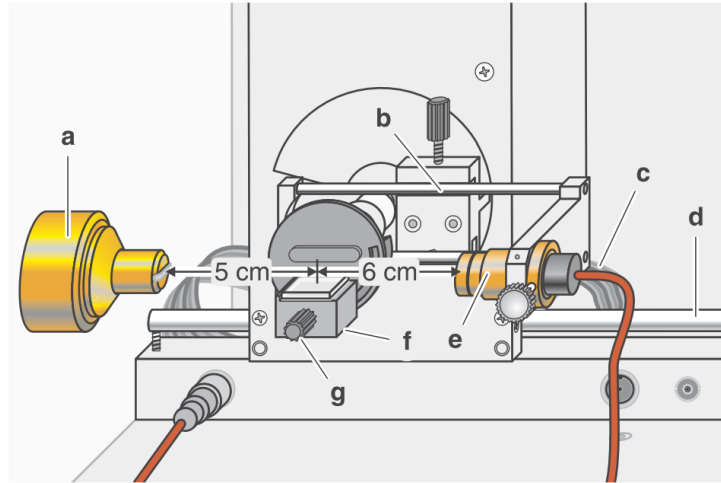


Abbildung 2: Aufbau auf dem Goniometer zur Messung des Röntgenspektrums mit einem NaCl-Kristall. (a) ist Der Kollimator, (b) die Halterung des Zählrohrs, (c) das Kabel zur Verbindung des Zählrohrs mit dem Computer und (e) der Kollimator davor. (d) ist die Stange, auf der das Goniometer verschoben werden kann, (f) die Halterung des Einkristalls und (g) die Schraube, mit der die Halterung festgeschraubt werden kann.

$\Delta t = 10\text{ s}$ bei einer Winkelschrittweite von $0,1^\circ$. Der Messbereich wird auf 2° bis 25° gestellt. Somit wird in diesem Bereich vom Zählrohr die Anzahl der auftreffenden Photonen gemessen und über das Zeitintervall geteilt, wodurch von dem genutzten Computer-Programm „Röntgengerät“ die mittlere Zählrate am dazugehörigen Winkel gespeichert wird. Alle aufgenommenen Messwerte stehen in dem Sciebo-Ordner HIER SCIEBO ORDNER zur Verfügung.

1.2.2. Auswertung

Das gemessene Spektrum ist in Abb. 3 zu beobachten. Erkennbar ist hierbei ein kontinuierliches Spektrum mit Maximum bei etwa 4° bis 5° und einen Abfall gegen 0 für hohe Winkel. Zusätzlich sei anzumerken, dass bei einer Spannung von 35 kV Licht mit einer minimalen Wellenlänge von 35,4 pm erzeugt werden kann, was einem Glanzwinkel von $3,6^\circ$ entspricht. Dies kann mit der Messung bestätigt werden, jedoch ist ein geringer Anstieg schon bei etwa 3° zu erkennen, wenn ein Hintergrundrauschen von ca. 5 s^{-1} angenommen wird. Dass die maximale Energie des Lichts höher ist als erwartet wird ausgeschlossen. Die wahrscheinlichste Fehlerquelle hierfür sind Unsicherheiten durch den Aufbau. Das Strahlenbündel ist mit einer gewissen Unsicherheit nicht vollständig kollimiert und ist dadurch entweder leicht divergent oder konvergent, wodurch Licht einer Wellenlänge sich auf benachbarte Winkel verteilt. Der Aufbau bestimmt somit auch maßgeblich die Breite der charakteristischen Linien, die in der Messung herausstechen.

Als Winkelunsicherheit wird $\Delta\beta = 0,01^\circ$ gewählt, da das Goniometer zweimal hintereinander kalibriert worden ist und dies die Unsicherheit dieser Kalibration darstellt. Da es sich hierbei um einen diskreten Messvorgang von unabhängigen Zählvorgängen handelt, sind die gemessenen Photonenzahlen poisson-verteilt und besitzen die Unsicherheit $\Delta N = \sqrt{N}$. Für die mittlere Rate $n = N/t$ ergibt sich damit eine Unsicherheit von

$$\Delta n = \sqrt{\frac{n}{t}}. \quad (2)$$

Die gemessenen Linien können mit einer Gauß-Funktion beschrieben werden:

$$f(x, x_0, \sigma) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}\sigma} \exp\left(-\frac{(x - x_0)^2}{2\sigma^2}\right). \quad (3)$$

