
Versuch 256

29. November 2021

Röntgenfluoreszenz

Physikalisches Anfängerpraktikum II

Juan Provencio

Betreuer/in: Felix Waldherr

Inhaltsverzeichnis

1	Ziel des Versuches	2
2	Grundlagen	2
2.1	Moseley'sches Gesetz	2
2.2	Röntgenenergiedetektor	2
3	Versuchsaufbau	4
3.1	Materialen und Geräte	4
3.2	Aufbau	4
4	Messung und Auswertung	5
4.1	Messprotokoll	5
4.2	Auswertung	8
5	Zusammenfassung und Diskussion	10
5.1	Zusammenfassung	10
5.2	Diskussion	10
6	Quellen	12

1 Ziel des Versuches

Die Energien zwischen den K_α und K_β Übergänge können mithilfe eines Röntgenenergiedetektors ausführlicher untersucht werden. Dabei werden wir uns diese Übergänge anhand verschiedener Objekte bekannter und unbekannter Komposition anschauen und damit das Moseleysche Gesetz überprüfen.

2 Grundlagen

2.1 Moseley'sches Gesetz

Als erste Abschätzung für die Energie eines Elektrons auf der n -ten Schale im Bohr'schen Atommodell durch die Rydberg Formel angegeben werden:

$$E_n = chR_\infty(Z - \sigma_n)^2 \cdot \frac{1}{n^2} \quad (1)$$

Mit c als Lichtgeschwindigkeit, h als Planck-Konstante, Z als Kernladungszahl, σ_n als Abschirmungskonstante und der Rydbergkonstante R_∞ . Da diese Werte diskret sind, lässt sich beim Übergang eines Elektrons von der n -ten in die m -ten Schale die entsprechende Energie schreiben als

$$\Delta E = E_m - E_n = \underbrace{hcR_\infty}_{:=E_R}(Z - \sigma_{nm})^2 \left(\frac{1}{m^2} - \frac{1}{n^2} \right) \quad (2)$$

Nach Umformung erhält man das Moseley'sche Gesetz:

$$\sqrt{\frac{E}{E_R}} = (Z - \sigma_{nm}) \sqrt{\frac{1}{m^2} - \frac{1}{n^2}} \quad (3)$$

Für die K_α Strahlung ($2 \rightarrow 1$) und für nicht zu schwere Kerne $Z \approx 30$ die Abschirmungskonstante $\sigma_{12} \approx 1$ abgeschätzt werden. Damit erhalten wir für die Energie der K_α Strahlung

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

2.2 Röntgenenergiedetektor

Um die erwähnte Energie zu messen verwenden wir den sogenannten Röntgenenergiedetektor. Dieser funktioniert auf der Basis von einem Halbleiterdetektor. Es werden ein

n-Halbleiter mit negativer Ladung und ein p-Halbleiter mit positiver Ladung in Kontakt gebracht. n hat dabei freie Elektronen und p hat dann "Lücken" wo diese Elektronen reinpassen. Beim Kontakt entsteht ein pn-Übergang, wo Elektronen in den p-Halbleiter diffundieren und damit diese Lücken füllen. An der Grenzschicht entsteht also ein Bereich, wo alle Elektronen ein passendes Loch gefunden haben und dementsprechend gibt es keine freien Ladungsträger, diesen Bereich bezeichnen wir mit Verarmungszone. An den Seiten gibt es dann immernoch freie Ladungen, die sind aber durch diese Verarmungszone getrennt. Legt man an den Seiten eine Spannung an, so entsteht ein elektrisches Potential zwischen p und n und die freien Ladungen werden weiter nach Außen gezogen, was die Verarmungszone erweitert.

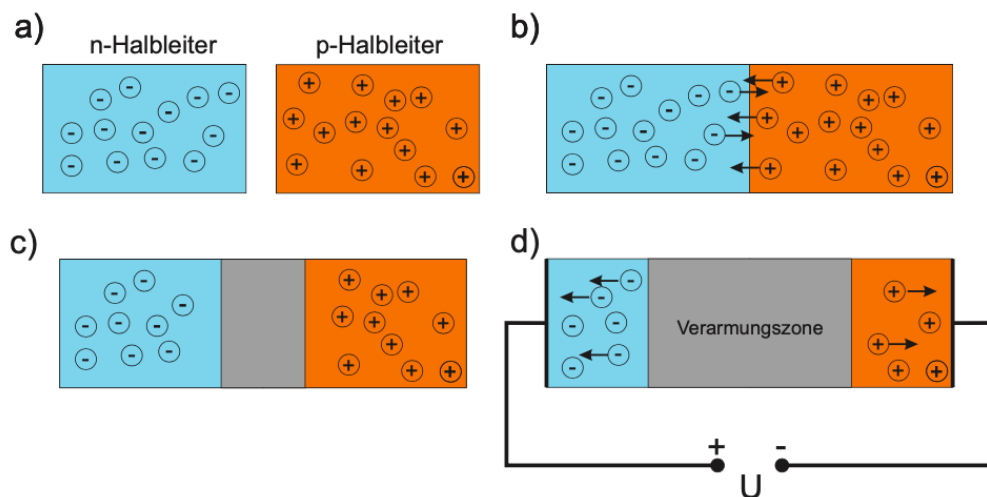


Abbildung 1: Halbleiter

Trifft ein Röntgenphoton auf die Verarmungszone, so kann dieses durch den Photoeffekt absorbiert werden, was ein Elektron aus einem Atom rausschießt, wodurch ein Elektron-Loch Paar entsteht. Dadurch entsteht eine Ladung, welche Proportional zur Energie des einfallenden Röntgenquants ist. Um diese Ladung zu messen braucht man allerdings einen sehr empfindlichen Detektor (Integrator).

