

Inhaltsverzeichnis

1 Aufgabenstellung	3
1.1 Röntgenfluoreszenzanalyse	3
1.2 Compton-Effekt	3
2 Grundlagen	3
2.1 Röntgenfluoreszenzanalyse	3
2.2 Compton-Effekt	3
3 Versuchsanordnung	3
3.1 Röntgenfluoreszenzanalyse	4
3.2 Compton-Effekt	5
4 Geräteliste	5
5 Versuchsdurchführung und Messergebnisse	6
5.1 Röntgenfluoreszenzanalyse	6
5.1.1 Aufnahme des Kalibrierungsspektrums	6
5.1.2 bereitgestellte Metalle	7
5.1.3 unbekannte Probe	9
5.2 Compton-Effekt	11
5.2.1 Energiekalibrierung des Detektors	11
5.2.2 Aufnahme der Spektren bei verschiedenen Winkeln	12
6 Auswertung	13
6.1 Röntgenfluoreszenzanalyse	14
6.1.1 bereitgestellte Metalle	14
6.1.2 unbekannte Probe	14
6.2 Compton-Effekt	14
6.2.1 Energiekalibrierung des Detektors	14
6.2.2 Aufnahme der Spektren bei verschiedenen Winkeln	14
7 Diskussion	14
7.1 Röntgenfluoreszenzanalyse	14
7.1.1 bereitgestellte Metalle	14
7.1.2 unbekannte Probe	14
7.2 Compton-Effekt	16
7.2.1 Energiekalibrierung des Detektors	16
7.2.2 Aufnahme der Spektren bei verschiedenen Winkeln	16

8 Zusammenfassung	16
8.1 Röntgenfluoreszenzanalyse	16
8.1.1 bereitgestellte Metalle	16
8.1.2 unbekannte Probe	16
8.2 Compton-Effekt	16
8.2.1 Energiekalibrierung des Detektors	16
8.2.2 Aufnahme der Spektren bei verschiedenen Winkeln	16

1 Aufgabenstellung

1.1 Röntgenfluoreszenzanalyse

Im Zuge des Beispiels Röntgenfluoreszenzanalyse sind folgende Versuche durchzuführen:

- Aufnahme und Kalibrierung eines Röntgenenergiespektrums
- Zeigen der Gültigkeit des Moseleyschen Gesetzes anhand der bereitgestellten Metalle und Ermittlung der Abschirmkonstante der K-Linien
- Analyse der Zusammensetzung von unbekannten Proben

1.2 Compton-Effekt

Ziel dieses Versuchs ist die Messung der Energie der gestreuten Photonen in Abhängigkeit vom Streuwinkel. Dabei werden folgende Punkte durchgeführt:

- Aufnahme des Primärspektrums und Energiekalibrierung des Detektors
- Aufnahme der Spektren in Streuanordnung
- Bestimmung der Energie als Funktion des Streuwinkels

2 Grundlagen

2.1 Röntgenfluoreszenzanalyse

2.2 Compton-Effekt

3 Versuchsanordnung

Für beide Teile des Versuchs wird das Röntgengerät aus Abbildung 3.1 verwendet. Zunächst wird die Stromversorgung und die Verbindung zum PC mittels Cassy Lab hergestellt. Nun wird mit den Drehschaltern eine Spannung von $(30,0 \pm 0,2)$ keV und ein Strom von $(1,00 \pm 0,02)$ mA eingestellt. Nach richtigen Schließen der Tür wird die Röntgenstrahlung mit dem HV Knopf kurz eingeschaltet, um zu überprüfen, ob das Gerät funktioniert.