Es muss jedoch beachtet werden, dass zum einen durch das kontinuierliche Spektrum und dem Rauschen ein zusätzlicher Offset mitberücksichtigt werden muss. Dieser Offset kann in einem Bereich um die Gauß-Kurve linear angenähert werden mit $g(x) = mx + n$. Einige Linien hier und in weiteren Messungen sind so nah beieinander, dass mehrere Gauß-Kurven als Summe betrachtet werden müssen. Im Allgemeinen

lässt sich also in einem gewählten Intervall eine Funktion der Form

$$f(x) = \sum_{k=1}^N A_k f(x, x_{0,k}, \sigma_k) + g(x)$$

finden, die den Verlauf der mittleren Zählrate angemessen beschreiben kann. Die Regression wurde hier und im weiteren Verlauf mit dem Python Modul `odr` des Pakets `scipy` auf sinnvoll gewählten Intervallen durchgeführt. Dabei wird die Güte der Anpassungen mit dem χ^2 beurteilt, wobei mit χ^2 im Folgenden eigentlich das Chi-Quadrat geteilt durch die Freiheitsgrade gemeint ist [5]. Wie in der Legende von Abb. 3 zu sehen befindet sich das Chi-Quadrat für alle sechs Regressionen im Bereich von 0,83 bis 5,53 und modellieren damit die Messwerte sehr gut.

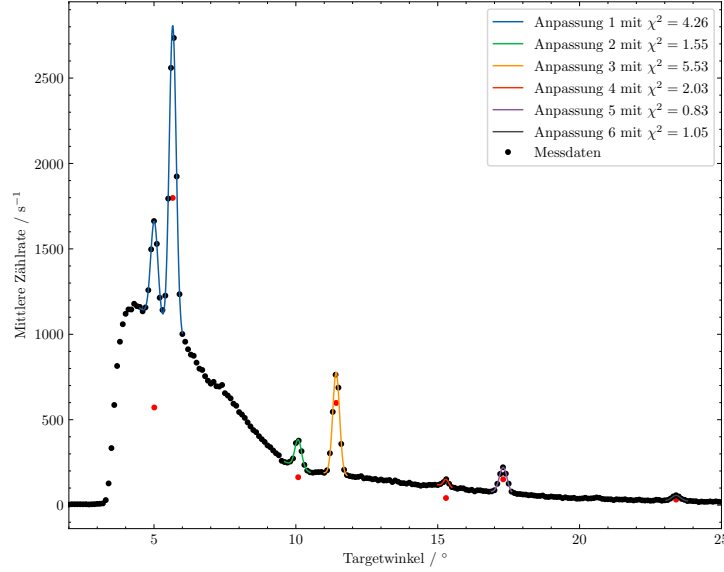


Abbildung 3: Messung des Röntgenspektrums einer unbekannten Anode. Die hier eingezeichneten Fehler sind zu klein um sichtbar zu sein.

Aus den Modellierungen lassen sich die Winkel ϑ der charakteristischen Linien ablesen und daraus mit Gleichung (1) die Größe $n\lambda$. Mit Gaußscher Fehlerfortpflanzung [6] ist die dazugehörige Unsicherheit mit

$$\Delta(n\lambda) = 2d \cos \vartheta \Delta \vartheta \quad (4)$$

gegeben. Da Energie und Wellenlänge eines Photons eindeutig miteinander verknüpft sind lässt sich daraus die Energie pro Beugungsordnung bestimmen mit

$$\frac{E}{n} = \frac{hc}{\lambda}, \quad \Delta\left(\frac{E}{n}\right) = \frac{E}{n} \frac{\Delta\lambda}{\lambda}. \quad (5)$$

Bekannterweise sind hier $h = 6,626\,068\,96\,\text{J s}$ und $c = 299\,792\,458\,\text{m s}^{-1}$ [7].

Tabelle 1: Bestimmung der Wellenlängen und Energien pro Beugungsordnung aus dem gemessenen Spektrum der unbekannten Anode

Winkel $\vartheta/^\circ$	Wellenlänge $n\lambda/\text{pm}$	Energie En^{-1}/keV
5,011(6)	49,26(6)	25,17(3)
5,661(5)	55,63(5)	22,287(19)
10,082(7)	98,73(6)	12,558(8)
11,420(4)	111,67(4)	11,102(4)
15,292(19)	148,75(18)	8,34(1)
17,307(5)	167,78(4)	7,3895(17)
23,402(14)	224,01(13)	5,535(4)

An den Wellenlängen in Tabelle 1 ist zur erkennen, dass die dritte bis einschließlich sechste Wellenlänge jeweils im 2σ -Bereich Vielfache von den ersten beiden Wellenlänge 49,26(6) pm und 55,63(5) pm

in der zweiten Ordnungen; die dritte Ordnung weist eine leichte Diskrepanz von unter 1 % auf. In der vierten Ordnung ist nur noch die zweite Linie erkennbar. Da bis zur vierten Ordnung Vielfache eines Wellenlängenpaares gefunden werden konnten, kann mit großer Sicherheit behauptet werden, dass die ersten beiden Wellenlängen zwei Linien des charakteristischen Spektrums der Anode darstellen und alle Weiteren die gleichen Linien höher Beugungsordnungen sind.

