

Inhaltsverzeichnis

1 Aufgabenstellung	2
1.1 Röntgenfluoreszenzanalyse	2
1.2 Compton-Effekt	2
2 Grundlagen	2
2.1 Röntgenfluoreszenzanalyse	2
2.2 Compton-Effekt	5
3 Versuchsanordnung	7
3.1 Röntgenfluoreszenzanalyse	8
3.2 Compton-Effekt	9
4 Geräteliste	10
5 Versuchsdurchführung und Messergebnisse	12
5.1 Röntgenfluoreszenzanalyse	12
5.1.1 Aufnahme des Kalibrierungsspektrums	12
5.1.2 bereitgestellte Metalle	13
5.1.3 unbekannte Probe	15
5.2 Compton-Effekt	17
5.2.1 Energiekalibrierung des Detektors	17
5.2.2 Aufnahme der Spektren bei verschiedenen Winkeln	18
6 Auswertung	20
6.1 Röntgenfluoreszenzanalyse	20
6.1.1 bereitgestellte Metalle	20
6.1.2 unbekannte Probe	21
6.2 Compton-Effekt	21
7 Diskussion	22
7.1 Röntgenfluoreszenzanalyse	22
7.1.1 bereitgestellte Metalle	22
7.1.2 unbekannte Probe	23
7.1.3 Überprüfung der Kalibrierung	23
7.2 Compton-Effekt	24
8 Zusammenfassung	24
8.1 Röntgenfluoreszenzanalyse	25
8.1.1 bereitgestellte Metalle	25
8.1.2 unbekannte Probe	25
8.2 Compton-Effekt	25

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

Die Röntgenfluoreszenzspektroskopie (XRF) ist eine zerstörungsfreie Analysetechnik zur Bestimmung der Elementzusammensetzung eines Materials. Bei der Röntgenfluoreszenzspektroskopie wird die Probe mit Röntgenstrahlen bestrahlt, wodurch die Atome in der Probe charakteristische Röntgenstrahlen aussenden. Diese charakteristischen Röntgenstrahlen werden dann nachgewiesen und analysiert, um die Elementzusammensetzung der Probe zu bestimmen. Der schematische Aufbau eines Röntgendetektors ist in Abbildung 2.1 ersichtlich.

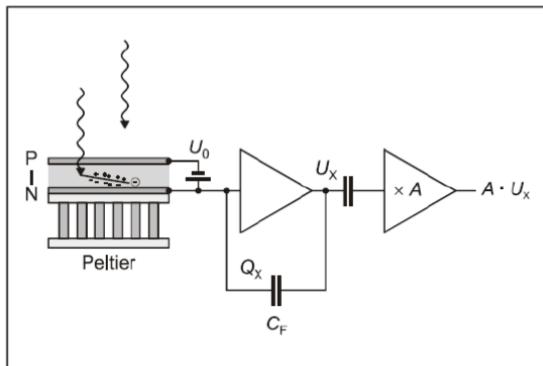


Abbildung 2.1: Schematische Skizze eines Röntgendetektors
[koller_experimente_nodate]

Charakteristische Röntgenstrahlen werden ausgesandt, wenn ein Elektron von einem höheren Energieniveau auf ein niedrigeres Energieniveau in einem Atom fällt. Bei diesem Vorgang wird Energie in Form eines Röntgenphotons freigesetzt, dessen Energie gleich dem Energieunterschied zwischen den beiden Niveaus ist. Jedes Element hat eine eigene Gruppe von Energieniveaus und damit eine eigene Gruppe von charakteristischen Röntgenstrahlen.

Die beiden in der RFA-Analyse am häufigsten verwendeten charakteristischen Röntgenstrahlen sind die K-alpha- und K-beta-Emissionen. Diese Emissionen treten auf, wenn ein Elektron von der K-Schale (der äußersten Elektronenschale) in die L-Schale bzw. von der K-Schale in die M-Schale fällt. Die Energie dieser Emissionen hängt von der Ordnungszahl des Elements ab und kann daher zur Identifizierung des in der Probe vorhandenen Elements verwendet werden. Diese Benennung ist schematisch in Abbildung 2.2 sichtbar.

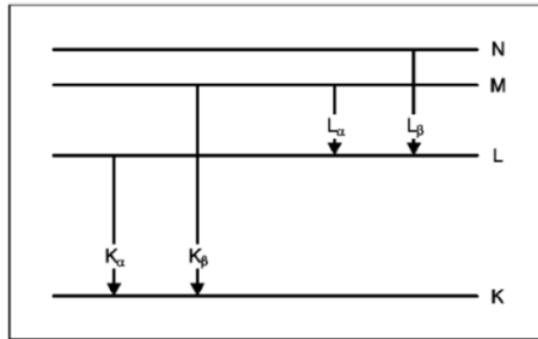


Abbildung 2.2: Termschema der charakteristischen Röntgenlinien [koller_experimente_nodate]

Die relative Intensität der K-alpha- und K-beta-Emissionen kann auch zur Bestimmung der prozentualen Zusammensetzung des Elements in der Probe verwendet werden. Durch Vergleich der Intensität der K-alpha- und K-beta-Emissionen mit den Intensitäten dieser Emissionen in einer Standardprobe mit bekannter Zusammensetzung kann die prozentuale Zusammensetzung des Elements in der unbekannten Probe berechnet werden.

Das Moseley-Gesetz setzt die Energie der von einem Element ausgesandten charakteristischen Röntgenstrahlen mit der Ordnungszahl des Elements in Beziehung. Konkret ist die Energie der K-alpha-Emission proportional zu $(Z - S)^2$, wobei Z die Ordnungszahl des Elements und S eine Abschirmkonstante ist, die die Abschirrmung der Kernladung durch die inneren Elektronen berücksichtigt. Durch Messung der Energie der K-alpha-Emission für mehrere Elemente und Auftragen der Quadratwurzel der Energie gegen die Ordnungszahl konnte Moseley eine Beziehung zwischen den beiden bestimmen, die es ihm ermöglichte, die Abschirmkonstante für jedes Element zu berechnen. Diese Abschirmkonstante ist ein wichtiger Faktor bei der Bestimmung der Energien der charakteristischen Röntgenstrahlen, die von einem Element emittiert werden, und ist daher für die genaue Bestimmung der Elementzusammensetzung mit Hilfe der RFA-Spektroskopie von wesentlicher Bedeutung.

Die Energie E_n des Elektrons wird dabei durch folgende modifizierte Bohrsche Formel berechnet.

$$E_n = -Rhc \frac{(z - \sigma_n)^2}{n^2} \quad (1)$$

n bezeichnet dabei die Hauptquantenzahl, Z die Kernladungszahl, σ_n die Abschirmkonstante und R die Rydbergkonstante ($R = \frac{m_e e^4}{8\epsilon_0^2 h^8 c}$). Die Hauptquantenzahl n be-

zeichnet die Elektronenschalen: $n = 1$ für die K-Schale, $n = 2$ für die L-Schale, $n = 3$ für die M-Schale usw.