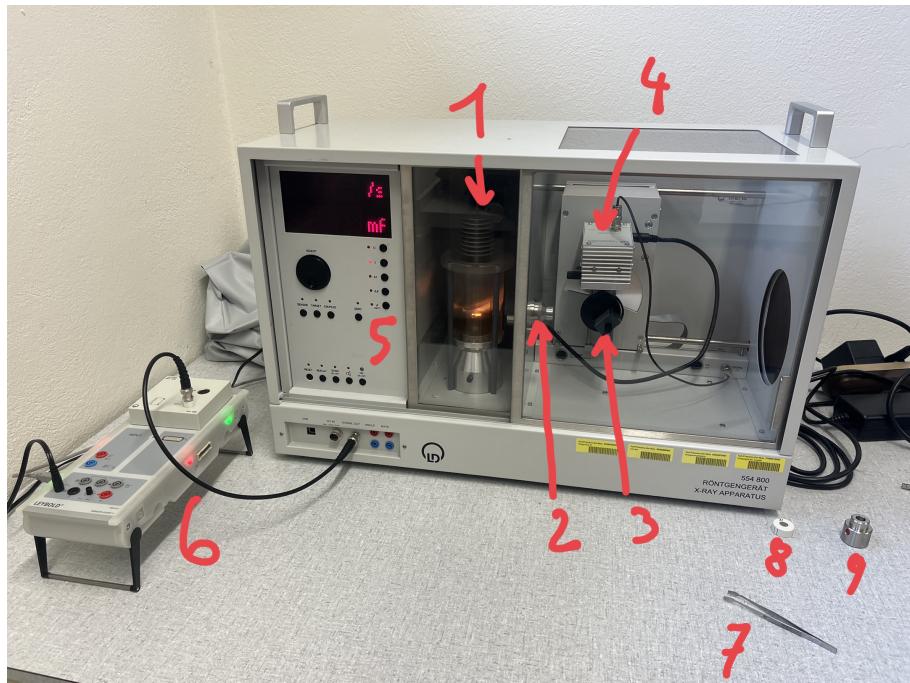


Abbildung 3.1: Verwendetes Röntgengerät

- 1 ...Röherenraum mit Röntgenröhre
- 2 ...Kollimator
- 3 ...Targetarm mit Targettisch auf Goniometer
- 4 ...Sensor auf Goniometer
- 5 ...Bedienfeld mit Drehschalter für alle Einstellungen
- 6 ...Cassy Lab 2
- 7 ...Pinzette für Probenwechsel
- 8 ...Zr- Filter
- 9 ...Abschwächerblende

3.1 Röntgenfluoreszenzanalyse

Zunächst werden die Abstände zwischen Kollimator und Target bzw. zwischen Target und Sensor eingestellt, damit diese 5 - 6 cm betragen. Dies geschieht manuell durch Lockerung der entsprechenden Schraube und Bewegung des Bauteils auf den Führungsschienen. Nun werden die Winkel des Targetarms und des Sensors eingestellt. Wichtig ist dabei, dass dies elektrisch, über die entsprechenden Knöpfe geschieht. Der Winkel des Targets wird dabei auf $(45,0 \pm 0,2)^\circ$ eingestellt, der des Sensors auf $(90,0 \pm 0,2)^\circ$. Mit der SZeroTaste können die Winkel zurück in die Ausgangsposition gebracht werden.

3.2 Compton-Effekt

Für diesen Teil des Versuchs wird der Zr-Filter (siehe 8 in Abbildung 3.1) verwendet. Dieser wird über den Metalbolzen des Kollimators geschoben, bevor dieser in seine Einbuchtung gesteckt wird. Für die Aufnahme des Kalibrierungsspektrums wird zusätzlich noch die Abschwächerblende verwendet. Diese wird über den Kollimator geschoben, wie in Abbildung 3.2 sichtbar. Zusätzlich wird für die Kalibration auch der Targethalter ausgebaut.

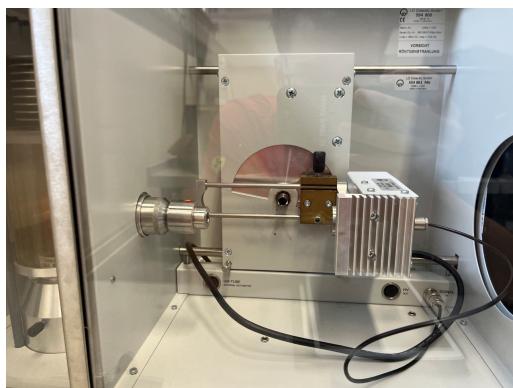


Abbildung 3.2: Montierte Abschwächerblende

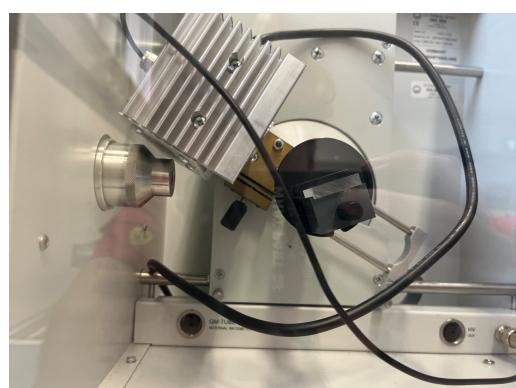


Abbildung 3.3: Maximale Auslenkung des Sensors

Für die Messung der Streuwinkel wird die Abschwächerblende wieder entfernt und der Targethalter eingebaut. Bezuglich der Abstände von Sensor und Targethalter wird darauf geachtet, dass ein Schwenken von bis zu $(150,0 \pm 0,2)^\circ$ möglich ist, wie in Abbildung 3.3 sichtbar.

4 Geräteliste

Für die Elektronen-Spin-Resonanz werden die in Tabelle 4.1 aufgelisteten Geräte verwendet.

Tabelle 4.1: Verwendete Geräte für die Elektronen-Spin-Resonanz

Gerätetyp	Hersteller	Typ	Inventar-Nr	Anmerkung
ESR-Grundgerät	KFU Graz	Rep-Art-Onl-1066	REP103801	
ESR-Betriebsgerät	Leybold	514571		mit Amperemeter
Zweikanal Oszilloskop	Hameg	HM205-2	DOZ-3	analog
Helmholzspule	LD	555604		2 x
Steckspulen				mit unterschiedlichen Windungen
Graphitprobe				
Sockel				
Kabel				BNC und Banane

5 Versuchsdurchführung und Messergebnisse

5.1 Röntgenfluoreszenzanalyse

5.1.1 Aufnahme des Kalibrierungsspektrums

Nachdem der Versuchsaufbau, wie bereits in Abschnitt 3 erklärt, durchgeführt wurde, wird zunächst das Kalibrierungstarget aus die entsprechende Position gelegt. Dabei handelt es sich um ein verzinktes Eisenblech. Nun werden die Winkel des Targets und des Sensors richtig eingestellt und der Sensor über das Cassy Lab 2 mit dem Computer verbunden. In der Computersoftware werden unter den Messparametern die Einstellungen "Vielkanalmessung, 512 Kanäle, negative Pulse, Verstärkung = -2,5, Messdauer = 300 s" eingegeben. Nun kann der Röntgenstrom eingeschaltet und die Messung gestartet werden.