Es deutet darauf hin, dass die Anode hierbei aus Silber besteht, welches vier Linien $K_{\beta_{4/5}} = 49,3 \text{ pm}$, $K_{\alpha_3} = 55,9 \text{ pm}$ und $K_{\alpha_2} = 56,3 \text{ pm}$ besitzt [8], die zur Feinstrukturaufspaltung gehören und deshalb nicht einzeln aufgelöst werden können (Die K_{β} -Linien gehören zur Hyperfeinstruktur, da auf die erste Nachkommastelle gerundet noch keine Aufspaltung erkennbar ist). Die K_{β} -Linie liegt im 1σ -Bereich der Messung und beide K_{α} -Linien liegen nahezu gleich verteilt um den Messwert herum, weshalb höchstwahrscheinlich die Messung den Mittelwert beider Linien gemessen hat.

1.3. Feinstrukturaufspaltung der K_{α} -Linie von Molybdän

Aufgrund der Spin-Bahn-Kopplung zwischen Spin und Bahndrehimpuls eines an einen Atomkern gebundenen Elektrons ist die Bindungsenergie von Bahndrehimpuls und Gesamtdrehimpuls abhängig, was zu einer Aufspaltung der von den Hauptquantenzahl bestimmten Grobstruktur in die Feinstruktur führt [7]. Da die Energiedifferenz dieser Linien jedoch gering ist, sind hohe Auflösungen bei der Messung nötig. Hierfür muss der Aufbau nicht verändert werden, sondern lediglich der Messvorgang. Da nach Gleichung (4) bei höherer Ordnung n die Winkeldifferenz zwischen zwei Linien höher sein muss, wird für die Untersuchung der Feinstruktur die vierte Beugungsordnung gemessen.

1.3.1. Messung

Es wird in das Messgerät eine Röntgenröhre mit einer Molybdän-Anode eingesetzt. Hier wird erneut eine Röhrenhochspannung von 35,0 kV und ein Emissionsstrom von 1 mA eingestellt. Die Messzeit eines Winkelschritts liegt diesmal bei $\Delta t = 120 \text{ s}$ um präzisere Messergebnisse zu bekommen. Bei einer Winkelschrittweite von $0,1^\circ$ wird der Messbereich auf $28,5^\circ$ bis 32° gestellt.

1.3.2. Auswertung

Die Fehler wurden gleich wie in Abschnitt 1.2 gesetzt. In Abb. 4 ist die Messung der Feinstruktur mit dazugehöriger Anpassung an die Gaußkurven zu sehen. Visuell stimmt die Regressionskurve mit den Messungen überein, was von einem $\chi^2 = 1.96$ bestätigt wird. Auch hier konnten wieder mit Gleichung (1) und Gleichung (5) die Wellenlängen und Energien der Linien berechnet werden. Die berechneten Messwerte sind Tabelle 2 zu entnehmen. Wie zu sehen ist, sind die Messwerte auf drei signifikante Stelle identisch, da jedoch die resultierenden Fehler gering sind, liegen die theoretischen Referenzwerte nicht im 3σ -Bereich der Messung. Möglicherweise sind die mit $0,01^\circ$ abgeschätzten Fehler zu klein gewählt.

Das Dublett der Wellenlängen λ_1 und λ_2 besitzt einen Abstand von

$$\Delta\lambda = \lambda_1 - \lambda_2, \quad \Delta(\Delta\lambda) = \sqrt{(\Delta\lambda_1)^2 + (\Delta\lambda_2)^2},$$

was hier einen Abstand von

$$\Delta\lambda_{\text{Exp}} = 0,444(8) \text{ pm}, \quad \Delta\lambda_{\text{Ref}} = 0,428(4) \text{ pm} \quad (6)$$

ergibt und somit der Literaturwert auch hier nicht im 3σ -Bereich der Messung liegt. Damit kann eine systematische Unsicherheit ausgeschlossen werden, weshalb die hier vorhandene Abweichung aus einer nicht berücksichtigten statistischen Unsicherheit entspringen muss. Die Lage des Kristalls kann hierbei die Messung verfälschen. Sind die bestrahlten Ebenen des NaCl-Kristalls nicht genau parallel zum Tisch, so verfälscht dies die Winkelmessung.

