

# Protokoll PAP2 Versuch 255: Röntgenspektrometer

Leonard Scheuer

## Motivation

Dieser Versuch soll in die Röntgenspektroskopie einführen. Dazu werden

## Grundlagen

### Röntgenröhre

Eine Röntgenröhre ist eine Evakuierte Röhre, in welcher Glühkathoden gegen eine (hier Molybdän) Anode beschleunigt werden. (Siehe auch Abbildung 1)

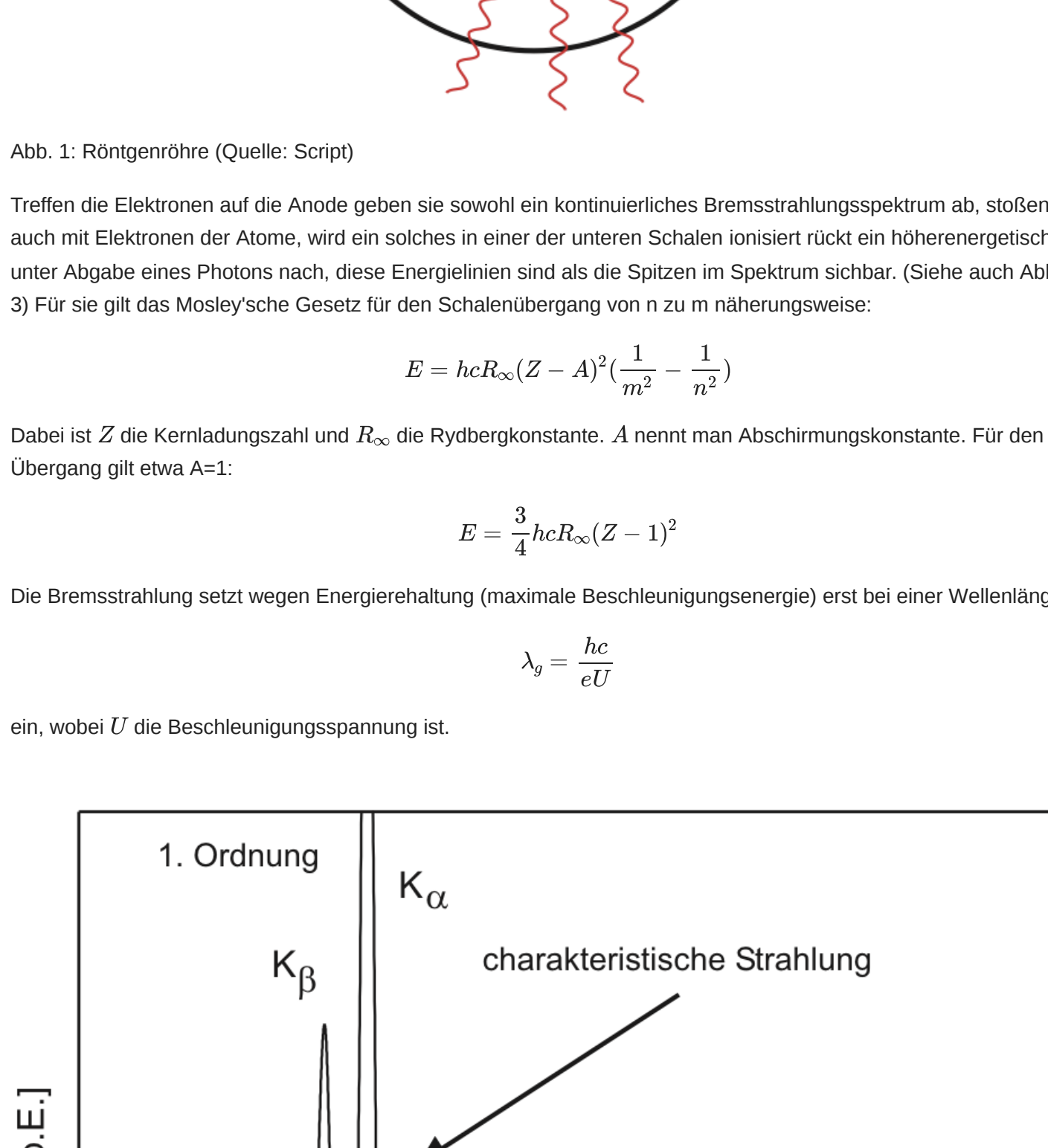


Abb. 1: Röntgenröhre (Quelle: Script)

Treffen die Elektronen auf die Anode geben sie sowohl ein kontinuierliches Bremsstrahlungsspektrum ab, stoßen aber auch mit Elektronen der Atome, wird ein solches in einer der unteren Schalen ionisiert rückt ein höherenergetisches unter Abgabe eines Photons nach, diese Energienlinien sind als Spitzen im Spektrum sichtbar. (Siehe auch Abb. 2 und 3) Für sie gilt das Mosley'sche Gesetz für den Schalenübergang von  $n$  zu  $m$  näherungsweise:

$$E = hcR_{\infty}(Z - A)^2 \left( \frac{1}{m^2} - \frac{1}{n^2} \right) \quad (1)$$