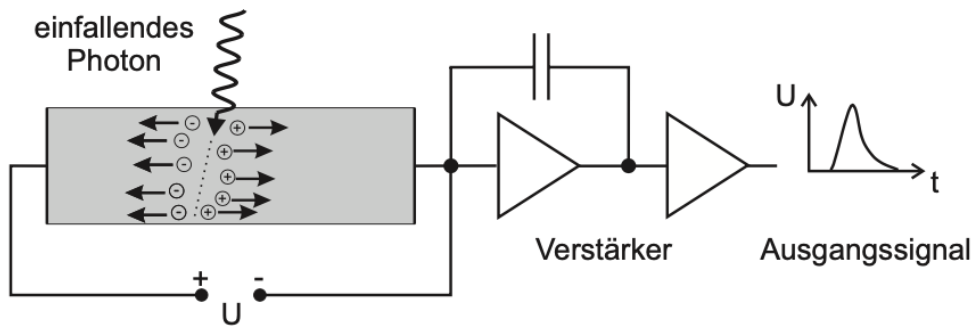


Abbildung 2: Funktionsprinzip des Integrators

3 Versuchsaufbau

3.1 Materialien und Geräte

- Röntengerät mit Röntgenröhre (Molybdän-Anode)
- Röntgenenergiedetektor
- Vielkanalanalysator
- Metallproben
- Computer