Nun müssen den zwei erzeugten Peaks die entsprechenden Energien zugeordnet werden. Für Fe ist die entsprechende Energie 6,40 keV und für Zn 8,64 keV [unterlagen_rontgenfluore...]. Das erzeugte Kalibrierungsspektrum, samt den durchgeführten Einstellungen, ist in Abbildung 5.1 sichtbar.

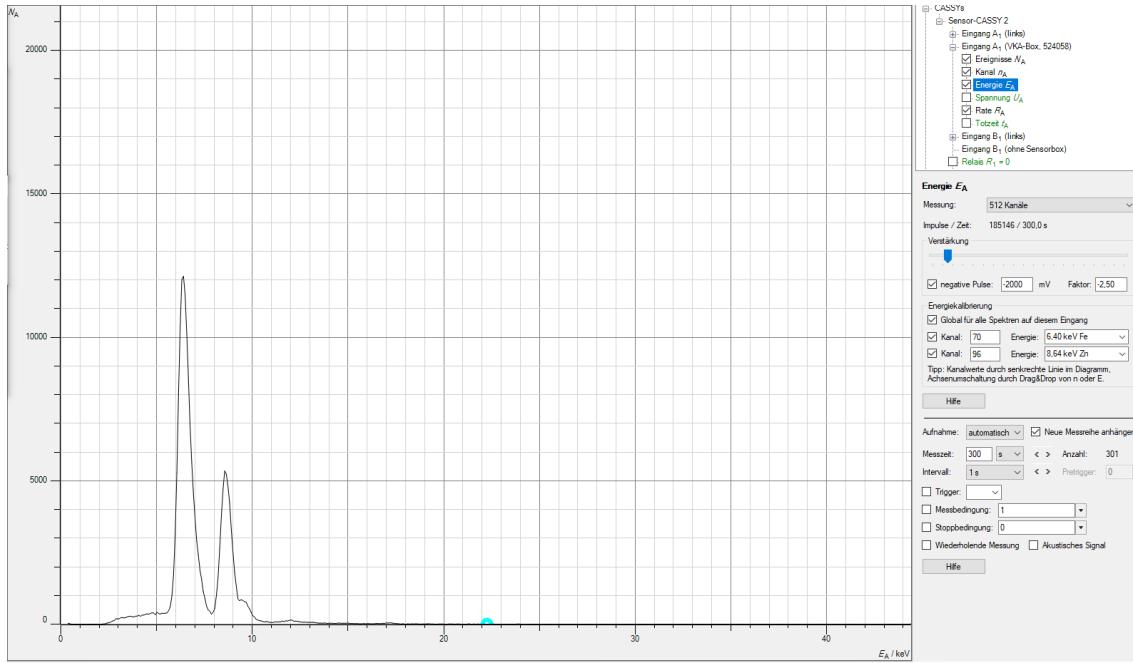


Abbildung 5.1: Aufgezeichnetes Kalibrierungsspektrum von Fe und Zn mit Interface E_A ...entsprechende Energie in keV
 N_A ...verzeichnete Counts

5.1.2 bereitgestellte Metalle

Nachdem das Kalibrierungsspektrum aufgenommen wurde werden nun die verschiedenen Proben auf den Targethalter gelegt und die Messung, wie bereits zuvor für die Kalibrierung beschrieben, durchgeführt. Beim Wechseln der Proben ist zu beachten, dass die Röntgenstrahlung immer ausgeschalten ist, wenn die Tür geöffnet wird. Auch muss die Röntgenstrahlung kurz eingeschaltet werden bis die Glühkathode einen konstanten Farbverlauf aufweist, bevor die Messung gestartet wird. Die so erzeugten Diagramme der einzelnen Proben sind in folgenden Abbildungen immer mit dem Referenzspektrum sichtbar.

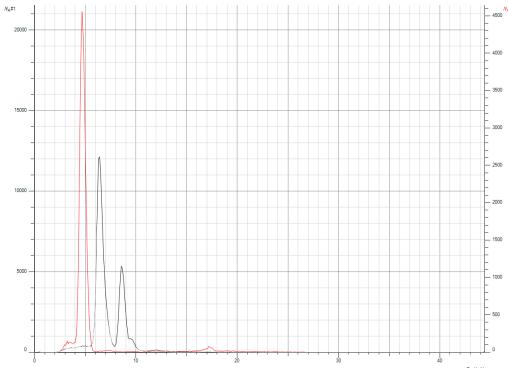


Abbildung 5.2: Gemessenes Spektrum der Ti - Probe (rot) mit Kalibrierungsspektrum von Fe und Zn (schwarz)
 E_A ...entsprechende Energie in keV
 N_A ...verzeichnete Counts

