

Physikalisches Anfängerpraktikum II

Sommersemester 2023

Versuch 256

Tutor: Ann-Cathrin Böttinger

Röntgenfluoreszenz

1 Einleitung

1.1 Ziel des Versuchs

Das Ziel dieses Experiments ist die Energien der K_{α} - und K_{β} -Strahlung für verschiedene Elemente sowie die Elementzusammensetzung verschiedener Legierungen mittels Röntgenröhre und Röntgenenergiedetektor zu bestimmen. Dabei soll auch die Röntgenfluoreszenz untersucht und das Moseley'sche Gesetz überprüft werden.

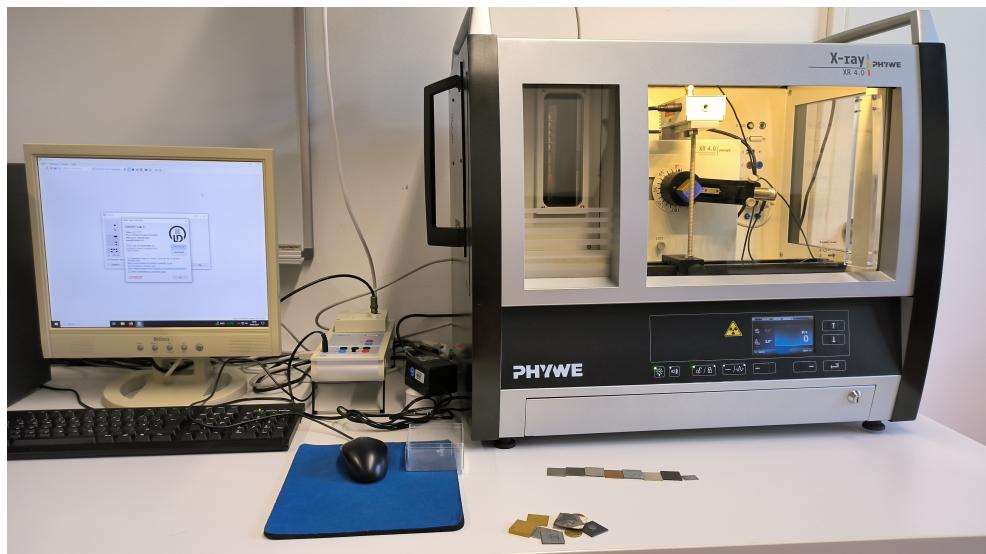


Abbildung 1: Versuchsaufbau

1.2 Röntgenfluoreszenz

Wenn Röntgenstrahlung auf Materie trifft, können Elektronen durch Wechselwirkung aus den inneren Schalen der Atome herausgelöst werden. Die entstandenen Lücken werden von Elektronen aus höheren Schalen besetzt. Beim Nachrücken wird dann die überschüssige Energie in Form von elektromagnetischen Wellen, wiederum sekundäre Röntgenstrahlung, emittiert, die auch Röntgenfluoreszenz genannt wird und charakteristisch für das jeweilige Atom ist.

Eine Approximation der Energie der sekundären Röntgenstrahlung lässt sich aus dem Bohr'schen Modell berechnen: Falls der Elektronenübergang von der Schale mit der

Hauptquantenzahl n_2 auf die Schale n_1 stattfindet:

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

wobei c die Lichtgeschwindigkeit, h das Planck'sche Wirkungsquantum, Z die Kernladungszahl, R_∞ die Rydberg-Konstante und σ_{n_1} , σ_{n_2} die Abschirmkonstanten sind.

Die Abschirmkonstante beschreibt, wie der positiv geladene Atomkern die Elektronen verdrängt. Um die Gleichung zu vereinfachen können wir eine mittlere Abschirmkonstante σ_{12} einführen:

$$\Delta E = E_2 - E_1 = chR_\infty(Z - \sigma_{12})^2 \left(\frac{1}{n_1^2} - \frac{1}{n_2^2} \right) \quad (2)$$

Mit einer neuen Definition **Rydberg-Energie** $E_R = chR_\infty$ lässt sich das Moseleysche Gesetz herleiten:

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

Als Beispiel betrachten wir die K_α -Strahlung, die durch den Übergang von der L-Schale ($n_2 = 2$) in die K-Schale ($n_1 = 1$) verursacht wird. Für der schwere Atomkern (z.B. $Z \approx 30$) wird eine Abschirmkonstante $\sigma_{12} \approx 1$ angenommen, da der Kern approximativ räumlich statisch betrachtet werden kann:

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

1.3 Röntgenenergiedetektor

Zur Bestimmung der Energie der Fluoreszenzstrahlung wird ein Halbleiterdetektor verwendet, der einem in Sperrrichtung betriebenen pn-Übergang (Diode) entspricht. Ein n-Halbleiter hat viele frei bewegliche Elektronen, während ein p-Halbleiter viele Fehlstellen (Löcher) aufweist, die von Elektronen besetzt werden können und sich wie positive Ladungsträger verhalten. Beim Kontakt eines n-Halbleiters mit einem p-Halbleiter entsteht ein pn-Übergang, wodurch Ladungsträger wegen der inhomogenen Ladungsdichten auf den beiden Seiten diffundieren. Dies führt zur Bildung einer **Verarmungszone** um die Grenzschicht herum, auf die keine freien Ladungsträger vorhanden sind und die durch eine äußere Spannung vergrößert werden kann.

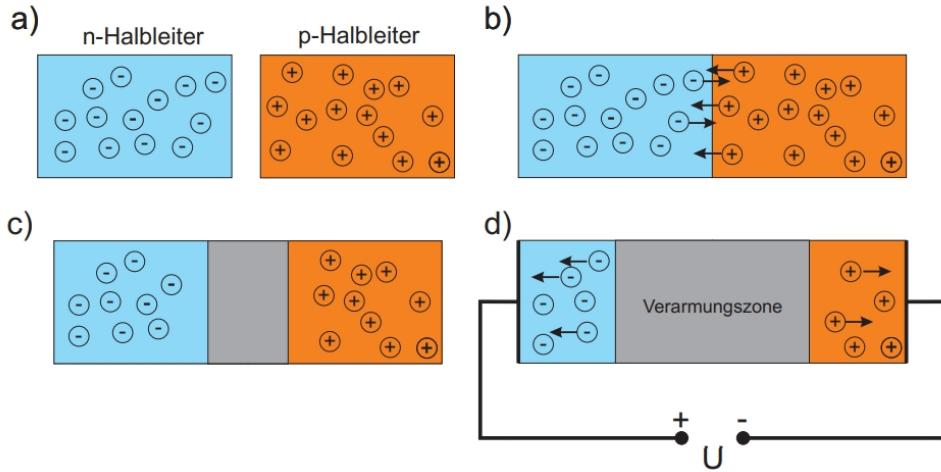


Abbildung 2: PN-Übergang, Elektronen-Diffusion, Formulierung der Verarmungszone und Verbreitung der Verarmungszone durch die anliegende Spannung²

Ein Röntgenphoton trifft auf die Verarmungszone, wird absorbiert und sendet wegen Photoeffekt ein zusätzliches Photoelektron aus, das das Gebiet der Verarmungszone zerstört und wieder Elektron-Loch-Paare erzeugt. Die entstandene Ladung ist proportional zur Energie des einfallenden Röntgenquants und kann durch das anliegende Feld abgesaugt und mit einem ladungsempfindlichen Verstärker gemessen werden.