Für die Frequenzen der charakteristischen Linien $\sigma = (E_2 - E_1)/h$ bei den Übergängen $n_2 -> n_1$ ($n_2 > n_1$) gilt folgender Zusammenhang:

$$\nu = cR \left[\frac{(Z - \sigma_{n1})^2}{n_1^2} - \frac{(Z - \sigma_{n2})^2}{n_2^2} \right] \quad (2)$$

Wird nun eine mittlere Abschirmkonstante $\sigma_{2,1}$ für einen Übergang von n_2 nach n_1 eingeführt, ergibt sich folgendes als das Moseleysche Gesetz:

$$\sqrt{\frac{v}{v_R}} = (Z - \sigma_{2,1}) \sqrt{\frac{1}{n_1^2} - \frac{1}{n_2^2}} \quad (3)$$

$\sigma_R = c_R$ bezeichnet dabei die Rydberg-Frequenz.

Nun ergibt sich für die Energien der charakteristischen Linie folgendes:

$$\sqrt{\frac{E}{R_y}} = (z - \sigma_{2,1}) \sqrt{\frac{1}{n_1^2} - \frac{1}{n_2^2}} \quad (4)$$

Setzt man $R_y = Rhc \approx 2,18 \times 10^{-18}$ J $\approx 13,6$ eV und betrachtet die $K\alpha$ -Linien leichterer Elemente ($Z < 30$) ergibt sich schließlich [**koller_experimente_nodate**]:

$$\sqrt{\frac{E}{R_y}} = (Z - 1) \sqrt{\frac{3}{4}} \quad (5)$$

2.2 Compton-Effekt

Der Comptoneffekt dient als Nachweis des Teilchencharakters von Licht. Er besagt, wenn ein beliebiges Material mit Röntgenstrahlung der Wellenlänge λ_0 bestrahlt, so kann bei der Streustrahlung eine Wellenlänge $\lambda_s > \lambda_0$ festgestellt werden. Dies kann durch Stoßvorgänge zwischen den Röntgenquanten und den freien Elektronen erklärt werden, bei denen Energie vom Röntgen-Quant auf das Elektron übertragen wird, wie in Abbildung 2.3 sichtbar.

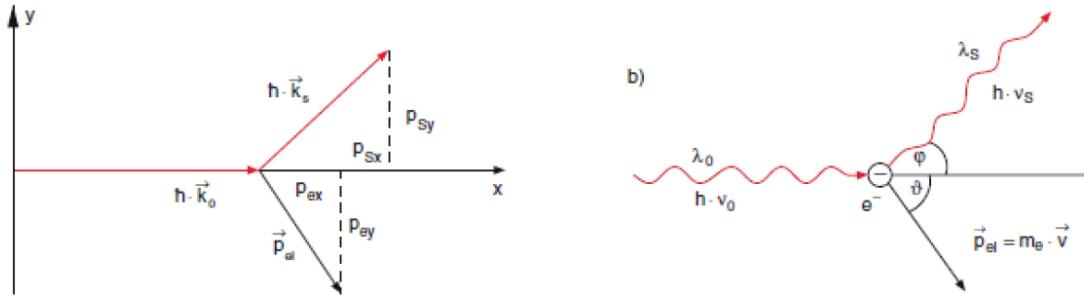


Abbildung 2.3: Schematische Darstellung des Comptoneffekts (b) Darstellung des Impulsübertrags [koller_experimente_nodate-1]

Zunächst wird das Elektron e^- vor dem Stoß als ruhend betrachten. Es wird davon ausgegangen, dass jenes im Streumaterial nur schwach gebunden ist. Dadurch kann die Vernachlässigung der Bindungsenergie gerechtfertigt werden. Beim einem Stoß kann nun aus der Erhaltung für die Energie E und den Impuls p der Röntgenstrahlung, folgender Zusammenhang gefolgert werden.

$$hv_0 + e^- \rightarrow hv_S + e^- \quad (E_{kin}) \quad (6)$$

$$E = hv = \frac{hc}{\lambda}, \vec{p} = \hbar \vec{k} \text{ und } |p| = \frac{h}{\lambda} \quad (7)$$

h beschreibt dabei das Plancksche Wirkungsquantum, c die Lichtgeschwindigkeit, λ die Wellenlänge und v die Frequenz der Röntgenstrahlung

Eine relativistische Betrachtung liefert für den Energiesatz somit:

$$E_{kin}^e = \frac{m_0 c^2}{\sqrt{1 - \beta^2}} - m_0 c^2, \text{ mit } \beta = \frac{v}{c} \quad (8)$$

Daraus folgt für den Impuls:

$$\hbar \vec{k}_0 = \hbar \vec{k}_S + \vec{p}_e \text{ mit } \vec{p}_e = \frac{m_0 \vec{v}}{\sqrt{1 - \beta^2}} \quad (9)$$

Daraus folgt:

$$v_0 - v_S = \frac{h}{m_0 c^2} v_0 v_S (1 - \cos \varphi) \quad (10)$$

Woraus sich für die Compton-Streuformel folgender Zusammenhang ergibt:

$$\lambda_s - \lambda_0 = 2\lambda_C \sin^2 \varphi_2 \text{ mit } \lambda_C = \frac{\hbar}{m_0 C} = 2,4262 \cdot 10^{-12} \text{ m} \quad (11)$$

λ_C bezeichnet dabei die Compton-Wellenlänge des Elektrons.

Im Versuch werden die Energien der gestreuten Strahlung gemessen. Die entsprechend umgeformte Formel lautet:

$$E_s = \frac{E_0}{1 + \frac{E_0}{m_0 c^2} (1 - \cos \varphi)} \quad (12)$$

E_s bezeichnet dabei die Energie der gestreuten Strahlung und E_0 die Primärenergie [koller_experimente_nodate-1].

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.

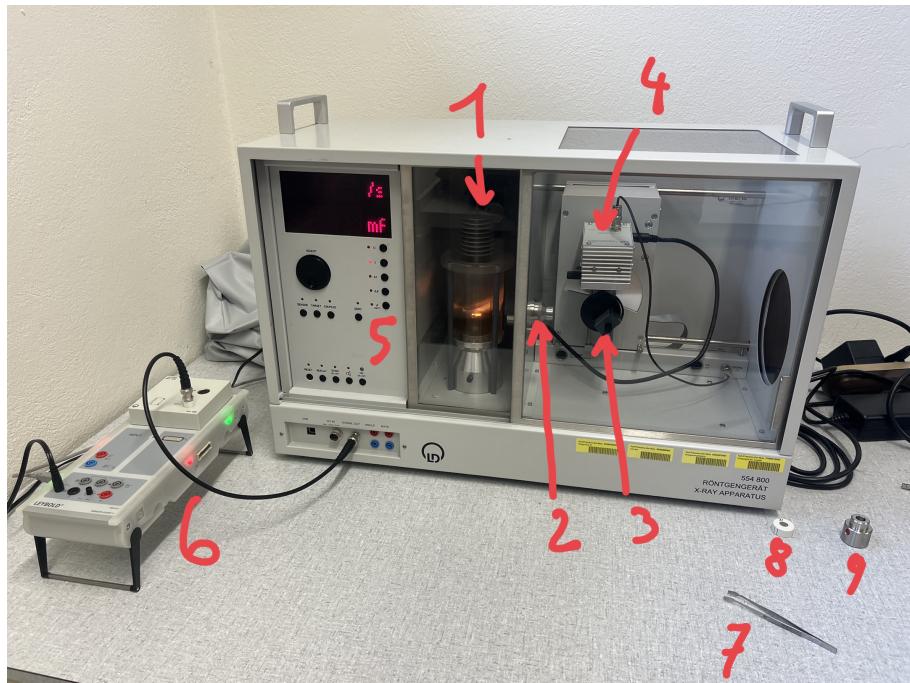


Abbildung 3.1: Verwendetes Röntgengerät

- 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. Die verwendeten Proben sind in Abbildung 3.2 sichtbar.