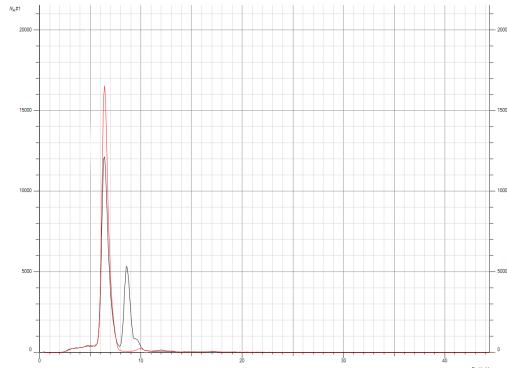


Abbildung 5.3: Gemessenes Spektrum der Fe - Probe (rot) mit Kalibrierungsspektrum von Fe und Zn (schwarz)
 E_A ...entsprechende Energie in keV
 N_A ...verzeichnete Counts

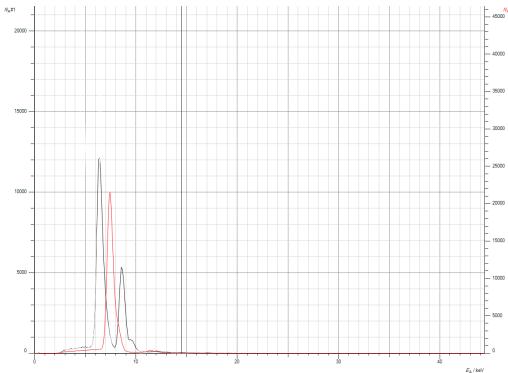


Abbildung 5.4: Gemessenes Spektrum der Ni - Probe (rot) mit Kalibrierungsspektrum von Fe und Zn (schwarz)
 E_A ...entsprechende Energie in keV
 N_A ...verzeichnete Counts

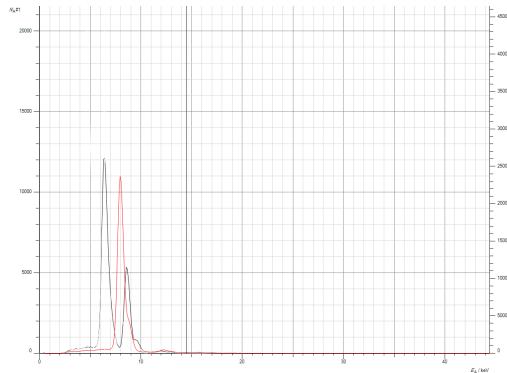


Abbildung 5.5: Gemessenes Spektrum der Cu - Probe (rot) mit Kalibrierungsspektrum von Fe und Zn (schwarz)
 E_A ...entsprechende Energie in keV
 N_A ...verzeichnete Counts

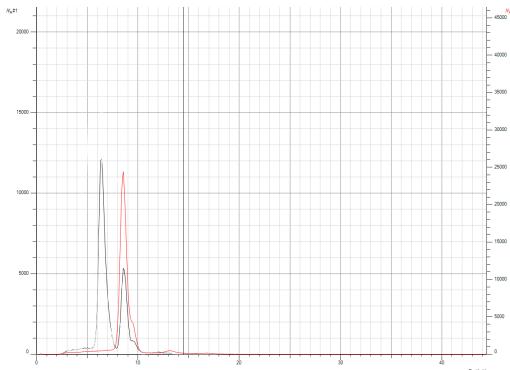


Abbildung 5.6: Gemessenes Spektrum der Zn - Probe (rot) mit Kalibrierungsspektrum von Fe und Zn (schwarz)
 E_A ...entsprechende Energie in keV
 N_A ...verzeichnete Counts

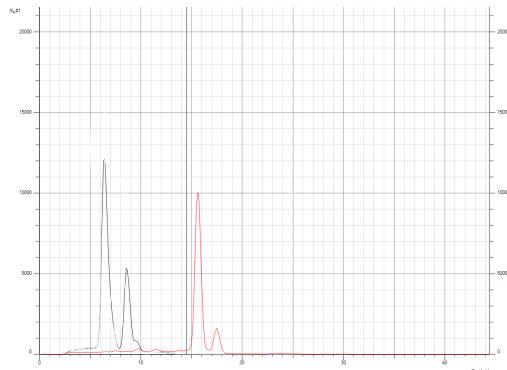


Abbildung 5.7: Gemessenes Spektrum der Zr - Probe (rot) mit Kalibrierungsspektrum von Fe und Zn (schwarz)
 E_A ...entsprechende Energie in keV
 N_A ...verzeichnete Counts

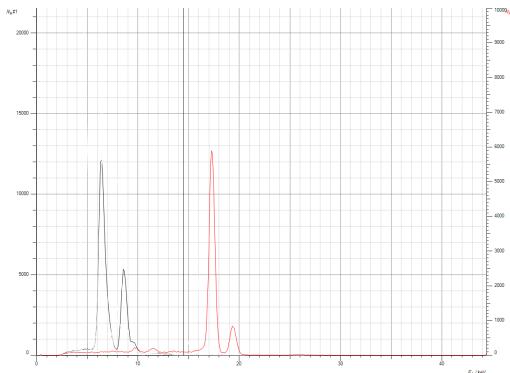


Abbildung 5.8: Gemessenes Spektrum der Mo - Probe (rot) mit Kalibrierungsspektrum von Fe und Zn (schwarz)
 E_A ...entsprechende Energie in keV
 N_A ...verzeichnete Counts