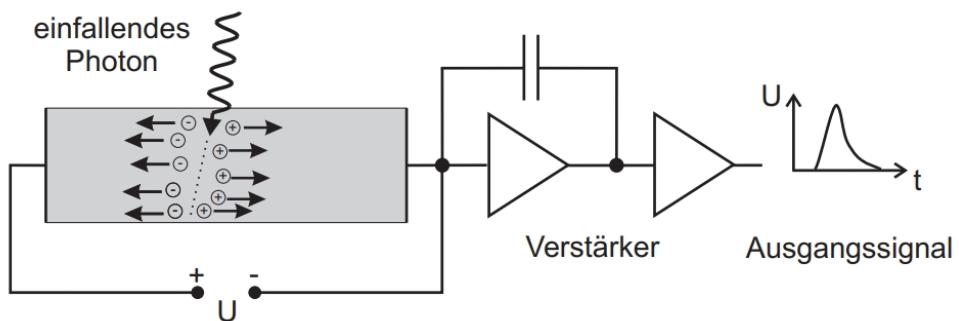


Abbildung 3: Funktionsprinzip des Röntgenenergiedetektors³

Die Ausgangsimpulse von entstandenen Ladungen werden mit einem **Vielkanalanalysator** ausgewertet, indem er die Pulshöhen in Kanäle (verschiedene Energienniveaus) aufteilt und ihre Häufigkeit zählt. Um die Kanäle in die entsprechende Energie umzurechnen wird noch eine Kalibrierung verwendet.

2 Versuchsdurchführung

Versuchsaufbau, Versuchsdurchführung und Messprotokoll siehe folgende Seiten.

²Quelle: Dr. J.Wagner - Physikalisches Anfängerpraktikum - V. 1.1 B.Sc. Stand 10/2012

³Quelle: Dr. J.Wagner - Physikalisches Anfängerpraktikum - V. 1.1 B.Sc. Stand 10/2012

PAP 2.2 Versuch 25b Röntgenfluoreszenz

24. 06. 2024

Yuting Shi

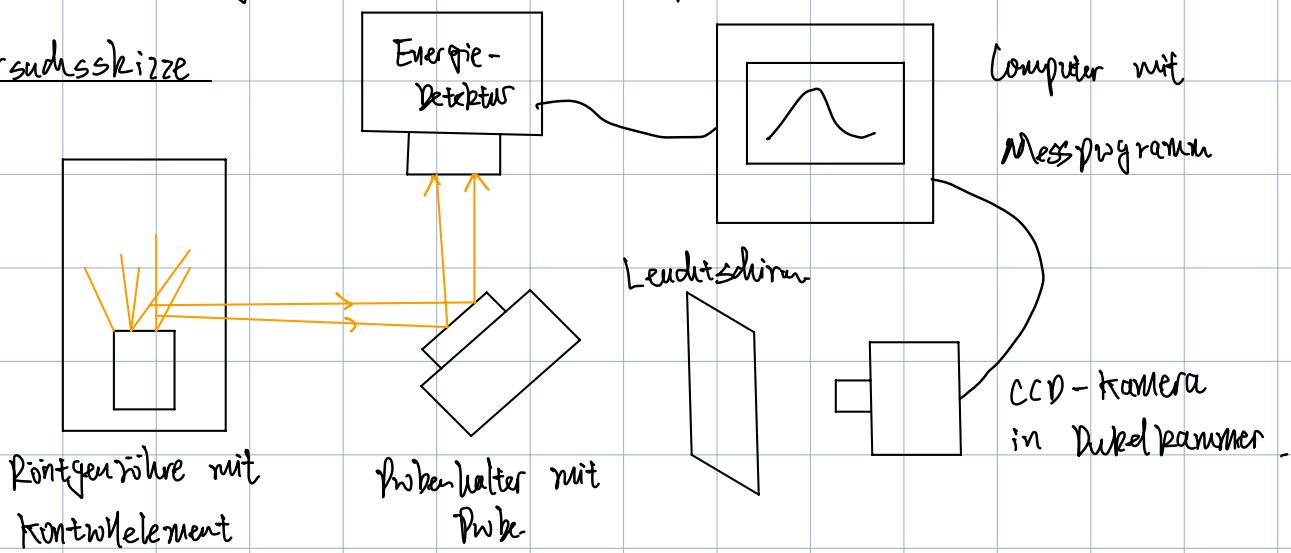
14:00 ~ 17:00

Yulai Shi.

Messaufbau

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

Versuchsskizze



Durchführung

Der Energiendetektor wurde zur Rauschreduktion mit einem Peltierelement gekühlt.

Sobald die Temperaturkontrollegrün aufleuchtet, ist die Betriebstemperatur erreicht.

Auf Computer wurde Programm „Cassy Lab 2“ genutzt, dazu wurde folgende

Einstellung gewählt:

1. 512 Kanäle
2. negative Pulse
3. Verstärkung = Faktor -2.5
4. Messzeit = 180 s

(3 min)

Auf Röntgengerät: Röhrenspannung $U = 35 \text{ kV}$ Röhrenstrom $I = 1 \text{ mA}$

Als erstes folgt die Kalibrierung des Röntgengeräts mit dem Vielkanalanalysator. Das

Spektrum von Eisen und Molybdän wird aufgenommen und die Position der K_{α} -Peaks wird mit den bekannten Werten verglichen und das Spektrum entsprechend angepasst.

$$E_{K\alpha Fe} = 6.404 \text{ keV}, E_{K\alpha Mo} = 17.47 \text{ keV}$$

Zu diesem Zweck wurde eine Gauß-Kurve an die Peaks von Fe und Mo im Histogramm angepasst und die Position der Peaks auf jeweiligen Energiewerte eingestellt. Die Position der Peaks im Histogramm:

$$\text{Eisen: } \mu = 109 \quad \sigma = 3 \quad ; \quad \text{Molybdän: } \mu = 274 \quad \sigma = 3$$

Anschließend wurden die Energiewerte der K_{α} - und K_{β} -Linien von Eisen (Fe), Molybdän (Mo), Zink (Zn), Nickel (Ni), Kupfer (Cu), Zirkonium (Zr), Titan (Ti) und Silber (Ag) bestimmt.