Abbildung 3.2: Verwendete Proben

- 1 ... Titan-Probe (Ti)
- 2 ... Eisen-Probe (Fe)
- 3 ... Nickel-Probe (Ni)
- 4 ... Kupfer-Probe (Cu)
- 5 ... Zink-Probe (Zn)
- 6 ... Zirkonium-Probe (Zr)
- 7 ... Molybdän-Probe (Mo)
- 8 ... Silber-Probe (Ag)
- 9 ... Plexiglasplatte
- 10 ... Pinzette für Probenwechsel

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 Kolimators geschoben, bevor dieser in seine Einbuchtung gesteckt wird. Für die Aufnahme des Kalibrierungsspektrums wird zusätzlich noch die Abschwächerblende verwendet. Diese wird über den Kolimator geschoben, wie in Abbildung 3.3 sichtbar. Zusätzlich wird für die Kalibration auch der Targethalter ausgebaut.

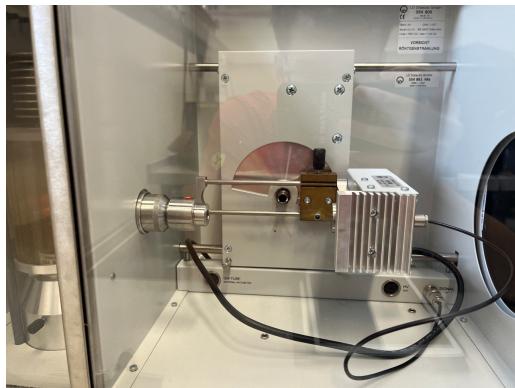


Abbildung 3.3: Montierte Abschwächerblende

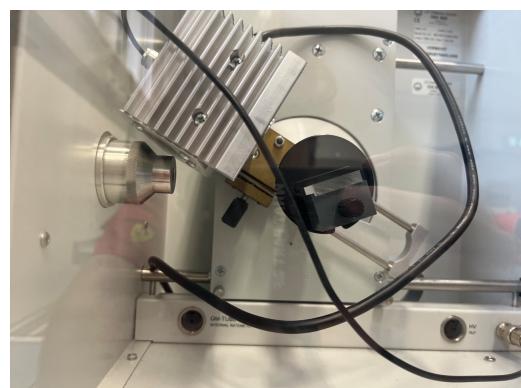


Abbildung 3.4: Maximale Auslenkung des Sensors

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 3.4 sichtbar.

4 Geräteliste

Für den Versuch werden die in Tabelle 4.1 aufgelisteten Geräte und für die Röntgenfluoreszenzanalyse die Proben aus Tabelle 4.2 verwendet.

Tabelle 4.1: Verwendete Geräte für den Versuch

Gerätetyp	Hersteller	Typ	Inventar-Nr
Röntgengerät	LD	554800	310082130000
Röntgendetektor	LD	559938	300025970000
VKA-Box	LD		300025980000
Röntgenröhre	LD	Molybdän	310094400000
Kolimator			
Abschwächerblende			
Cassy Lab 2	LD	524013	
Computersoftware	Cassy Lab		
Zr Filter			
Plexiglasplatte			
Pinzette			

Tabelle 4.2: Proben für den Versuch der Röntgenfluoreszenzanalyse

Probe	Element	Anmerkung
Fe/Zn	Verzinktes Eisen	Kalibrierung
Ti	Titan	
Fe	Eisen	
Ni	Nickel	
Cu	Kupfer	
Zn	Zink	
Zr	Zirkonium	
Mo	Molybdän	
Ag	Silber	
Neodyn-Magnet		
Ring		

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 [koller_experimente_noda]. Das erzeugte Kalibrierungsspektrum, samt den durchgeführten Einstellungen, ist in Abbildung 5.1 sichtbar.

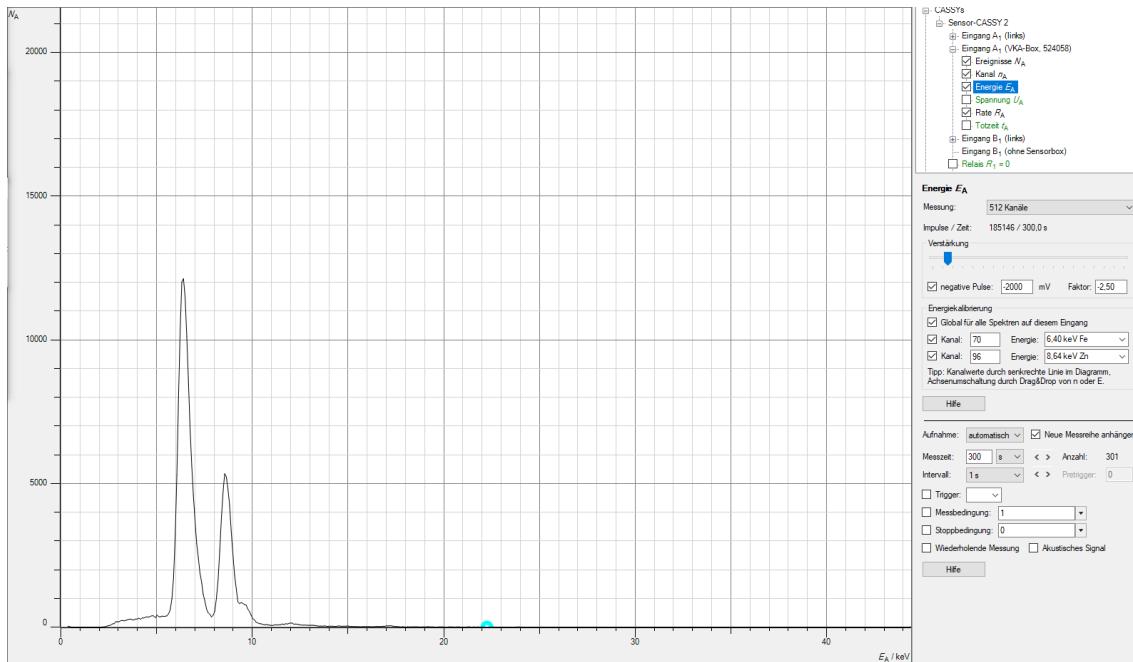


Abbildung 5.1: Aufgezeichnetes Kalibrierungsspektrum von Fe und Zn mit Interface
 E_A ...entsprechende Energie in keV
 N_A ...verzeichnete Counts

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.