3.2 Aufbau

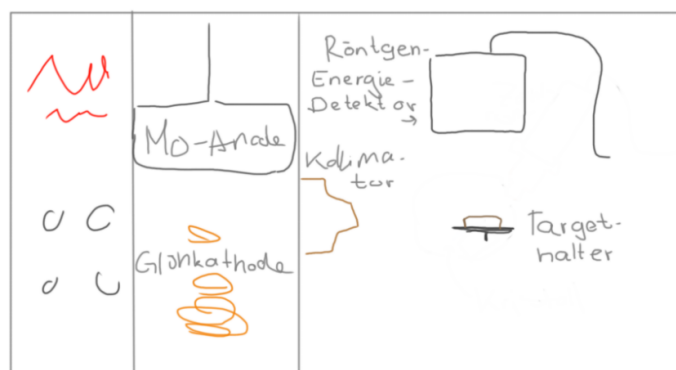


Abbildung 3: Aufbau

4 Messung und Auswertung

4.1 Messprotokoll

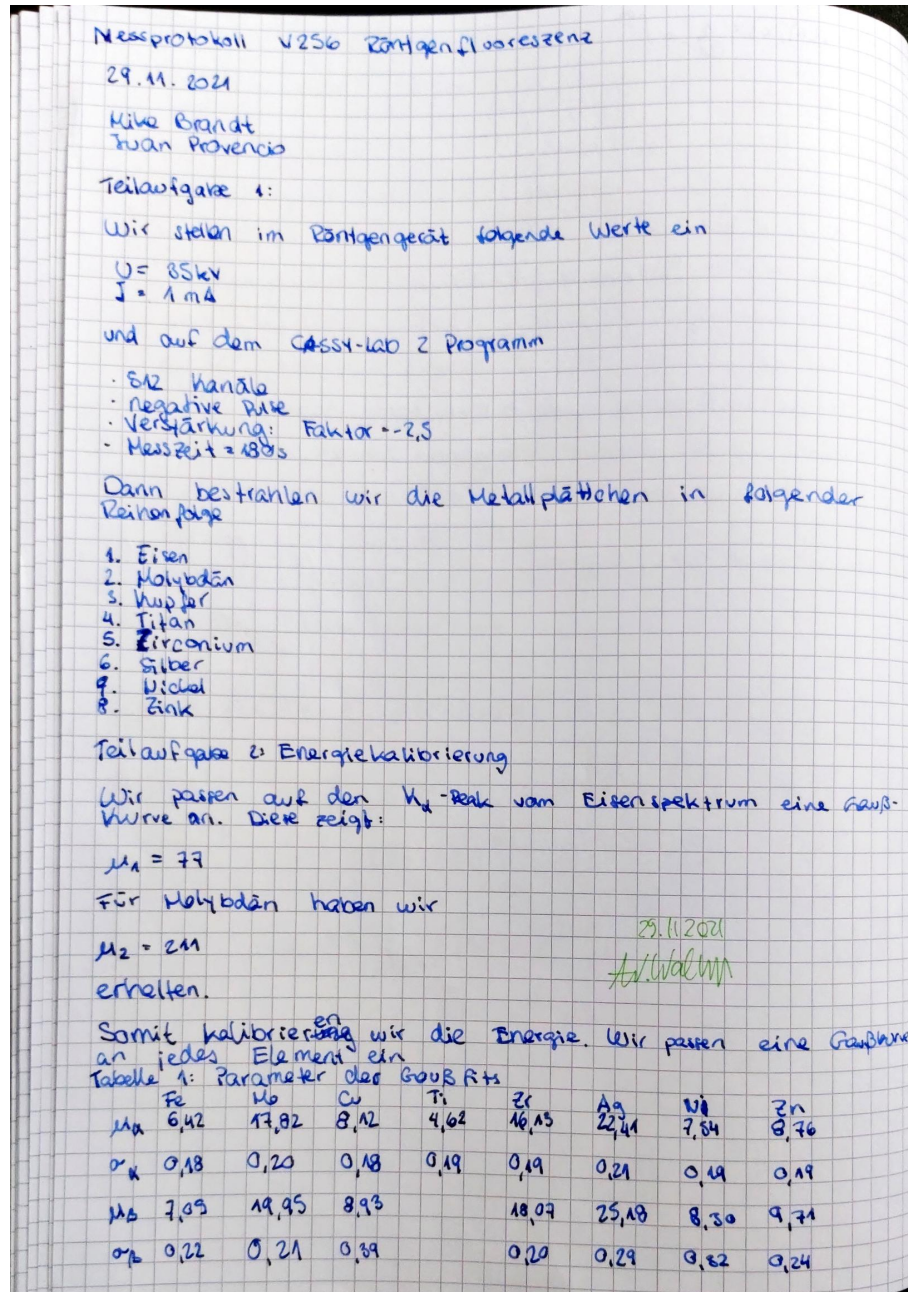
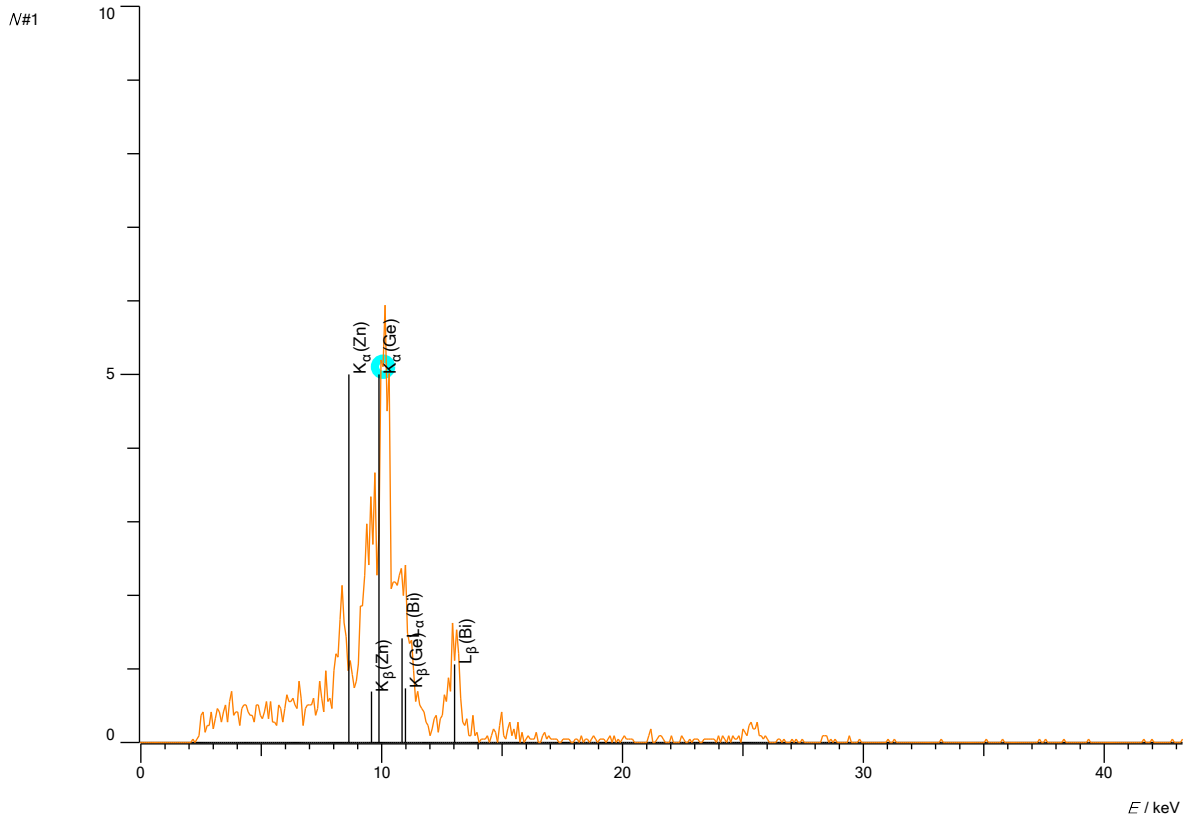
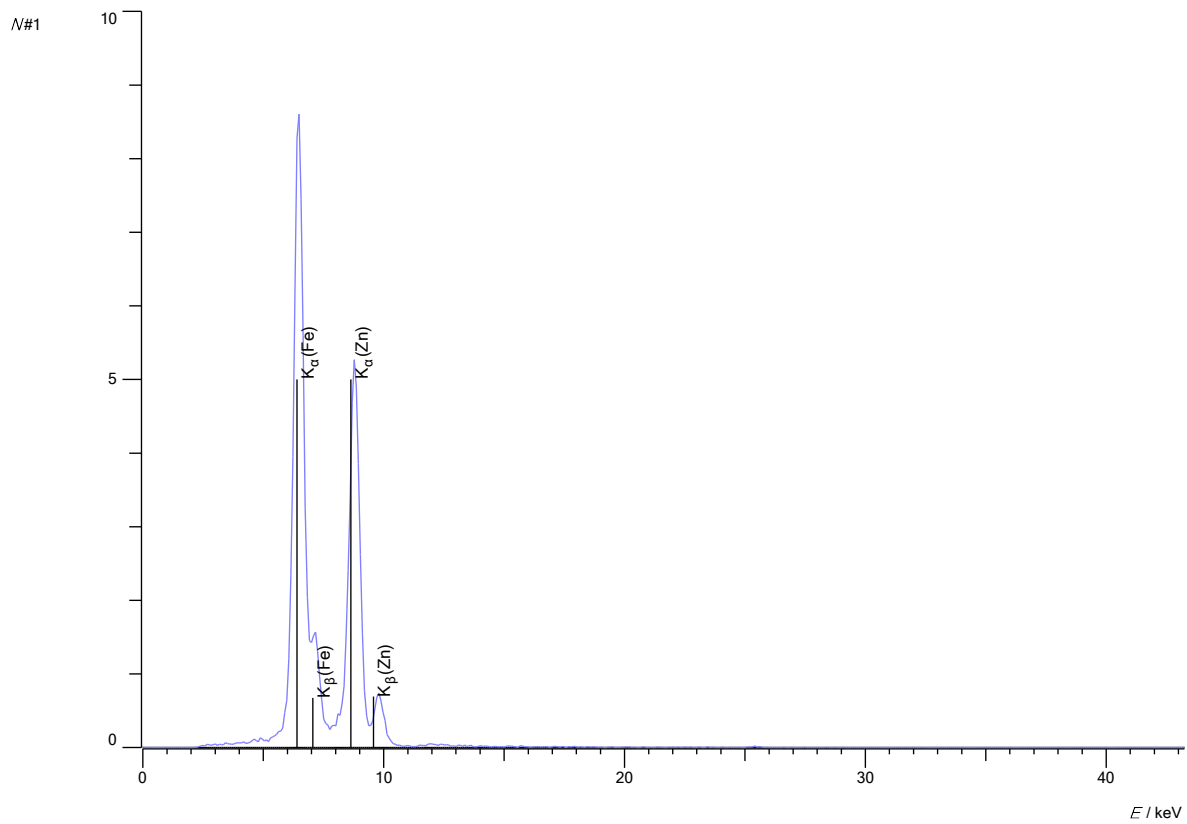