Tabelle 1: Energieniveaus der charakteristischen Linien

Element	$E_{K\alpha} [\text{keV}]$	$\Delta E_{K\alpha} [\text{keV}]$	$E_{K\beta} [\text{keV}]$	$\Delta E_{K\beta} [\text{keV}]$
Ti	4.51	0.18	4.92	0.16
Fe	6.42	0.17	7.14	0.29
Ni	7.49	0.17	8.26	0.21
Cu	8.07	0.18	8.92	0.20
Zn	9.67	0.18	9.60	0.19
Zr	15.80	0.18	17.68	0.19
Mo	17.45	0.18	19.55	0.19
Ag	21.91	0.19	24.54	0.20

Im 2. Teil wurde die chemische Zusammensetzung der Legierungen bestimmt, dazu wurde die aufgenommenen Daten im Programm mit einer Datenbibliothek des Periodensystems abgeglichen. Die aufgenommenen Spektren sind unten zu sehen.

Tabelle 2: Bestimmung der Zusammensetzung der Proben

Messprobe	Komposition
1	chrom [Cr], Eisen [Fe], Nickel [Ni] ↑ wenig.
2	Kupfer [Cu], Zink [Zn], Lanthan (ganz wenig)
3	Kupfer [Cu], Zink [Zn]
5	Eisen [Fe], Zink [Zn]
Unbekannter Probe (Metallsack)	Cr (viel wenig), Mn (wenig), Fe (wenig) Ni (Mittel), Cu (Mittel), Zn (Mittel) Ge (Viel), Ga (wenig). As (Mittel), Krl (Viel), Ag (viel wenig), Au (wenig) Pt (wenig), Tb (wenig)
Münze 10 Cent	Kupfer Cu
Münze 10 Cent	Kupfer Cu