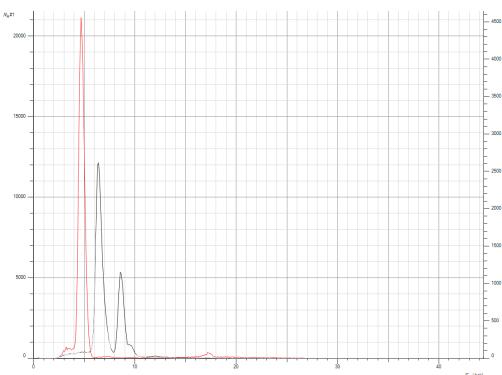


Abbildung 5.2: Gemessenes Spektrum der Ti - Probe (rot) mit Kalibrierungsspektrum von Fe und Zn (schwarz)
 E_A ...entsprechende Energie in keV
 N_A ...verzeichnete Counts

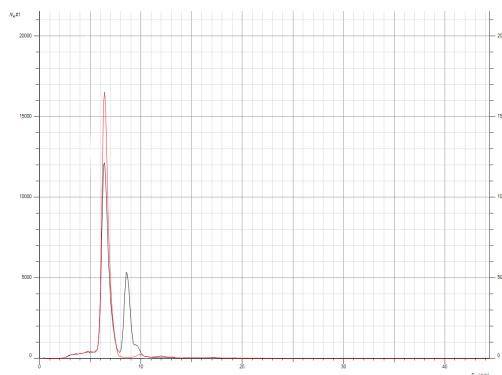


Abbildung 5.3: Gemessenes Spektrum der Fe - Probe (rot) mit Kalibrierungsspektrum von Fe und Zn (schwarz)
 E_A ...entsprechende Energie in keV
 N_A ...verzeichnete Counts

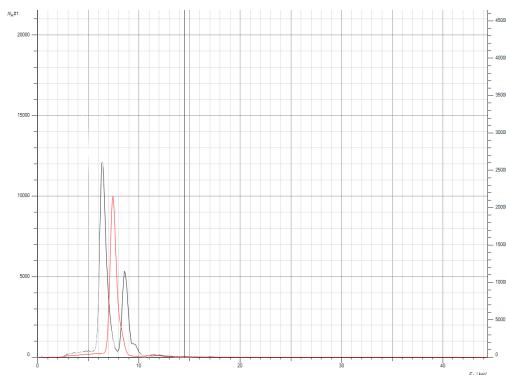


Abbildung 5.4: Gemessenes Spektrum der Ni - Probe (rot) mit Kalibrierungsspektrum von Fe und Zn (schwarz)
 E_A ...entsprechende Energie in keV
 N_A ...verzeichnete Counts

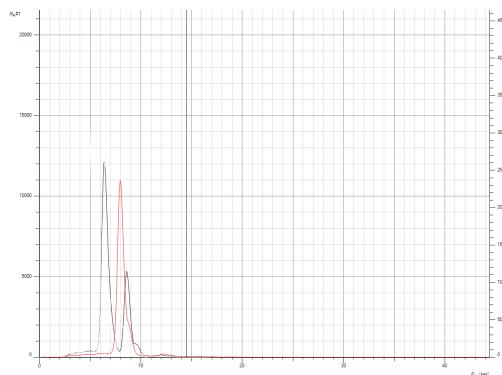


Abbildung 5.5: Gemessenes Spektrum der Cu - Probe (rot) mit Kalibrierungsspektrum von Fe und Zn (schwarz)
 E_A ...entsprechende Energie in keV
 N_A ...verzeichnete Counts

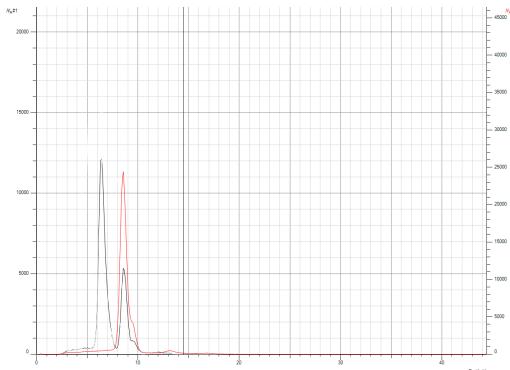


Abbildung 5.6: Gemessenes Spektrum der Zn - Probe (rot) mit Kalibrierungsspektrum von Fe und Zn (schwarz)
 E_A ...entsprechende Energie in keV
 N_A ...verzeichnete Counts

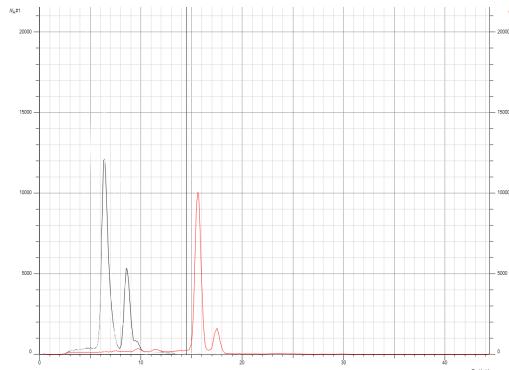


Abbildung 5.7: Gemessenes Spektrum der Zr - Probe (rot) mit Kalibrierungsspektrum von Fe und Zn (schwarz)
 E_A ...entsprechende Energie in keV
 N_A ...verzeichnete Counts

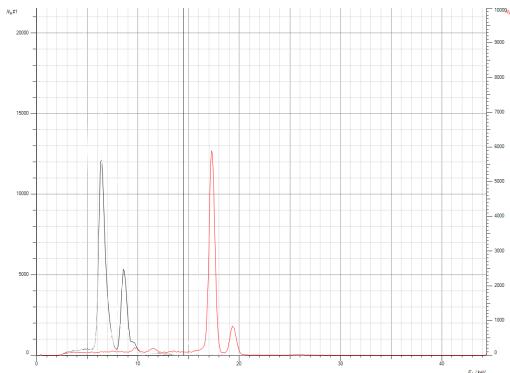


Abbildung 5.8: Gemessenes Spektrum der Mo - Probe (rot) mit Kalibrierungsspektrum von Fe und Zn (schwarz)
 E_A ... entsprechende Energie in keV
 N_A ... verzeichnete Counts

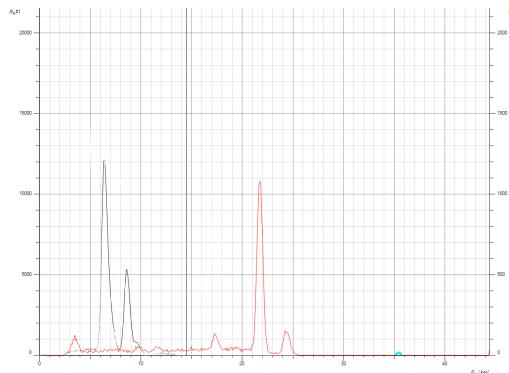


Abbildung 5.9: Gemessenes Spektrum der Ag - Probe (rot) mit Kalibrierungsspektrum von Fe und Zn (schwarz)
 E_A ... entsprechende Energie in keV
 N_A ... verzeichnete Counts

Der gemessene Energiewert des Peaks wird in der Software mit der paek finder Funktion bestimmt. Bei den abgelesenen Werten wird zwischen den K-alpha-Strahlen, in Tabelle 5.1, und K-beta-Strahlen, in Tabelle 5.2, unterschieden.