Abbildung 4: Messprotokoll

Standard - Spektren - CASSY Lab 2



Standard - Spektren - CASSY Lab 2



4.2 Auswertung

4.2.1 Untersuchung der K_α Peaks

Es wurden verschiedene Metalle untersucht, indem man sie mit Röntgenstrahlung bestrahlt hat und mit einem Röntgenenergiedetektor wurde ihre Energie gemessen. Darauf haben wir mit dem zu Verfügung gestellten Programm eine Gaußkurve über den α -Peak gestellt und den Mittelwert inklusive Abweichung in Tabelle 1 des Messprotokolls angegeben. Diese Wurzel dieser Werte ist gemäß Gleichung 4 proportional zur Kernladungszahl und zur Rydberg-Energie. Wir haben diese Werte so gegen die Kernladungszahl mit Python geplottet:

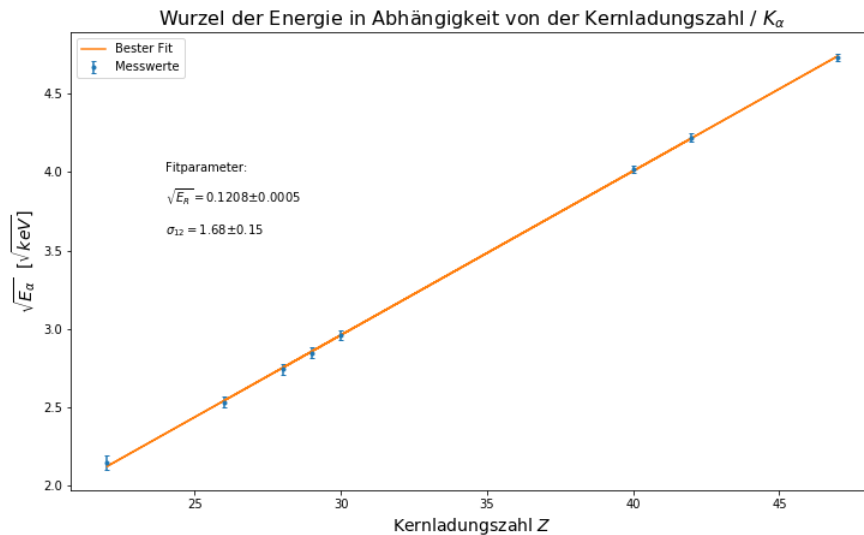


Diagramm 1: $\sqrt{\text{Energie}}$ in Abhängigkeit der Kernladungszahl für K_α

Gleichung 4 wurde auf die Werte gefittet und wir lesen daraus folgende Werte ab:

$$\sqrt{E_R} = 0,1208(5)\sqrt{\text{keV}} \quad (5)$$

$$\sigma_{12} = 1,68(15) \quad (6)$$

$$(7)$$

Daraus lässt sich die Rydberg Energie bestimmen als

$$E_R = 14,58(12) \quad (8)$$

Die Ergebnisse der χ^2 -Analyse liefern eine Fit-Wahrscheinlichkeit von 99%. Auf diese Ergebnisse werden wir tiefer in der Diskussion eingehen.