24. 06
ACB

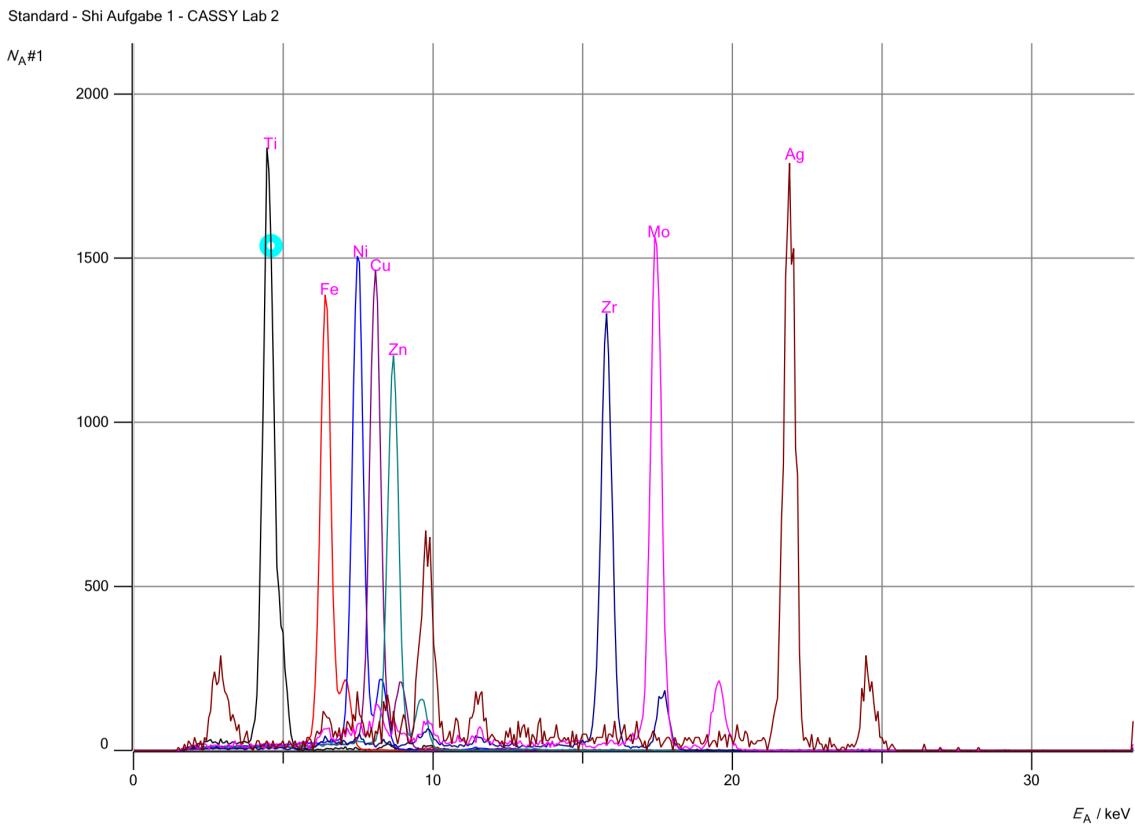


Abbildung 4: Das Gesamtspektrum aller Legierungen

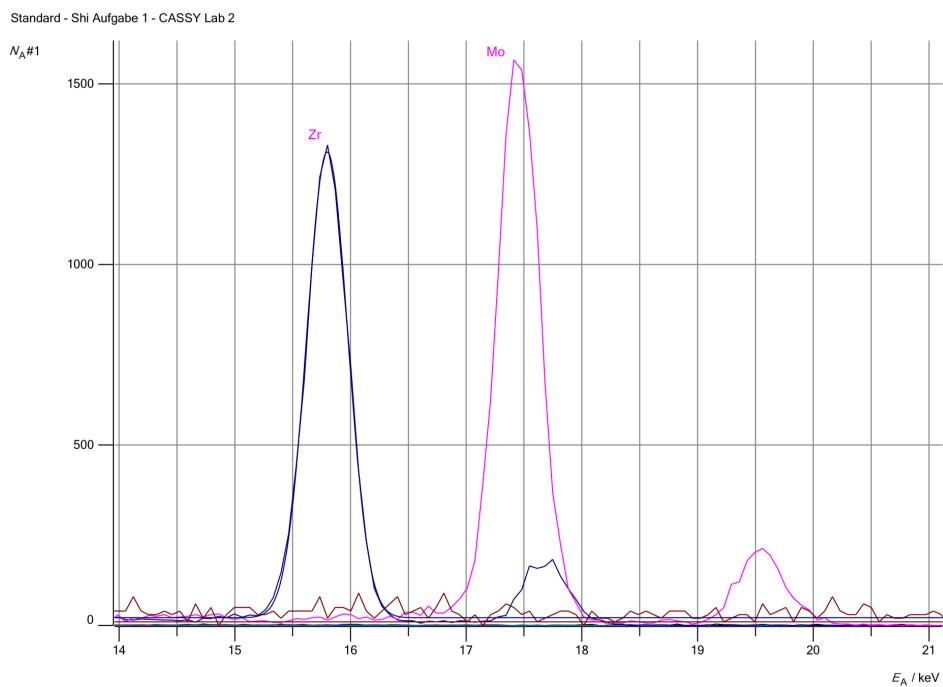


Abbildung 5: Energiekalibrierung der K_{α} -Linie für Zr mithilfe der Gauss-Anpassung

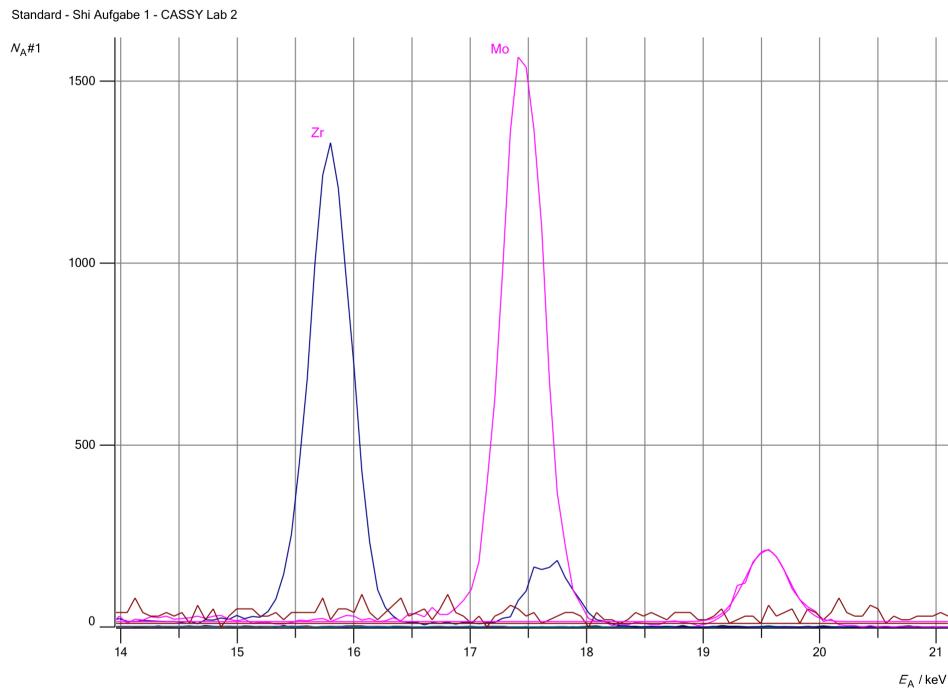


Abbildung 6: Energiekalibrierung der K_{β} -Linie für Mo mithilfe der Gauss-Anpassung