Tabelle 5.1: Abgelesene Energiewerte K-alpha-Strahlen der entsprechenden Elemente

E_S ... abgelesener Energiewert in keV

Z ... Ordnungszahl des entsprechenden Elements

E_S / keV	Z / 1
$(7,5 \pm 0,4) \cdot 10^{-16}$	22,0
$(1,03 \pm 0,04) \cdot 10^{-15}$	26,0
$(1,19 \pm 0,04) \cdot 10^{-15}$	28,0
$(1,28 \pm 0,04) \cdot 10^{-15}$	29,0
$(1,38 \pm 0,04) \cdot 10^{-15}$	30,0
$(2,50 \pm 0,04) \cdot 10^{-15}$	40,0
$(2,77 \pm 0,04) \cdot 10^{-15}$	42,0
$(3,48 \pm 0,04) \cdot 10^{-15}$	47,0

Tabelle 5.2: Abgelesene Energiewerte K-beta-Strahlen der entsprechenden Elemente

E_S ... abgelesener Energiewert in keV

Z ... Ordnungszahl des entsprechenden Elements

E_S / keV	Z / 1
$(1,31 \pm 0,04) \cdot 10^{-15}$	28,0
$(1,39 \pm 0,04) \cdot 10^{-15}$	29,0
$(1,52 \pm 0,04) \cdot 10^{-15}$	30,0
$(2,80 \pm 0,04) \cdot 10^{-15}$	40,0
$(3,11 \pm 0,04) \cdot 10^{-15}$	42,0
$(3,91 \pm 0,04) \cdot 10^{-15}$	47,0

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.

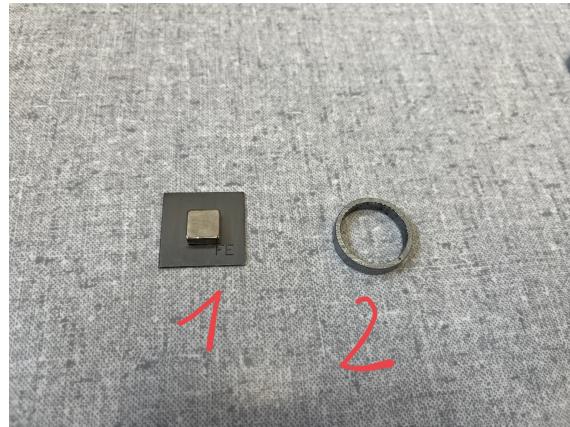


Abbildung 5.10: Eigene Proben
1 ...Neodynagnet auf Eisenplättchen
2 ...Ring

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.

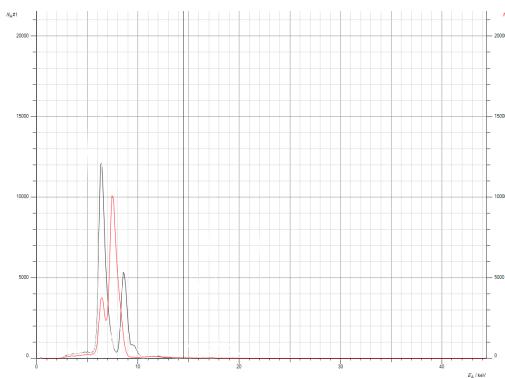


Abbildung 5.11: Gemessenes Spektrum des Magneten (rot) mit Kalibrierungsspektrum von Fe und Zn (schwarz)
 E_A ...entsprechende Energie in keV
 N_A ...verzeichnete Counts

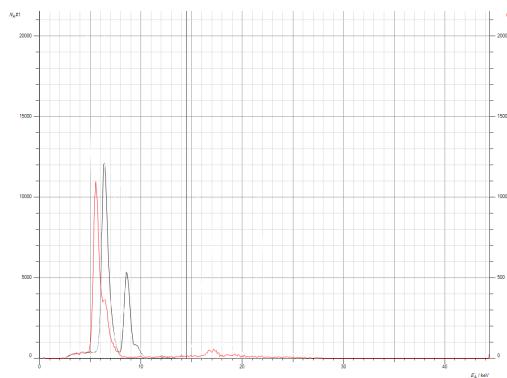


Abbildung 5.12: Gemessenes Spektrum des Rings (rot) mit Kalibrierungsspektrum von Fe und Zn (schwarz)
 E_A ...entsprechende Energie in keV
 N_A ...verzeichnete Counts

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 [koller_experimente_nodate-1]. Das so erzeugte Kalibrierungsspektrum mit den entsprechenden Einstellungen ist in Abbildung 5.13 sichtbar.

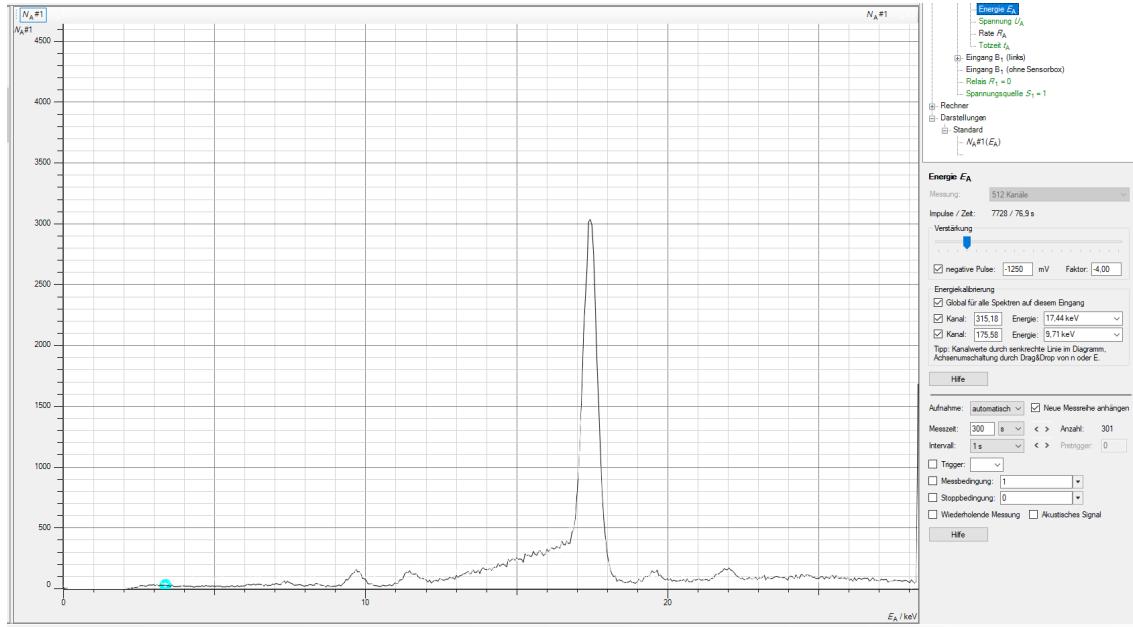


Abbildung 5.13: Aufgezeichnetes Kalibrierungsspektrum von Zr Filter mit Interface
 E_A ...entsprechende Energie in keV
 N_A ...verzeichnete Counts

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 Tabelle 5.3 bezüglich der Kalibrierung angegeben. Nun wird in der Computersoftware über die peak-finder Funktion die Energie des Peaks beim entsprechenden Abstrahlwinkel bestimmt und in Tabelle 5.3 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.