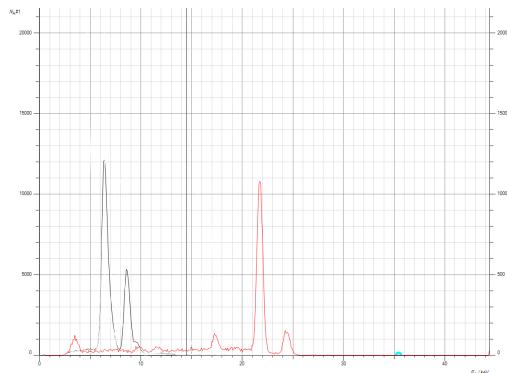


Abbildung 5.9: Gemessenes Spektrum der Ag - Probe (rot) mit Kalibrierungsspektrum von Fe und Zn (schwarz)
 E_A ...entsprechende Energie in keV
 N_A ...verzeichnete Counts

Der gemessene Energiewert des Peaks wird in der Software mit der paek finder Funktion bestimmt und nochmals in ?? angeführt.

5.1.3 unbekannte Probe

Nun werden zwei eigene Proben, sichtbar in Abbildung 5.10, auf den Targethalter gelegt, um deren genaue Zusammensetzung zu bestimmen.

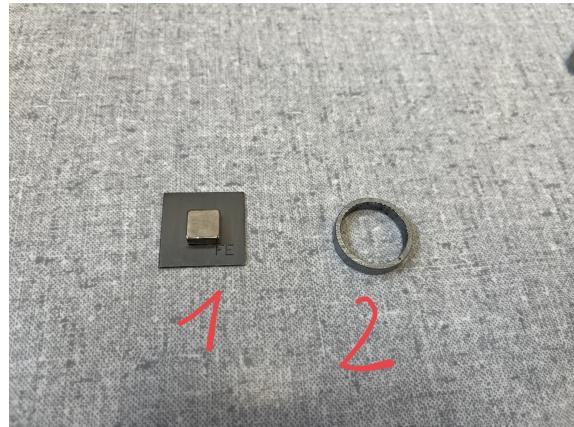


Abbildung 5.10: Eigene Proben
1 ...Neodynagnet auf Eisenplättchen
2 ...Ring

Um den Neodynagneten besser auf dem Targethalter positionieren zu können, wurde dieser auf die Eisenplatte gegeben. Bei der Auswertung ist nun zu beachten, dass diese Eisenplatte auch berücksichtigt werden muss. Beim Ring ist zu Beachten dass bei der Positionierung darauf geachtet wurde, dass die Röntgenstrahlen den Ring auch wirklich treffen.

Die Messung der beiden Proben erfolgt nach dem gleichen Schema wie zuvor bei den Metallplättchen. Die erzeugten Spektren sind in folgenden Abbildung 5.11 und Abbildung 5.12 sichtbar.

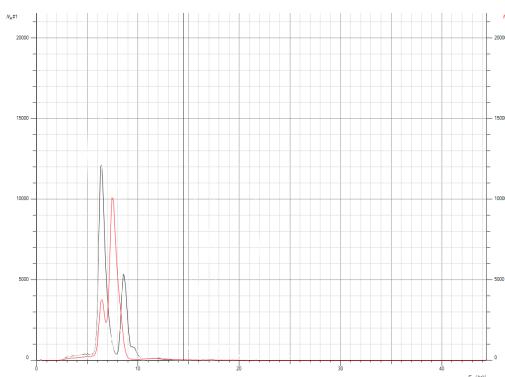


Abbildung 5.11: Gemessenes Spektrum des Magneten (rot) mit Kalibrierungsspektrum von Fe und Zn (schwarz)
 E_A ...entsprechende Energie in keV
 N_A ...verzeichnete Counts

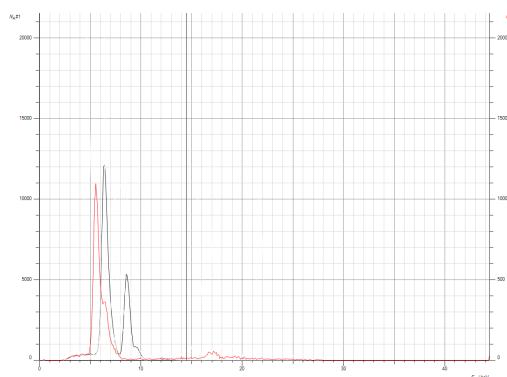


Abbildung 5.12: Gemessenes Spektrum des Rings (rot) mit Kalibrierungsspektrum von Fe und Zn (schwarz)
 E_A ...entsprechende Energie in keV
 N_A ...verzeichnete Counts