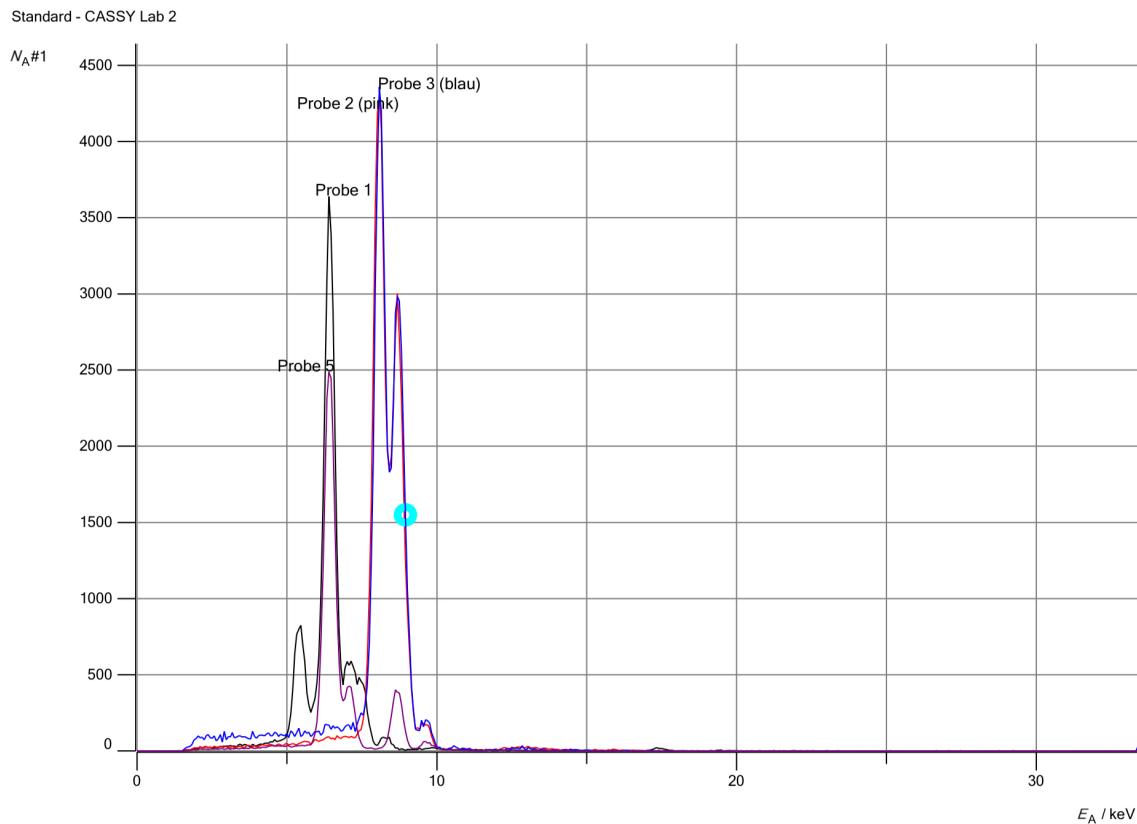


Abbildung 7: Das Gesamtspektrum von Proben 1,2,3,5

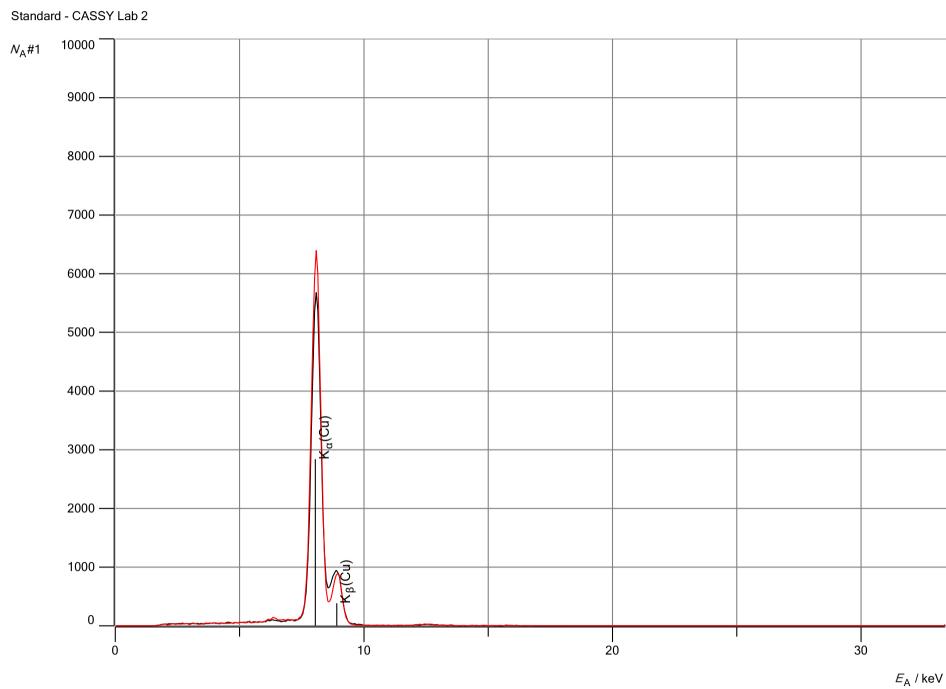


Abbildung 8: Das Spektrum von zwei Münzen (10 und 20 Cent)

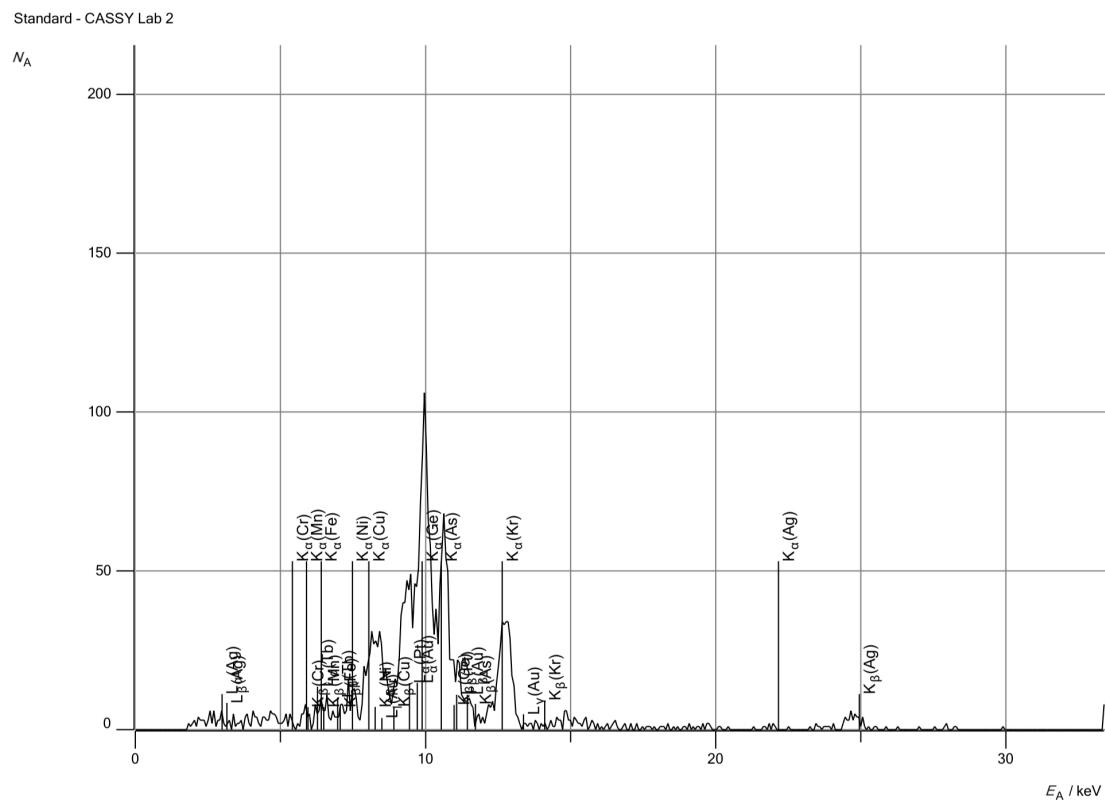


Abbildung 9: Das Spektrum von einer unbekannten Probe mit Elemente-Identifizierung

3 Auswertung

3.1 K_α -Strahlung

Nun wird die Energie der K_α -Strahlung verschiedener Elemente untersucht. Im ersten Schritt werden die Kernladungszahlen Z der Elemente, die gemessenen Energien der K_α -Strahlung E_α , und deren Wurzel $\sqrt{E_\alpha}$ zusammen mit den entsprechenden Peakbreiten bzw. Fehlern in Arrays eingetragen. Anschließend werden die Werte für E_α mitsamt ihren Fehlern grafisch gegen Z dargestellt. Anhand dem Moseleyschen Gesetz benutzen wir dabei die Fit-Funktion:

$$\sqrt{E_\alpha} = \sqrt{E_R} \cdot (Z - \sigma_{12}) \sqrt{\left(\frac{1}{n_1}\right)^2 - \left(\frac{1}{n_2}\right)^2} \quad (5)$$

die aus dem Übergang von Quantenzahlen $n_1 = 1$ und $n_2 = 2$ für K_α angewendet wird.⁴