Tabelle 5.3: Verzeichnete Energie bei entsprechenden Abstrahlwinkel
 ϕ ...entsprechender Abstrahlwinkel in °
 E_S ...verzeichneter Energiewert in keV

$\varphi / ^\circ$	E_S / keV
$30,00 \pm 0,10$	$17,40 \pm 0,17$
$45,00 \pm 0,10$	$17,3 \pm 0,3$
$60,00 \pm 0,10$	$17,2 \pm 0,2$
$75,00 \pm 0,10$	$17,1 \pm 0,3$
$90,00 \pm 0,10$	$16,92 \pm 0,18$
$105,00 \pm 0,10$	$16,8 \pm 0,3$
$120,00 \pm 0,10$	$16,65 \pm 0,19$
$135,00 \pm 0,10$	$16,5 \pm 0,3$
$150,00 \pm 0,10$	$16,4 \pm 0,3$

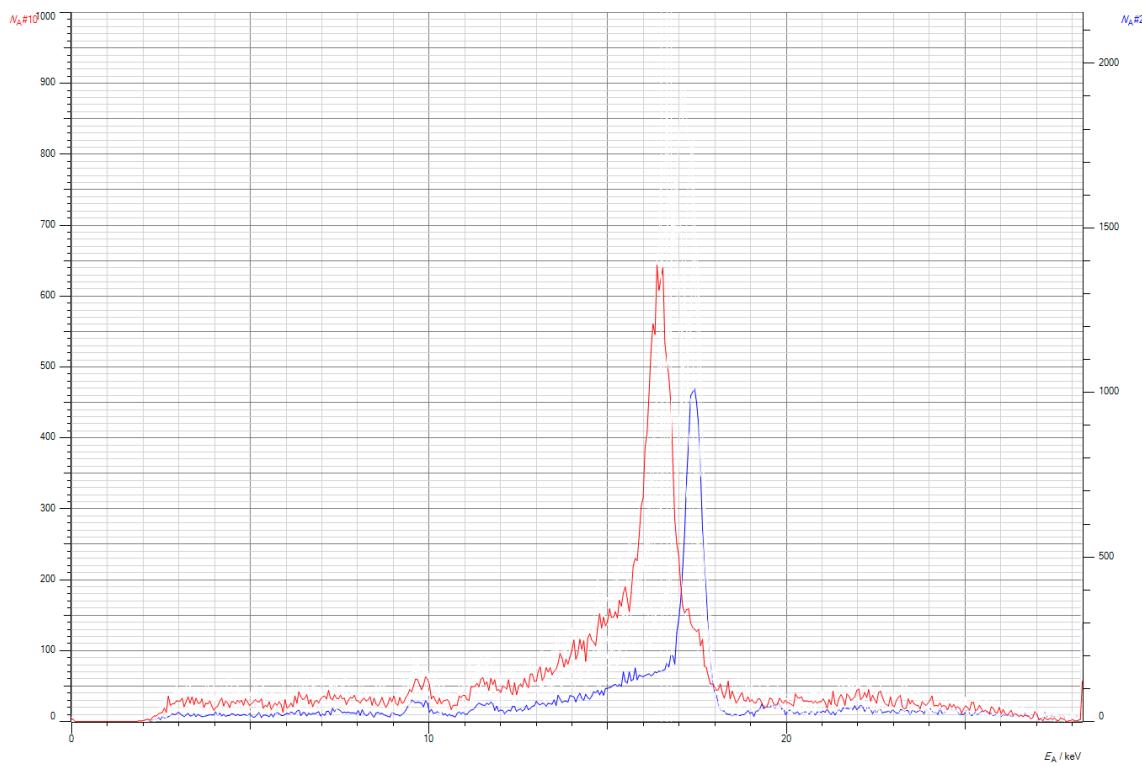


Abbildung 5.14: Vergleich der Spektren bei unterschiedlichen Winkeln des Sensors
Blau ...Auslenkung des Sensors bezüglich der Kalibrierung um $(30,0 \pm 0,2)^\circ$
Rot ...Auslenkung des Sensors bezüglich der Kalibrierung um $(150,0 \pm 0,2)^\circ$
 E_A ...entsprechende Energie in keV
 N_A ...verzeichnete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

Für die Auswertung wurden die Peaks und deren Streuung per Hand in der Cassy-Lab 2 Software ausgemessen.

6.1.1 bereitgestellte Metalle

Da bei den bereitgestellten Materialien die Massenzahlen M & die Ordnungszahlen Z bekannt sind, kann das Moseleysche Gesetz gezeigt und die Abschirmkonstante S der K_α - und K_β -Linien durch einen Linearen Fit mit Gleichung 3 bestimmt werden. Für K_α ist eine Übergang von $n = 2 \rightarrow n' = 1$ und für K_β eine Übergang von $n = 3 \rightarrow n' = 1$ zu betrachten. Dabei wurde alles bis auf $(Z - S)$ auf die Energieseite umgeformt, sodass es eine 1 : 1 Relation gibt. Dadurch kann das Moseleysche Gesetz leicht Bestätigt oder Falsifiziert werden.

$$\sqrt{\frac{\tilde{E}}{R_y}} = Z - S \quad (13)$$

$$\tilde{E} = \frac{n^2 n'^2}{n'^2 - n^2} E \quad (14)$$

$$R_y = c R_\infty \frac{1}{1 + \frac{m_e}{M}} \quad (15)$$

Bestimmung der Abschirmungskonstante
mittels dem Moseleysches Gesetz

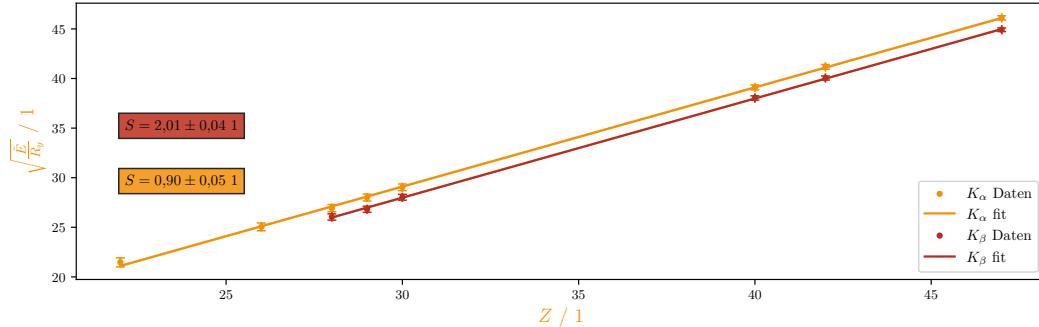


Abbildung 6.1: In dieser Graphik ist das linearisiert Moseley-Gesetz für K_α - (orange) und K_β -Linien (rot) dargestellt und linear nach Gleichung 13 gefittet worden. Wobei S die entsprechenden Abschirmkonstanten sind, $\sqrt{\frac{E}{R_y}}$ unter Gleichung 13 genau definiert ist und Z die Ordnungszahl ist.