4.2.2 Untersuchung der K_β Peaks

Es wurde die Messung für die α -Linie wiederholt, allerdings für die β -Linie und die Ergebnisse wurden auf Tabelle 1 des Messprotokolls angegeben. Dabei erhielten wir folgenden Plot

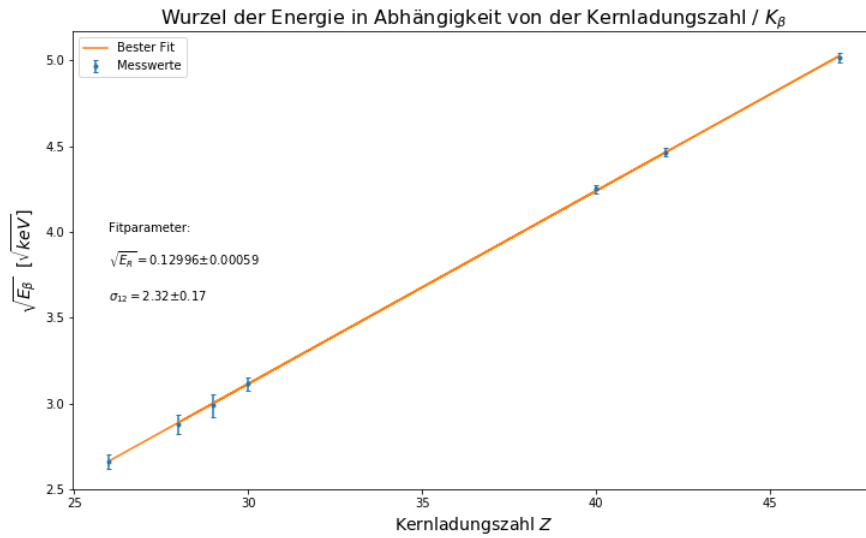


Diagramm 2: $\sqrt{\text{Energie}}$ in Abhängigkeit der Kernladungszahl für K_β

In diesem Fall ergibt sich aus dem Fit

$$\sqrt{E_R} = 0,1300(6)\sqrt{\text{keV}} \quad (9)$$

$$\sigma_{12} = 2.32(17) \quad (10)$$

$$(11)$$

und eine Rydberg-Energie von

$$E_R = 16,89(15) \text{ eV} \quad (12)$$

Die χ^2 -Analyse liefert eine Fitwahrscheinlichkeit von 100%.

4.2.3 Chemische Zusammenstzung der Legierungen

Außer den reinen Metallen wurden zusätzlich 2 Legierungen unbekannter Komposition untersucht. Dafür haben wir die Energie-Peaks dieser Legierungen isoliert und mit den Werkzeugen des Programms die bestmöglichen Zusammenhängen zwischen bekannten Elementen und den Legierungen hervorgehoben.

Für die erste Legierung (orange) ließen sich mit bester Genauigkeit Zinc (Zn), Germanium (Ge) und Bismuth (Bi) drüber legen.

Für die zweite Legierung (blue) ließen sich sich ziemlich genau Eisen (Fe) und Zink (Zn) über die Peaks überlagern.

5 Zusammenfassung und Diskussion

5.1 Zusammenfassung

In diesem Versuch wurde mithilfe eines Röntgenenergiedetektors das Röntgenfluoreszenzspektrum verschiedener Metalle und Legierungen untersucht. Dafür haben wir zu jedem Element eine Messung durchgeführt, und danach durch die Messung von Eisen und Molybdän kalibriert. Dies haben wir gemacht, indem wir darauf eine Gaußkurve angepasst haben und per Anleitung mit dem Computer-Programm kalibriert.

Danach haben wir für jedes weitere Element eine Gaußkurve gefittet und für die unbekannten Legierungen haben wir mit bestimmten Tastenkombinationen die Erwartungspositionen von verschiedenen Peaks überlagert und die nächsten Möglichkeiten ausgewählt.

5.2 Diskussion

In diesem Versuch lassen sich verschiedene Größen mit den Literaturwerten vergleichen. Als erstes vergleichen wir die einzelnen Röntgenenergien mit den im Periodensystem der Elementen angegebenen Energien:

Element	Fe	Mo	Cu	Ti	Zr	Ag	Ni	Zn
E_α [keV]	6,42(18)	17,82(20)	8,12(18)	5,62(19)	16,13(19)	22,41(21)	7,54(19)	8,76(19)
$E_{\alpha, \text{Lit}}$ [keV]	6,404	17,58	8,048	4,511	15,78	22,16	7,478	8,439
$\frac{\Delta E_\alpha}{E_\alpha}$ [%]	2,8	1,1	2,2	3,4	1,2	0,9	2,5	2,2
$E_\alpha - E_{\alpha, \text{Lit}}$	0,016	0,34	0,072	1,109	0,35	0,25	0,062	0,121
σ	0,09	1,7	0,4	5,8	1,8	1,2	0,3	0,6
E_β [keV]	7,09(22)	19,95(21)	8,9(4)		18,07(20)	25,18(29)	8,3(3)	9,71(24)
$E_{\beta, \text{Lit}}$ [keV]	7,058	19,61	8,905	4,932	17,67	24,54	8,265	9,572
$\frac{\Delta E_\alpha}{E_\alpha}$ [%]	3,1	1,1	4,4		1,1	1,2	3,9	2,5
$E_\alpha - E_{\alpha, \text{Lit}}$	0,032	0,34	0,025		0,4	0,64	0,035	0,138
σ	0,15	1,6	0,06		2	2,2	0,11	0,6

Tabelle 2: Vergleich der einzelnen Peak-Energien zu Literaturwerten

Man kann an den Werten erkennen, dass die meisten Energien innerhalb akzeptabler σ -Abweichungen liegen, höchstens bis ausnahmsweise Titanium liegen sie 2 σ -Abweichungen voneinander entfernt. Trotzdem fällt auf, dass die Differenz zwischen gemessenen Wert und Erwartungswert immer positiv ist, i.e., die gemessenen Werte sind immer größer als erwartet. Das führt zur Schlussfolgerung, dass es ein systematischer Fehler stattgefunden hat. Höchstwahrscheinlich ist bei der Kalibrierung etwas schief gelaufen, aber ohne weiteres über den internen Kalibrierungsvorgang zu wissen lässt sich nur schwer über besondere Gründe spekulieren. Als zweites lässt sich anmerken, dass die Abweichung für Titan (Ti) deutlich größer ist als bei den anderen. Es lässt sich vermuten, dass fälschlicherweise die E_β Energie abgelesen wurde, anstelle der E_α . Die Werte sind auf jeden Fall näher ran, allerdings ließ sich bei der Durchführung des Versuchs nicht zwischen mehreren möglichen Peaks unterscheiden, und eine Änderung der Werte in Python zeigt keine signifikante Verbesserung.