Tabelle 2: Bestimmung der Wellenlängen und Energien aus der Messung der Feinstrukturaufspaltung mit Referenzwerten aus [8]

Winkel $\vartheta/^\circ$	Wellenlänge λ/pm	Literaturwert λ/pm	Energie E/keV	Literaturwert E/keV
30,229(3)	70,987(5)	70,933(3)	17,4657(12)	17,4791(6)
30,438(3)	71,431(6)	71,361(3)	17,3571(15)	17,3742(7)

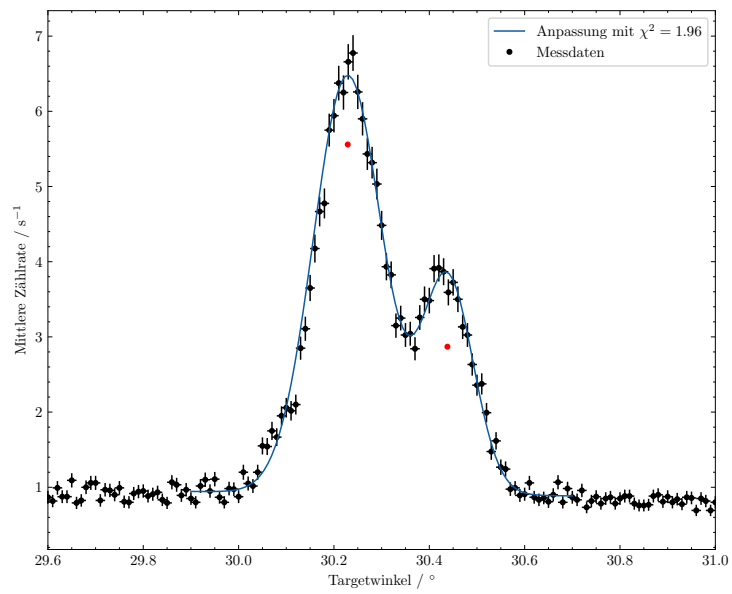


Abbildung 4: Messung der Feinstruktur der K_α -Linie von Molybdän in 4. Beugungsordnung

Literaturverzeichnis

- [1] Wikipedia. *Bragg-Bedingung* — *Wikipedia, -Die freie Enzyklopädie*. [Online; Datum: 21.11.2023]. URL: <https://de.wikipedia.org/wiki/Bragg-Gleichung>.
- [2] Wikipedia. *Röntgenröhre* — *Wikipedia, -Die freie Enzyklopädie*. [Online; Datum: 21.11.2023]. URL: <https://de.wikipedia.org/wiki/R%C3%B6ntgenr%C3%B6hre>.
- [3] LD Didactic. *Bragg-Reflexion: Beugung von Röntgenstrahlen an einem Einkristall*. [Online; Datum: 21.11.2023]. URL: https://www.ld-didactic.de/literatur/hb/d/p6/p6331_d.pdf.
- [4] Hermann Kolanoski und Norbert Wermes. *Teilchendetektoren Grundlagen und Anwendungen*. ger. 1. Aufl. 2016. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2016. ISBN: 9783662453506.
- [5] Wikipedia. *Reduced chi-squared statistic* — *Wikipedia, -Die freie Enzyklopädie*. [Online; Datum: 25.10.2023]. URL: https://en.wikipedia.org/wiki/Reduced_chi-squared_statistic.
- [6] Wikipedia. *Fehlerfortpflanzung* — *Wikipedia, -Die freie Enzyklopädie*. [Online; Datum: 25.10.2023]. URL: <https://de.wikipedia.org/wiki/Fehlerfortpflanzung>.
- [7] Wolfgang Demtröder. *Experimentalphysik 3: Atome, Moleküle und Festkörper; 3rd ed.* Springer-Lehrbuch. Berlin: Springer, 2005. URL: <https://cds.cern.ch/record/829119>.
- [8] *NIST X-ray transition energies database (2005)*. [Online; Datum: 21.11.2023]. URL: <https://physics.nist.gov/cgi-bin/XrayTrans/search.pl?element=Ag&trans=KL1&trans=KL2&trans=KL3&trans=KM1&trans=KM2&trans=KM3&trans=KM4&trans=KM5&lower=&upper=&units=A>.