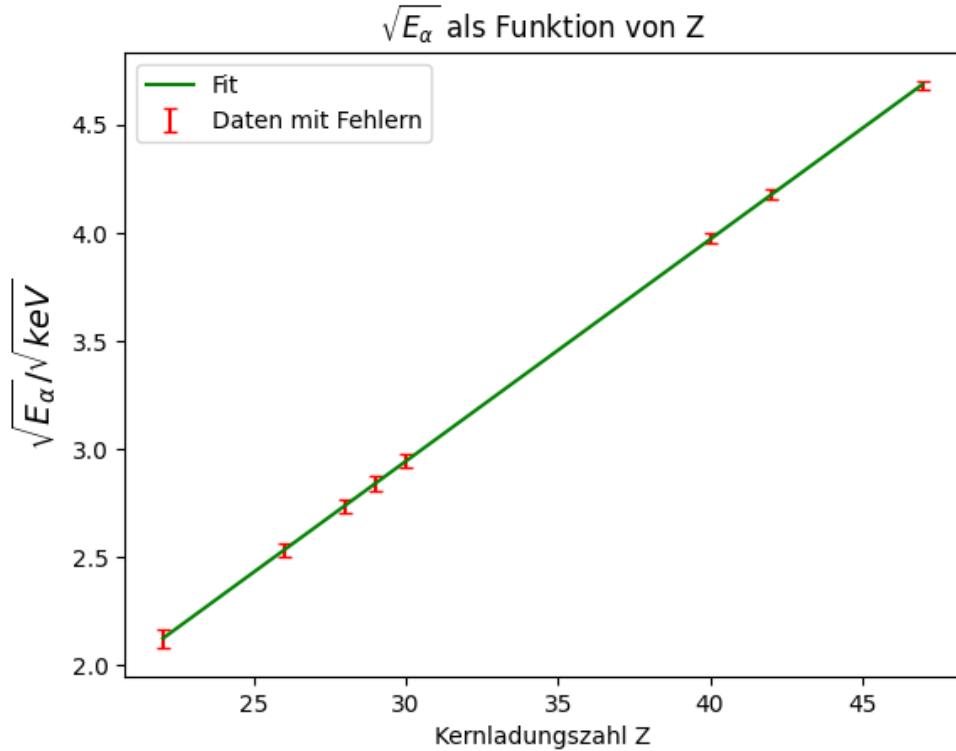


Abbildung 10: Die Wurzel der K_α -Energie über die Kernladungszahl aufgetragen

Anhand der bestimmten Fitparameter kann die Rydbergenergie und die mittlere Abschirmkonstante bestimmt werden:

$$E_R = (13.99 \pm 0.06) \text{ eV} \quad (6)$$

$$\sigma_{12} = 1.28 \pm 0.06 \quad (7)$$

⁴Python Code 1

Im Vergleich zu dem Literaturwert $E_{R,Lit} = 13.6$ eV beträgt die Fehlerabweichung:

$$\frac{|E_R - E_{R,Lit}|}{\Delta E_R} \approx 6.5\sigma \quad (8)$$

, die größer als 3σ und somit signifikant ist. Wir werden später in Diskussion auf die Fehlerquellen weiter eingehen.

3.2 K_β -Strahlung

Analog zum Vorgehen bei der K_α -Strahlung wird hier die Wurzel der Energiewerte von K_β -Linien aus Messprotokoll gegen die Kernladungszahl Z graphisch aufgetragen und entsprechend eine Anpassung durchgeführt, jedoch mit Übergang $n_2 = 3$ und $n_1 = 1$:⁵

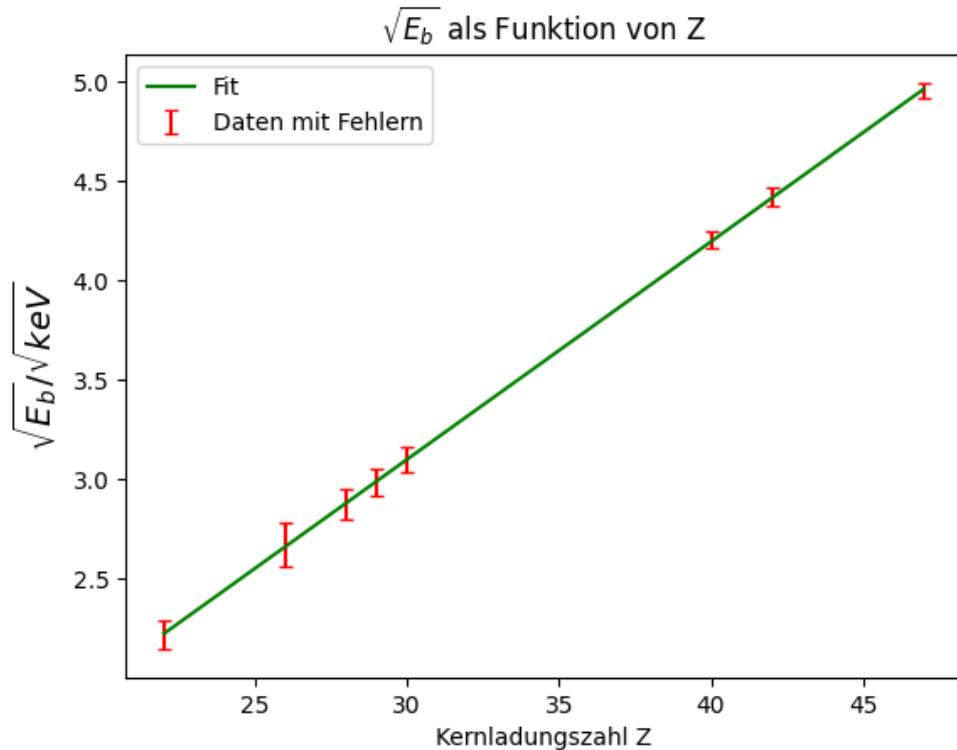


Abbildung 11: Die Wurzel der K_β -Energie über die Kernladungszahl aufgetragen

Wobei wir die Rydbergenergie sowie die mittlere Abschirmkonstante erhalten:

$$E_R = (13.51 \pm 0.09) \text{ eV} \quad (9)$$

$$\sigma_{12} = 1.72 \pm 0.12 \quad (10)$$

Die Abweichung mit der Literaturwert $E_{R,Lit}$ lautet 1σ und ist somit nicht signifikant.