Mit diesen Daten ist also zu erwarten, dass auch die gemessene Rydberg-Energie größer ist. Dies bringt uns dann zum Vergleich der erhaltenen Werte für die Rydberg-Energie. Der Vergleichswert wird dem Praktikumsskript entnommen.

Größe	Messung	Literaturwert	Relativer Fehler [%]	σ -Abweichung
E_R [eV]	14,58(12)	13,6	0,8	8,2
σ_{12}	1,68(15)	1	9	4,5

Tabelle 3: Vergleich Rydberg-Energie [α]

Hier erkennt man die vorausgesagten größere σ -Abweichungen bei der Rydberg-Energie. Diese sind inakzeptable Abweichungen, und der Literaturwert befindet sich nicht im Fehlerbereich. Dies lässt sich auf den vorhin erwähnten systematischen Fehler zurückführen.

Im Fall der β -Messung sieht die Lage nicht anders. Die gemessenen Werten liegen um ähnliche Anteile über den Literaturwerten wie bei der α -Messung, und wir erhalten bei den einzelnen Messungen ebenfalls σ -Abweichungen zwischen 0-2. Der Vergleich der Rydberg-Energie zum Literaturwert liefert

Größe	Messung	Literaturwert	Relativer Fehler [%]	σ -Abweichung
E_R [eV]	16,89(15)	13,6	0,9	22
σ_{12}	2,32(17)	1	7,4	7,8

Tabelle 4: Vergleich Rydberg-Energie [β]

Hier sind die Abweichungen noch größer. Bei beiden Messungen sind die relativen Fehlern der Rydberg-Energie allerdings ziemlich klein, woraus wir folgern, dass der Fehler zu klein abgeschätzt wurde, und unter Berücksichtigung des vorhin erwähnten systematischen Fehlers ist diese Abweichung zu verstehen.

Nach der χ^2 Analyse der Anpassungen ergibt sich allerdings zwischen den Messwerten und dem angegebenen Fit jeweils eine Fit-Wahrscheinlichkeit von 100%. Das heißt, der lineare Zusammenhang zwischen Messwerten und Fit ist tatsächlich perfekt. Dies unterstützt die Vermutung, dass ein systematischer Fehler bei der Kalibrierung entstanden ist, und nicht an der Anpassung liegt.

6 Quellen

Wagner, J., Universität Heidelberg (2021). Physikalisches Praktikum PAP 2.2 für Studierende der Physik B.Sc..

Anhang

VII Auswertung

In [1]:

```
import matplotlib.pyplot as plt
%matplotlib inline
import numpy as np
from numpy import exp, sqrt, log
from scipy.optimize import curve_fit
from scipy.optimize import curve_fit
from scipy.stats import chi2
```

K_alpha Energien

In [2]:

```
# Werte aus Tabelle 1 alpha
# Entspricht (Fe, Mo, Cu, Ti, Zr, Ag, Ni, Zn )
Z = np.array([26, 42, 29, 22, 40, 47, 28, 30])
K_alpha = np.array([6.42, 17.82, 8.12, 4.62, 16.13, 22.41, 7.54, 8.76]) # keV
sig_K_alpha = np.array([0.18, 0.20, 0.18, 0.19, 0.19, 0.21, 0.19, 0.19])
sqrt_K_alpha = sqrt(K_alpha)
sig_sqrt_K_alpha = sig_K_alpha / (2 * sqrt_K_alpha)
```

In [3]:

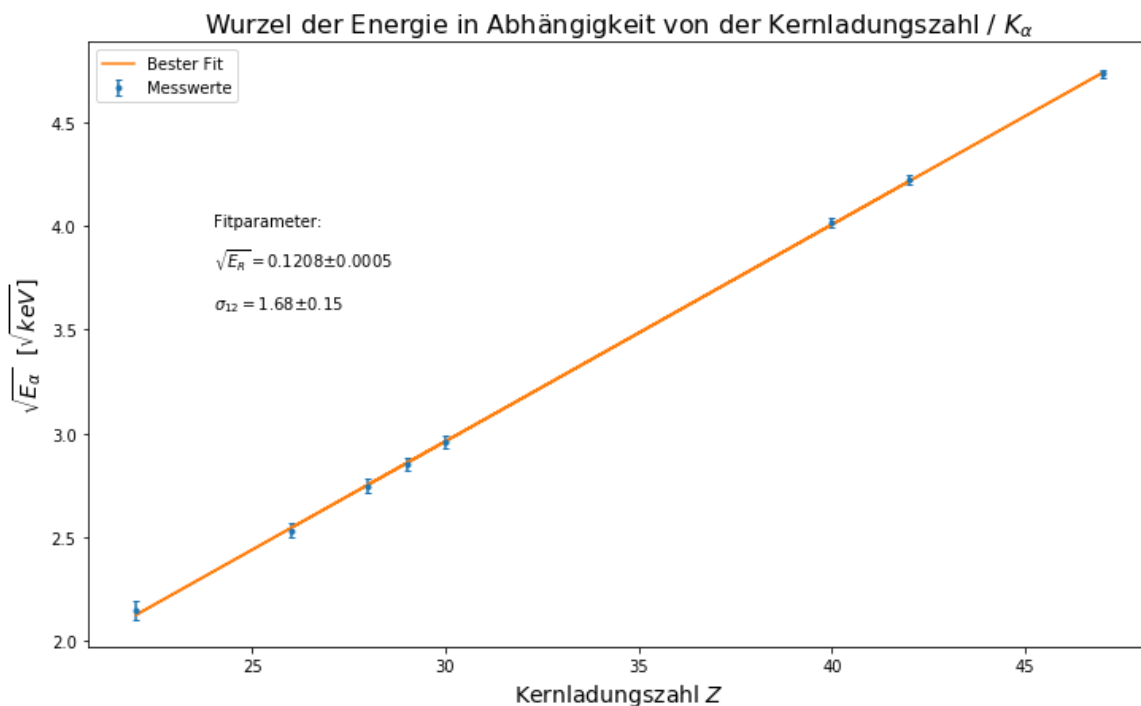
```
# Fit
n1 = 1
n2 = 2
def line(x, sqrt_E_R, sig_12):
    return sqrt_E_R * (x - sig_12) * sqrt(n1 ** (-2) - n2 ** (-2))

popt, pcov = curve_fit(line, Z, sqrt_K_alpha, sigma = sig_sqrt_K_alpha)
sqrt_E_R = popt[0] # sqrt keV
sig_sqrt_E_R = sqrt(pcov[0,0])
sig_12 = popt[1]
sig_sig_12 = sqrt(pcov[1,1])

# Plot
plt.figure(figsize = (12, 7))
plt.errorbar(Z, sqrt_K_alpha, yerr = sig_sqrt_K_alpha, fmt = '.', capsize = 2,
             label = 'Messwerte')
plt.title('Wurzel der Energie in Abhängigkeit von der Kernladungszahl /  $\sqrt{K_\alpha}$ ', size = 16)
plt.xlabel('Kernladungszahl  $Z$ ', size = 14)
plt.ylabel('  $\sqrt{E_\alpha}$  [keV]  [  $\sqrt{\text{keV}}$  ]', size = 14)

plt.plot(Z, line(Z, *popt), label = 'Bester Fit')
plt.text(24, 4, 'Fitparameter:')
plt.text(24, 3.8, ' $\sqrt{E_R} =$ ' + str(np.round(sqrt_E_R,4)) + ' $\pm$ ' + str(np.
round(sig_sqrt_E_R,4)))
plt.text(24, 3.6, ' $\sigma_{12} =$ ' + str(np.round(sig_12,2)) + ' $\pm$ ' + str(np.
round(sig_sig_12,2)))

plt.legend(loc = 'best')
plt.savefig('images/256/V256Diagramm1.png')
plt.show()
```



In [4]:

```
# Werte
print('Wurzel der Rydberg-Energie:')
print('sqrt_E_R =', np.round(sqrt_E_R,4), '+/-', np.round(sig_sqrt_E_R,4))
print('Abschirmungskonstante:')
print('sig_12 =', np.round(sig_12,2), '+/-', np.round(sig_sig_12,2))

# Rydberg-Energie
E_R = 1e3 * sqrt_E_R ** 2 # eV
sig_E_R = 1e3 * 2 * sqrt_E_R * sig_sqrt_E_R
print('\nRydberg-Energie:')
print('E_R =', np.round(E_R,2), '+/-', np.round(sig_E_R,2))
```

Wurzel der Rydberg-Energie:
sqrt_E_R = 0.1208 +/- 0.0005
Abschirmungskonstante:
sig_12 = 1.68 +/- 0.15

Rydberg-Energie:
E_R = 14.58 +/- 0.12

In [5]:

```
# Güte des Fits
chi2_ = np.sum((line(Z, *popt) - sqrt_K_alpha) ** 2 / sig_sqrt_K_alpha ** 2)
dof = len(sqrt_K_alpha) - 2 #dof:degrees of freedom, Freiheitsgrad
chi2_red = chi2_/dof

print("chi2 =", chi2_)
print("chi2_red =", chi2_red)

prob = np.round(1 - chi2.cdf(chi2_,dof),2) * 100
print("Wahrscheinlichkeit =", prob, "%")
```

chi2 = 0.7141913391358454
chi2_red = 0.11903188985597424
Wahrscheinlichkeit = 99.0 %

K_beta Energien

In [6]:

```
# Werte aus Tabelle 1 beta
# Entspricht (Fe, Mo, Cu, Zr, Ag, Ni, Zn )
Z2 = np.array([26, 42, 29, 40, 47, 28, 30])
K_beta = np.array([7.09, 19.95, 8.93, 18.07, 25.18, 8.30, 9.71]) # keV
sig_K_beta = np.array([0.22, 0.21, 0.39, 0.20, 0.29, 0.32, 0.24])
sqrt_K_beta = sqrt(K_beta)
sig_sqrt_K_beta = sig_K_beta / (2 * sqrt_K_beta)
```