5.2 Compton-Effekt

5.2.1 Energiekalibrierung des Detektors

Nachdem das Röntgengerät wie bereits in Abschnitt 3 beschrieben vorbereitet wurde, indem der Targetarm ausgebaut wird und Zr - Filter, sowie die Abschwächerblende positioniert wurden, wird zunächst der Emissionsstrom auf $(0,05 \pm 0,02)$ mA reduziert. In der Cassy Lab Software werden die folgende Einstellungen vorgenommen: "Vielkanalmessung, 512 Kanäle, negative Pulse, Verstärkung = -4, Messdauer = 300 s" Nun wird das Maximum der Zählrate bestimmt, indem eine Messung gestartet wird und der Sensor langsam um die 0° -Linie geschwenkt wird, bis das Maximum verzeichnet wird, was im konkreten Fall bei folgenden Winkel α_{max} der Fall war.

$$\alpha_{max} = (-0,6 \pm 0,2)^\circ$$

Mit diesem Winkel wird eine gesammte Messperiode aufgezeichnet. Auch hier ist es wichtig darauf zu achten, dass die Tür ordnungsgemäß geschlossen ist. Nun wird in der Computersoftware unter dem gleichnamigen Dialogfenster eine Energiekalibrierung durchgeführt, indem die Energien für Au L α - 9,71 keV und Mo K α - 17,44 keV übergeben werden [[unterlagen_compton](#)]. Das so erzeugte Kalibrierungsspektrum mit den entsprechenden Einstellungen ist in Abbildung 5.13 sichtbar.

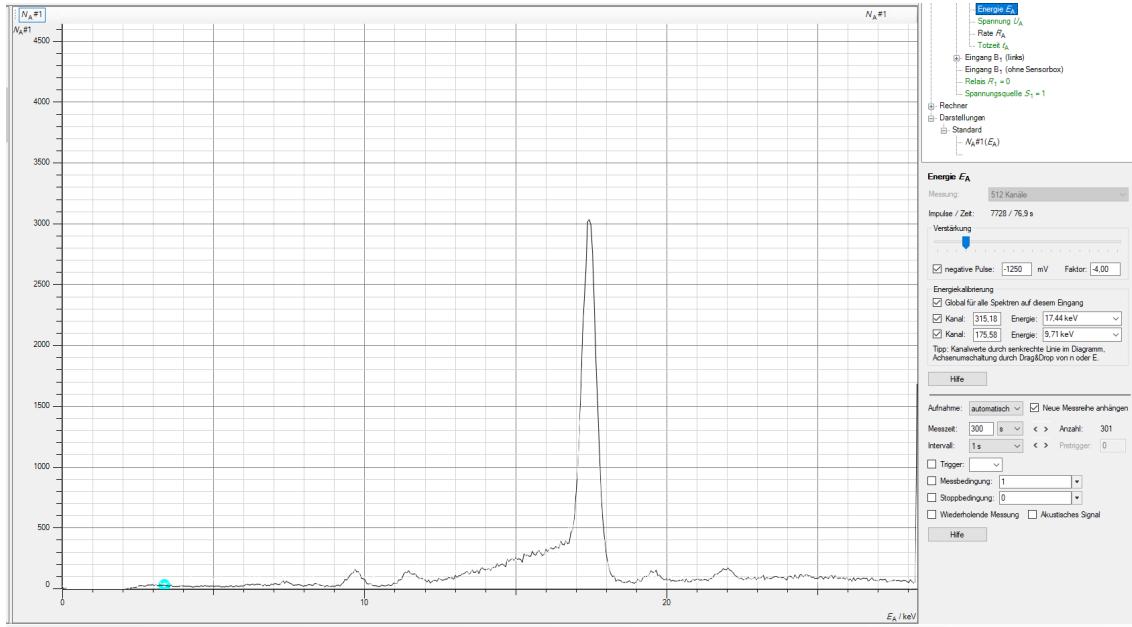


Abbildung 5.13: Aufgezeichnetes Kalibrierungsspektrum von Zr Filter mit Interface
 E_A ...entsprechende Energie in keV
 N_A ...verzeichnete Counts

5.2.2 Aufnahme der Spektren bei verschiedenen Winkeln

Nun wird, wie bereits in Abschnitt 3 beschrieben, die Abschwächerblende entfernt und der Targethalter wieder eingebaut. Auf diesen wird vorsichtig die Plexiglasprobe gelegt. Weiters wird wieder ein Emissionsstrom von $(1,00 \pm 0,02)$ mA verwendet. Nun wird der Targetarm über den entsprechenden Drehknopf um einen Winkel von $(20,0 \pm 0,2)^\circ$ geneigt und für alle Messungen in dieser Position belassen. Für die verschiedenen Messungen wird nun der Neigungswinkel des Sensors variiert. Um den tatsächlichen Auslenkungswinkel im Bezug zur Energiekalibrierung zu messen muss beachtet werden, dass der zuvor bestimmte Versatz von $(-0,6 \pm 0,2)^\circ$ immer berücksichtigt wird. Eine tatsächliche Verdrehung des Sensors von 30° würde daher beispielsweise einem Wert von $29,4^\circ$ in der Anzeige entsprechen. Der besseren Übersicht halber, werden die Winkel in ?? bezüglich der Kalibrierung angegeben. Nun wird in der Computersoftware über die peak-finder Funktion die Energie des Peaks beim entsprechenden Abstrahlwinkel bestimmt und in ?? notiert.

Um die Verschiebung des Peaks klar sichtbar zu machen, wird in Abbildung 5.14 das gemessene Spektrum für einen Winkel des Sensor von $(30,0 \pm 0,2)^\circ$ jenem von $(150,0 \pm 0,2)^\circ$ gegenübergestellt.