⁵Python Code 2

4 Zusammenfassung und Diskussion

In diesem Experiment wurden die K_{α} - und K_{β} -Linien von verschiedenen Elementen und Legierungen mithilfe von der Röntgenfluoreszenz gemessen und die chemische Zusammensetzung von den Substanzen festgestellt. Zur Ermittlung der Zusammensetzung wurden die charakteristischen K-Linien erster Ordnung herangezogen, indem die Positionen an der angepassten Kurve mithilfe der Datenbank des Periodensystems in dem Computerprogramm abgelesen wurde. Das Ergebnis ist in Tabelle 2 dargestellt. Aus der Häufigkeit der Impulshöhen in den Kanälen lässt sich auch der prozentuale Anteil der jeweiligen Elemente abschätzen, ohne die quantitative Aussagen zu treffen. Diese Anteile könnten jedoch stark vom Untergrund beeinflusst werden, sofern dieser in der gesamten Legierung keine große Rolle spielt, weshalb eine exakte Bestimmung der chemischen Zusammensetzung für die unbekannte Probe (komplexe Mischungen wie dem Beutel mit Metallscherben) schwer zu schaffen ist (siehe Abbildung 9), da wir leider nicht in der Lage sind, die charakteristischen Peaks getrennt von der Rauschung zu betrachten. Trotzdem liefern die Ergebnisse wertvolle Informationen über die enthaltenen Metalle und tragen dazu bei, die Zusammensetzung der untersuchten Proben zu bestimmen.

Mithilfe der K_{α} - und K_{β} -Linien werden die Rydbergenergie zweimal mithilfe von dem Moseleyschen Gesetz ausgerechnet, wobei wir anhand einer linearen Kongression die Daten angepasst haben und aus der Steigung bekommen: $E_{R,\alpha} = (13.99 \pm 0.06) \text{ eV}$, $E_{R,\beta} = (13.51 \pm 0.09) \text{ eV}$. Die von K_{β} -Linien ausgewertete Rydbergenergie hat eine Abweichung 1σ von dem Literaturwert $E_{R,Lit} = 13.6 \text{ eV}$ und ist nicht signifikant, allerdings weist $E_{R,\alpha}$ mit einer Fehlerabweichung 6.5σ auf und ist somit schon signifikant. Einerseits könnte das Moseleysche Gesetz lediglich eine Approximation sein und dabei die Feinstruktur der Elemente nicht berücksichtigen. Andererseits werden, da einige Proben unterschiedlich groß sind, teilweise der Probentisch statt der Proben bestrahlt. Dadurch wird ein großer Teil der erzeugten sekundären Röntgenstrahlen nicht durch das untersuchte Element verursacht (zum Beispiel bei Ag), was die Genauigkeit beeinträchtigen kann.

Das Ergebnis könnte außerdem durch dickere Oxidschichten verfälscht werden, die von der Röntgenstrahlung auf dem Hin- und Rückweg nicht mehr nennenswert durchdringen werden. Dies ist aufgrund der hohen Energie der Strahlung wohl bis auf Extremfälle kein fatales Problem, allerdings könnten durch Oxidation entstandene Ionengitter das Spektrum verfälschen. Problematisch wird die Methode, wenn es sich um sehr röntgenempfindliche Proben handelt, die durch das Verfahren in ihrer Struktur beschädigt werden könnten. Bei den hier untersuchten Metallplatten ist dies jedoch kein relevanter Faktor.

5 Anhang

Python Code 256

June 24, 2024

0.0.1 PAP 2.2 Versuch 256 Röntgenfluorenz

Yuting Shi

```
[2]: import numpy as np
import matplotlib.pyplot as plt
from scipy.optimize import curve_fit
```

Python Code 1: Ka-Strahlung

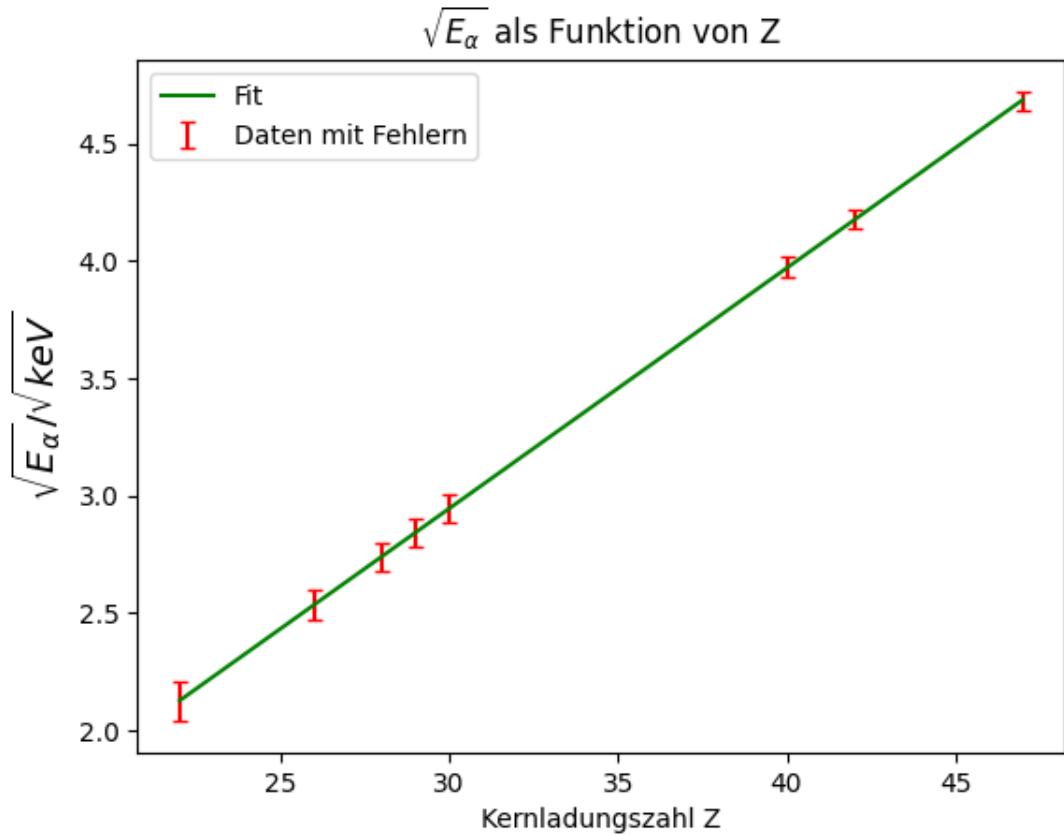
```
[35]: Z=np.array([22,26,28,29,30,40,42,47])
#K_alpha (Ti, Fe, Ni, Cu, Zn, Zr, Mo, Ag) in keV:
K_a=np.array([4.51,6.42,7.49,8.07,8.67,15.80,17.45,21.91])
Delta_K_a=np.array([0.18,0.17,0.17,0.18,0.18,0.18,0.18,0.19])
sqrt_K_a=np.sqrt(K_a)
delta_sqrt_K_a=np.sqrt((Delta_K_a**2/(2*np.sqrt(K_a))))**2

#Fit-Algorithmus
n1=1
n2=2
def fit_func(x, sqrt_Er, sig12):
    return sqrt_Er*(x-sig12)*np.sqrt(1/n1**2-1/n2**2)
popt, pcov=curve_fit(fit_func, Z, sqrt_K_a,sigma=delta_sqrt_K_a)

plt.errorbar(Z, sqrt_K_a, delta_sqrt_K_a, fmt='None', ecolor='r', capsized=3,marker='s', mec='black', mfc='black', ms='2', label='Daten mit Fehlern')
plt.xlabel('Kernladungszahl Z')
plt.ylabel(r'$\sqrt{E_{\alpha}}/\sqrt{keV}$ ', fontsize=14)
plt.title(r'$\sqrt{E_{\alpha}}$ ' + ' als Funktion von Z')
plt.plot(Z, fit_func(Z,*popt),label='Fit', color='green')
plt.legend()

print("sqrt_Er=",popt[0], ",Standardfehler=",np.sqrt(pcov[0][0]))
print("sig12=",popt[1], ",Standardfehler=",np.sqrt(pcov[1][1]))
print('E_r=',popt[0]**2, 'Standardfehler=',2*popt[0]*np.sqrt(pcov[0][0]))
```