6.1.2 unbekannte Probe

Aus Abbildung 5.12 kann die Zusammensetzung des Meteoritenrings herausgelesen werden:

1. $(5,5 \pm 0,2)$ keV \rightarrow Cr
2. $(6,4 \pm 0,2)$ keV \rightarrow Fe

Aus Abbildung 5.11 kann die Zusammensetzung des Magnetens herausgelesen werden:

1. $(7,4 \pm 0,2)$ keV \rightarrow Ni
2. $(6,4 \pm 0,2)$ keV \rightarrow Fe

Für die Zuordnung der K_α -Linien zu den Materialien wurden Daten aus XrayDB [newville_xraypyx] entnommen.

6.2 Compton-Effekt

Die Energien E_s , der gestreuten charakteristischen Röntgenstrahlung, werden über die verschiedenen Streuwinkel φ geplottet um die Relation zwischen den zwei Größen darzustellen. Zusätzlich wird der Verlauf der Daten mit dem Klein-Nishina-Wirkungsquerschnitt, siehe Gleichung 12, gefittet, um die Ruheenergie vom Elektron

zu bestimmen E_{Ruhe} . Dabei wurde Primärenergie $E_0 = 17,44 \text{ keV}$ nach Angabe der Vorbereitung [koller_experimente_nodate-1] gewählt. Um den Vergleich einfacher zu machen wurde der theoretische Verlauf auch geplottet, dies wurde durchgeführt, indem dieselbe Primärenergie verwendet wurde, aber die Ruheenergie des Elektrons eingesetzt wurde. Der Bereich von 30° bis 150° wurde geplottet um denselben Bereich der Daten abzudecken.

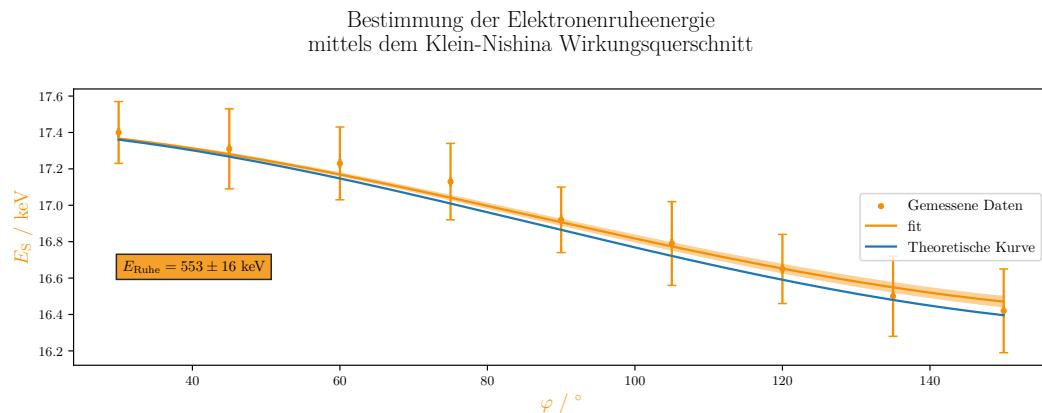


Abbildung 6.2: Diese Graphik beinhaltet den Verlauf der gestreuten Energie E_S (von Molybden Röntgenröhre als Quelle) bei verschiedenen Streuwinkeln φ . Hier ist in blau der theoretische Fit des Klein-Nishina-Wirkungsquerschnitt bei einer Ruheenergie von 511 keV und der hier gefittete Wert (in oranger Box) der Elektronenruheenergie E_{Ruhe} ersichtlich. Wobei die Primärenergie E_0 beim Fitten auf $17,44 \text{ keV}$ gesetzt worden ist.

7 Diskussion

7.1 Röntgenfluoreszenzanalyse

7.1.1 bereitgestellte Metalle

Abschirmungskonstanten der K-Linien wirken richtig. Gemessene K-Linien stimmen mit denen der XrayDB überein [newville_xraypyxraydb_2023].

Sieht gut aus nice.

7.1.2 unbekannte Probe

Ja sieht plausibel aus Magnet aus Nickel und Eisen (circa 5 : 2) und Eisen Meteorit ist doch großteils aus Chrom circa 3 : 1 Verhältnis zwischen Chrom und Eisen. Der extra Peak beim Ring ist ein Molybdän Peak, wahrscheinlich von der Reflexion der Strahlung, und sollte daher ignoriert werden.

Grund wieso 0.1 vom richtigen Entfernt keine Ahnung? müssen wir noch diskutieren

7.1.3 Überprüfung der Kalibrierung

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.

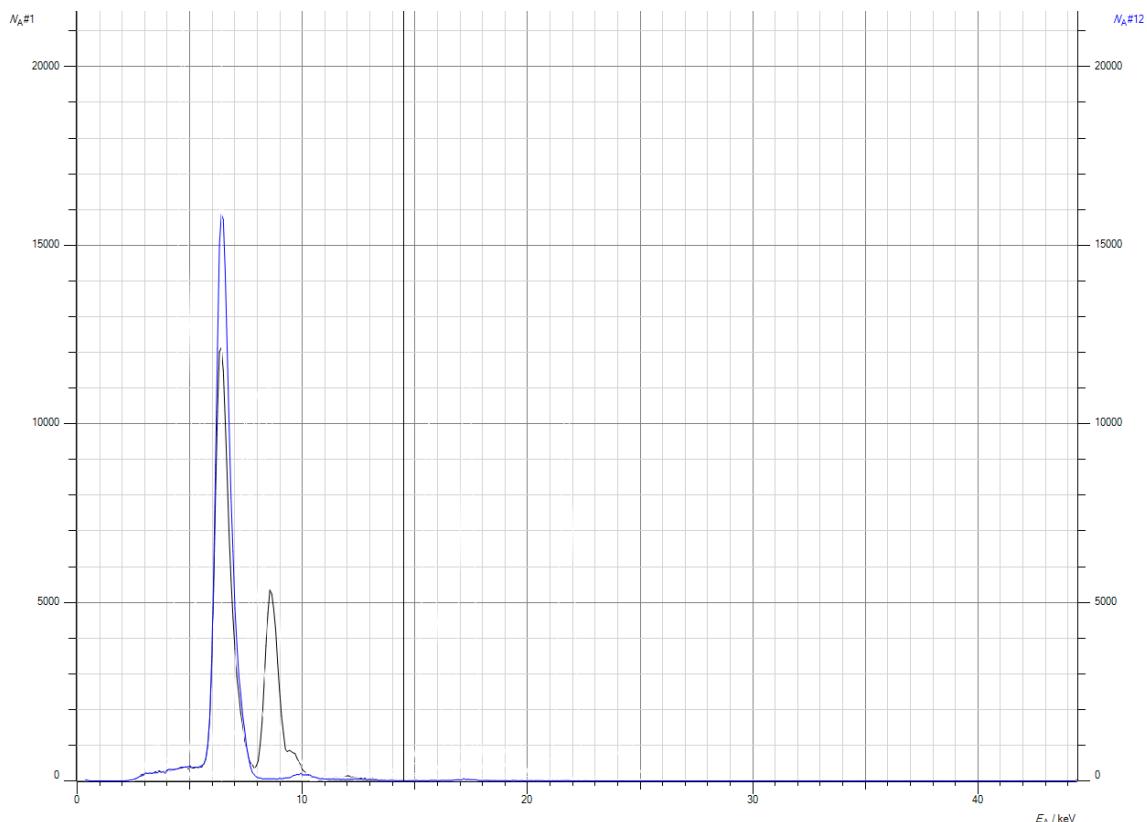


Abbildung 7.1: Erneute Messung des Spektrums der Fe-Probe (blau) mit zuvor erzeugtem Kalibrierungsspektrum von Fe und Zn (schwarz)
 E_A ...entsprechende Energie in keV
 N_A ...verzeichnete Counts