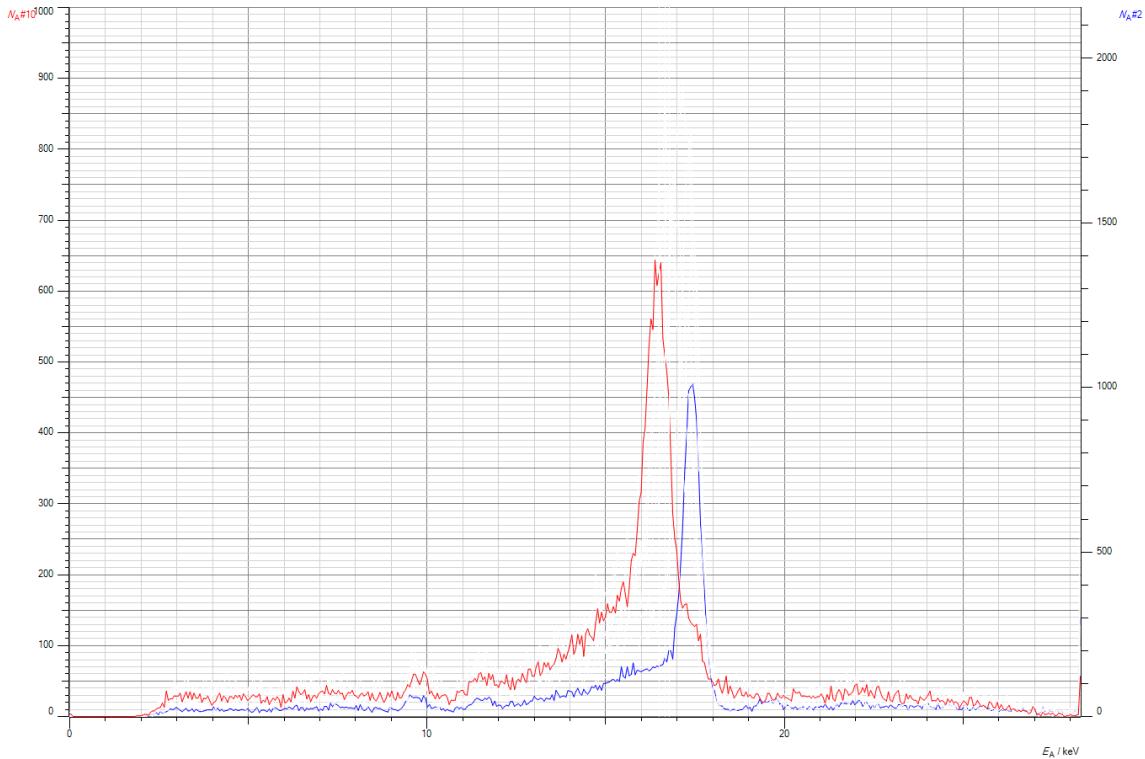


Abbildung 5.14: Vergleich der Spektren bei unterschiedlichen Winkeln des Sensors
Blau ...Auslenkung des Sensors bezüglich der Kalibrierung um $(30,0 \pm 0,2)^\circ$
Rot ...Auslenkung des Sensors bezüglich der Kalibrierung um $(150,0 \pm 0,2)^\circ$
 E_A ...entsprechende Energie in keV
 N_A ...verzeichnete Counts

6 Auswertung

Um zu sehen wie sich die Unsicherheit der Messungen bis in die Ergebnisse fortpflanzt, ist die erweiterte Gauss-Methode verwendet worden. Die Grundlagen dieser Methode stammen von den Powerpointfolien von GUM [[wolfgang_kessel_isobipm-gum_2004](#)]. Für die Auswertung ist die Programmiersprache Python im speziellen die Pakete `labtool-ex2`, `pandas`, `sympy`, `lmfit` zur Hilfe genommen worden. `lmfit` wurde für das Fitten verwendet, `sympy` wurde für symbolische Manipulation verwendet und die restlichen Pakete für leichteres Handhaben der Daten. Dies wurde aber alles durch `labtool-ex2` abstrahiert.

Um höchstmögliche Genauigkeit zu garantieren wird erst bei der Darstellung der Wert in Tabellen gerundet.

6.1 Röntgenfluoreszenzanalyse

6.1.1 bereitgestellte Metalle

6.1.2 unbekannte Probe

6.2 Compton-Effekt

6.2.1 Energiekalibrierung des Detektors

6.2.2 Aufnahme der Spektren bei verschiedenen Winkeln

7 Diskussion

7.1 Röntgenfluoreszenzanalyse

7.1.1 bereitgestellte Metalle

7.1.2 unbekannte Probe

Um sicherzustellen, ob sich die Kalibration nicht verändert hat wurde zum Schluss nochmals die Fe Probe eingelegt und das in Abbildung 7.1 sichtbare Spektrum erzeugt.