sqrt_Er= 0.11829559387598129 ,Standardfehler= 0.00022766322161744
sig12= 1.2578857014165221 ,Standardfehler= 0.070236062377042
E_r= 0.013993847530471103 Standardfehler= 5.386311200990841e-05



Python Code 2: Kb-Linie

```
[37]: K_b=np.array([4.92,7.14,8.26,8.92,9.60,17.68,19.55,24.54])
Delta_K_b=np.array([0.16,0.29,0.21,0.20,0.19,0.19,0.19,0.20])
sqrt_K_b=np.sqrt(K_b)
delta_sqrt_K_b=np.sqrt((Delta_K_b**2/(2*np.sqrt(K_b)))*2)

#Fit-Algorithmus
n1=1
n2=3
popt2, pcov2=curve_fit(fit_func, Z, sqrt_K_b,sigma=delta_sqrt_K_b)

plt.errorbar(Z, sqrt_K_b, delta_sqrt_K_b, fmt='None', ecolor='r', capsizes=3,marker='s', mec='black', mfc='black', ms=2, label='Daten mit Fehlern')
plt.xlabel('Kernladungszahl Z')
plt.ylabel(r'$\sqrt{E_b}/\sqrt{\text{keV}}$ ', fontsize=14)
plt.title(r'$\sqrt{E_b}$' + ' als Funktion von Z')
plt.plot(Z, fit_func(Z,*popt2),label='Fit', color='green')
plt.legend()
```

```

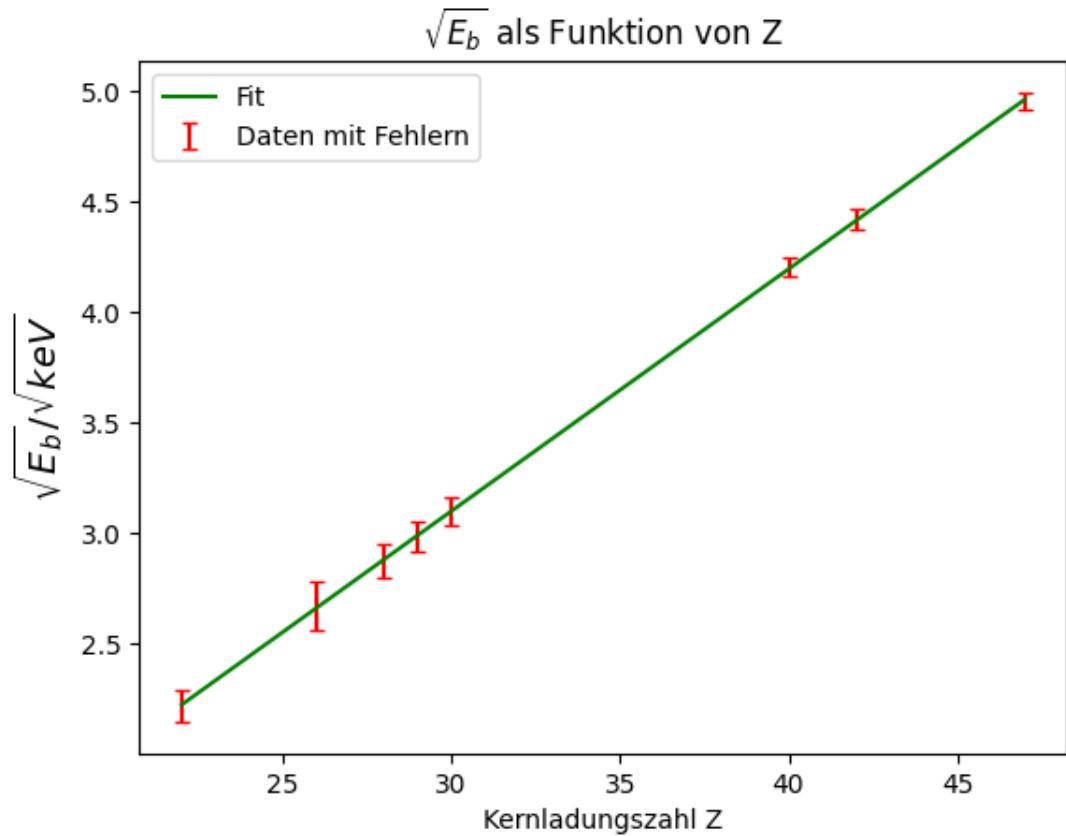
print("sqrt_Er=",popt2[0], ",Standardfehler=",np.sqrt(pcov2[0][0]))
print("sig12=",popt2[1], ",Standardfehler=",np.sqrt(pcov2[1][1]))
print('E_r=',popt2[0]**2, 'Standardfehler=' ,2*popt2[0]*np.sqrt(pcov2[0][0]))

```

`sqrt_Er= 0.11624000045945888 ,Standardfehler= 0.0003879320419211439`

`sig12= 1.7151483034762418 ,Standardfehler= 0.12235360982114653`

`E_r= 0.013511737706815002 Standardfehler= 9.018644146230518e-05`



6 Quelle

- Wagner, J. (April 2022). Physikalisches Praktikum PAP 2.2 für Studierende der Physik [Praktikumsanleitung]. Ruprecht-Karls-Universität Heidelberg. Abgerufen am 05. April 2024, von https://www.physi.uni-heidelberg.de/Einrichtungen/AP/info/Corona/2_2_2022.pdf