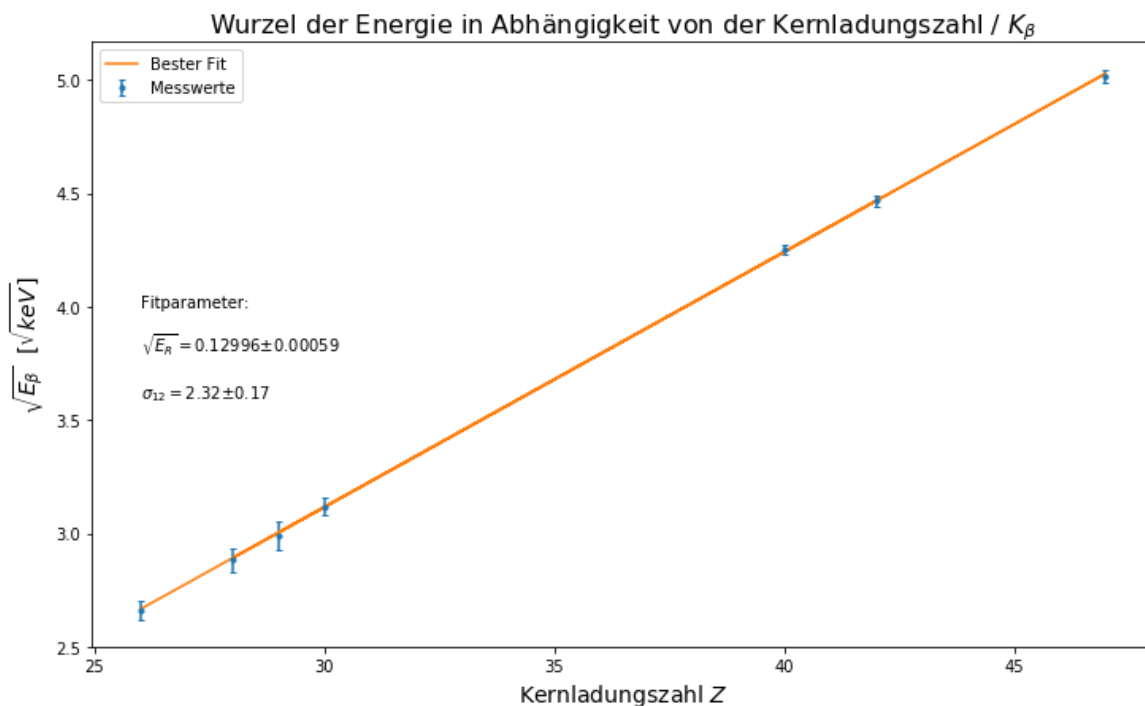
In [7]:

```
# Fit
popt, pcov = curve_fit(line, Z2, sqrt_K_beta, sigma = sig_sqrt_K_beta)
sqrt_E_R = pop[0]
sig_sqrt_E_R = sqrt(pcov[0,0])
sig_12 = pop[1]
sig_sig_12 = sqrt(pcov[1,1])

# Plot
plt.figure(figsize = (12, 7))
plt.errorbar(Z2, sqrt_K_beta, yerr = sig_sqrt_K_beta, fmt = '.', capsize = 2,
             label = 'Messwerte')
plt.title('Wurzel der Energie in Abhängigkeit von der Kernladungszahl /  $K_\beta$ ',
          size = 16)
plt.xlabel('Kernladungszahl  $Z$ ', size = 14)
plt.ylabel('sqrt( $E_\beta$ ) [keV]', size = 14)

plt.plot(Z2, line(Z2, *popt), label = 'Bester Fit')
plt.text(26, 4, 'Fitparameter:')
plt.text(26, 3.8, 'sqrt( $E_R$ ) = ' + str(np.round(sqrt_E_R,5)) + ' pm' + str(np.
round(sig_sqrt_E_R,5)))
plt.text(26, 3.6, 'sigma_12 = ' + str(np.round(sig_12,2)) + ' pm' + str(np.
round(sig_sig_12,2)))

plt.legend(loc = 'best')
plt.savefig('images/256/V256Diagramm2.png')
plt.show()
```



In [8]:

```
# Werte
print('Wurzel der Rydberg-Energie:')
print('sqrt_E_R =', np.round(sqrt_E_R,4), '+/-', np.round(sig_sqrt_E_R,4))
print('Abschirmungskonstante:')
print('sig_12 =', np.round(sig_12,2), '+/-', np.round(sig_sig_12,2))

# Rydberg-Energie
E_R = 1e3 * sqrt_E_R ** 2 # eV
sig_E_R = 1e3 * 2 * sqrt_E_R * sig_sqrt_E_R
print('\nRydberg-Energie:')
print('E_R =', np.round(E_R,2), '+/-', np.round(sig_E_R,2))
```

Wurzel der Rydberg-Energie:

sqrt_E_R = 0.13 +/- 0.0006

Abschirmungskonstante:

sig_12 = 2.32 +/- 0.17

Rydberg-Energie:

E_R = 16.89 +/- 0.15

In [9]:

```
# Güte des Fits
chi2_ = np.sum((line(Z2, *popt) - sqrt_K_beta) ** 2 / sig_sqrt_K_beta ** 2)
dof = len(sqrt_K_beta) - 2 #dof:degrees of freedom, Freiheitsgrad
chi2_red = chi2_/dof

print("chi2 =", chi2_)
print("chi2_red =", chi2_red)

prob = np.round(1 - chi2.cdf(chi2_,dof),2) * 100
print("Wahrscheinlichkeit =", prob, "%")
```

chi2 = 0.40137657767060514

chi2_red = 0.08027531553412103

Wahrscheinlichkeit = 100.0 %