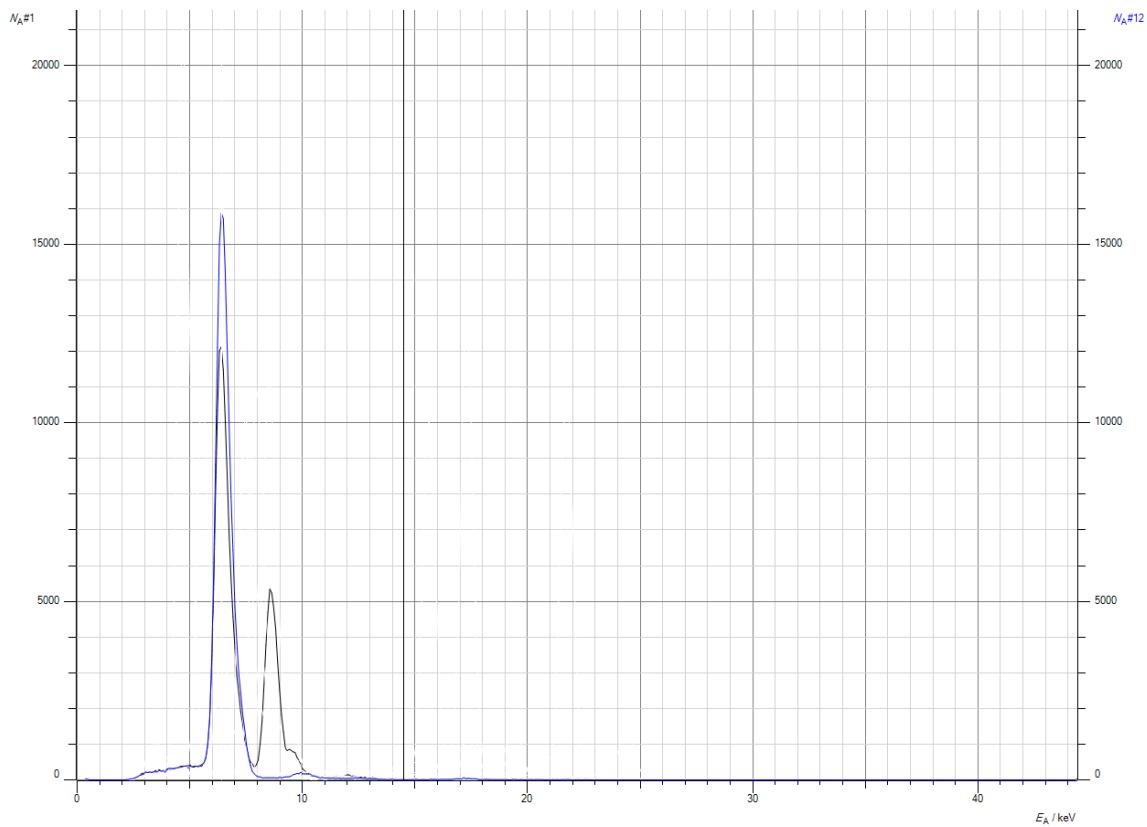


Abbildung 7.1: Erneute Messung des Spektrums der Fe - Probe (blau) mit zuvor erzeugtem Kalibrierungsspektrum von Fe und Zn (schwarz)

E_A ...entsprechende Energie in keV

N_A ...verzeichnete Counts

Hier wird klar ersichtlich, dass sich die Kalibrierung, wie erwartet, nicht geändert hat.

7.2 Compton-Effekt

7.2.1 Energiekalibrierung des Detektors

7.2.2 Aufnahme der Spektren bei verschiedenen Winkeln

8 Zusammenfassung

Hier werden nochmals alle Ergebnisse dieser Experimentenfolge aufgelistet. Wobei die meisten zu erstellenden Diagramme Aufgrund der Länge der Abschnitt 6 entnommen werden sollen.

8.1 Röntgenfluoreszenzanalyse

8.1.1 bereitgestellte Metalle

8.1.2 unbekannte Probe

8.2 Compton-Effekt

8.2.1 Energiekalibrierung des Detektors

8.2.2 Aufnahme der Spektren bei verschiedenen Winkeln

Abbildungsverzeichnis

3.1	Verwendetes Röntgengerät	4
3.2	Montierte Abschwächerblende	5
3.3	Maximale Auslenkung des Sensors	5
5.1	Aufgezeichnetes Kalibrierungsspektrum mit Interface	7
5.2	Gemessenes Spektrum der Ti - Probe	8
5.3	Gemessenes Spektrum der Fe - Probe	8
5.4	Gemessenes Spektrum der Ni - Probe	8
5.5	Gemessenes Spektrum der Cu - Probe	8
5.6	Gemessenes Spektrum der Zn - Probe	9
5.7	Gemessenes Spektrum der Zr - Probe	9
5.8	Gemessenes Spektrum der Mo - Probe	9
5.9	Gemessenes Spektrum der Ag - Probe	9
5.10	Eigene Proben	10
5.11	Gemessenes Spektrum des Magneten	10
5.12	Gemessenes Spektrum des Rings	10
5.13	Aufgezeichnetes Kalibrierungsspektrum von Zr mit Interface	12
5.14	Aufgezeichnetes Kalibrierungsspektrum mit Interface	13
7.1	Erneute Messung des Spektrums der Fe - Probe	15

Tabellenverzeichnis

4.1	Verwendete Geräte für die Elektronen-Spin-Resonanz	6
-----	--	---