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

7.2 Compton-Effekt

Hängt sehr von der Primärenergie Ab

Anpassung der Primärenergie E_0 von der Häufigkeit gemittelten K_α -Übergangsenergie 17,44 keV zur Häufigsten K_α -Übergangsenergie 17,48 keV verursacht die nötige Anpassung damit der Fit besser Funktioniert und die richtige Ruheenergie vom Elektron gefunden werden kann.

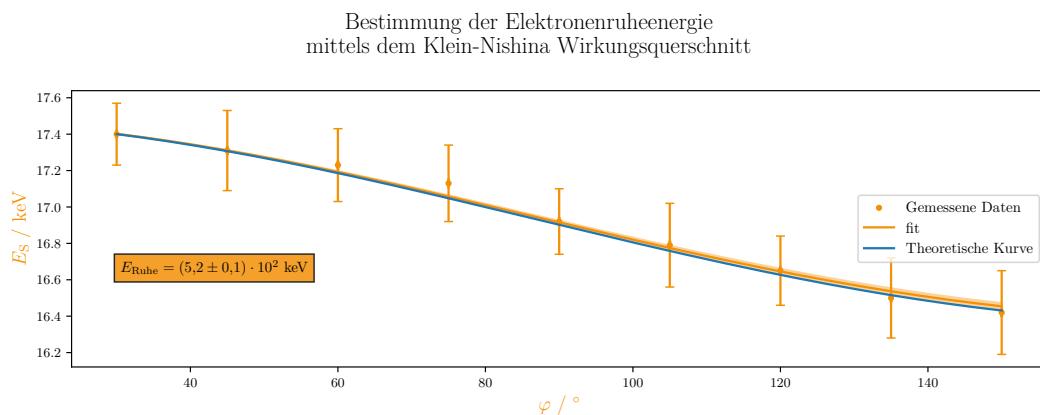


Abbildung 7.2: Diese Graphik beinhaltet den Verlauf der gestreuten Energie E_S (von Molybden Röntgenröhre als Quelle) bei verschiedenen Streuwinkeln φ . Hier ist in blau der Theoretische Fit des Klein-Nishina-Wirkungsquerschnitt bei einer Ruheenergie von 511 keV zu sehen und der hier gefittete Wert (in oranger Box) der Elektronenruheenergie E_{Ruhe} ersichtlich. Hier wurde die Primärenergie $E_0 = 17,48 \text{ keV}$ auf die wahrscheinlichste K_α -Linienübergang (K-L3) Energie von Molybden gesetzt (siehe [noauthor_x-ray_nodate-1]).

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

1. K_{α} -Linie Abschirmkonstante: $0,90 \pm 0,05$
2. K_{β} -Linie Abschirmkonstante: $2,01 \pm 0,04$

8.1.2 unbekannte Probe

1. Meteoritenring:
 - a) $(5,5 \pm 0,2)$ keV \rightarrow Cr $\approx 75\%$
 - b) $(6,4 \pm 0,2)$ keV \rightarrow Fe $\approx 25\%$
2. Magnet:
 - a) $(7,4 \pm 0,2)$ keV \rightarrow Ni $\approx 72\%$
 - b) $(6,4 \pm 0,2)$ keV \rightarrow Fe $\approx 28\%$

8.2 Compton-Effekt

1. Ermittelte Ruheenergie des Elektron (520 ± 10) keV

Abbildungsverzeichnis

2.1	Schematische Skizze eines Röntgendetektors	3
2.2	Termschema der charakteristischen Röntgenlinien	4
2.3	Darstellung des Comptoneffekts	6
3.1	Verwendetes Röntgengerät	8
3.2	Verwendete Proben	9
3.3	Montierte Abschwächerblende	10
3.4	Maximale Auslenkung des Sensors	10
5.1	Aufgezeichnetes Kalibrierungsspektrum mit Interface	12
5.2	Gemessenes Spektrum der Ti - Probe	13
5.3	Gemessenes Spektrum der Fe - Probe	13
5.4	Gemessenes Spektrum der Ni - Probe	13
5.5	Gemessenes Spektrum der Cu - Probe	13
5.6	Gemessenes Spektrum der Zn - Probe	14
5.7	Gemessenes Spektrum der Zr - Probe	14
5.8	Gemessenes Spektrum der Mo - Probe	14
5.9	Gemessenes Spektrum der Ag - Probe	14
5.10	Eigene Proben	16
5.11	Gemessenes Spektrum des Magneten	16
5.12	Gemessenes Spektrum des Rings	16
5.13	Aufgezeichnetes Kalibrierungsspektrum von Zr mit Interface	18
5.14	Aufgezeichnetes Kalibrierungsspektrum mit Interface	19
6.1	Abschirmkonstanten K-alpha- und K-beta-Linien	21
6.2	Diese Graphik beinhaltet den Verlauf der gestreuten Energie E_S (von Molybdän Röntgenröhre als Quelle) bei verschiedenen Streuwinkeln φ . Hier ist in blau der Theoretische Fit des Klein-Nishina-Wirkungsquerschnitt bei einer Ruheenergie von 511 keV zu sehen und der hier gefittete Wert (in oranger Box) der Elektronenruheenergie E_{Ruhe} ersichtlich. Wobei die Primärenergie E_0 beim Fitten auf 17,44 keV gesetzt worden ist.	22
7.1	Erneute Messung des Spektrums der Fe-Probe	23
7.2	Diese Graphik beinhaltet den Verlauf der gestreuten Energie E_S (von Molybdän Röntgenröhre als Quelle) bei verschiedenen Streuwinkeln φ . Hier ist in blau der Theoretische Fit des Klein-Nishina-Wirkungsquerschnitt bei einer Ruheenergie von 511 keV zu sehen und der hier gefittete Wert (in oranger Box) der Elektronenruheenergie E_{Ruhe} ersichtlich. Hier wurde die Primärenergie $E_0 = 17,48 \text{ keV}$ auf die wahrscheinlichste K_α -Linienübergang (K-L3) Energie von Molybdän gesetzt (siehe [noauthor_x-ray_nodate-1]).	24

Tabellenverzeichnis

4.1	Verwendete Geräte für den Versuch	11
4.2	Proben für den Versuch der Röntgenfluoreszenzanalyse	11
5.1	Abgelesene Energiewerte K-alpha-Strahlen der entsprechenden Elemente	15
5.2	Abgelesene Energiewerte K-beta-Strahlen der entsprechenden Elemente	15
5.3	Verzeichnete Energie bei entsprechenden Abstrahlwinkel	19