Dabei ist  $Z$  die Kernladungszahl und  $R_{\infty}$  die Rydbergkonstante.  $A$  nennt man Abschirmungskonstante. Für den  $K_{\alpha}$ -Übergang gilt etwa  $A=1$ :

$$E = \frac{3}{4} hcR_{\infty}(Z - 1)^2 \quad (2)$$

Die Bremsstrahlung setzt wegen Energieerhaltung (maximale Beschleunigungsenergie) erst bei einer Wellenlänge

$$\lambda_g = \frac{hc}{eU} \quad (3)$$

ein, wobei  $U$  die Beschleunigungsspannung ist.

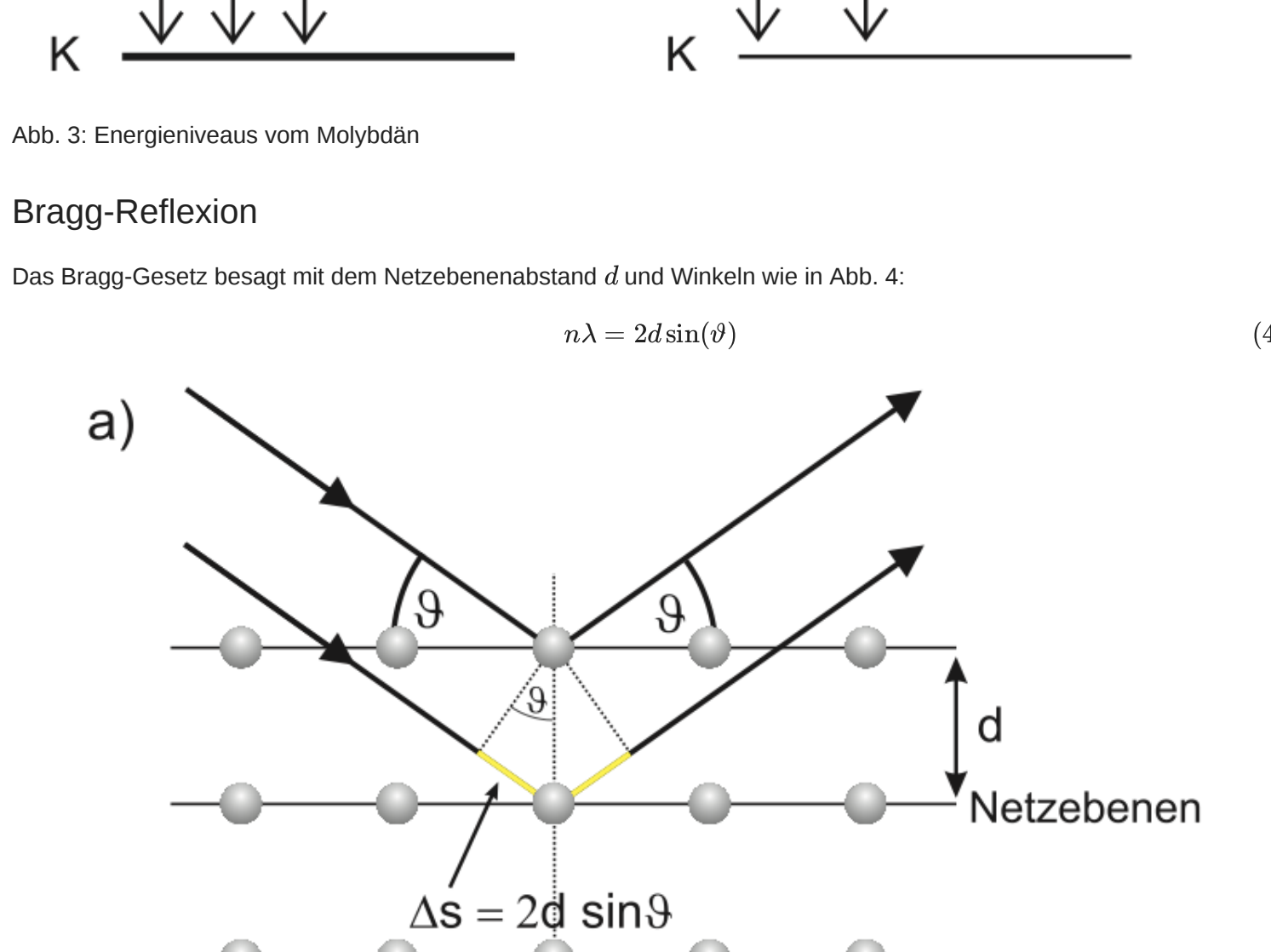


Abb. 2: Röntgenspektrum (Quelle: Script)

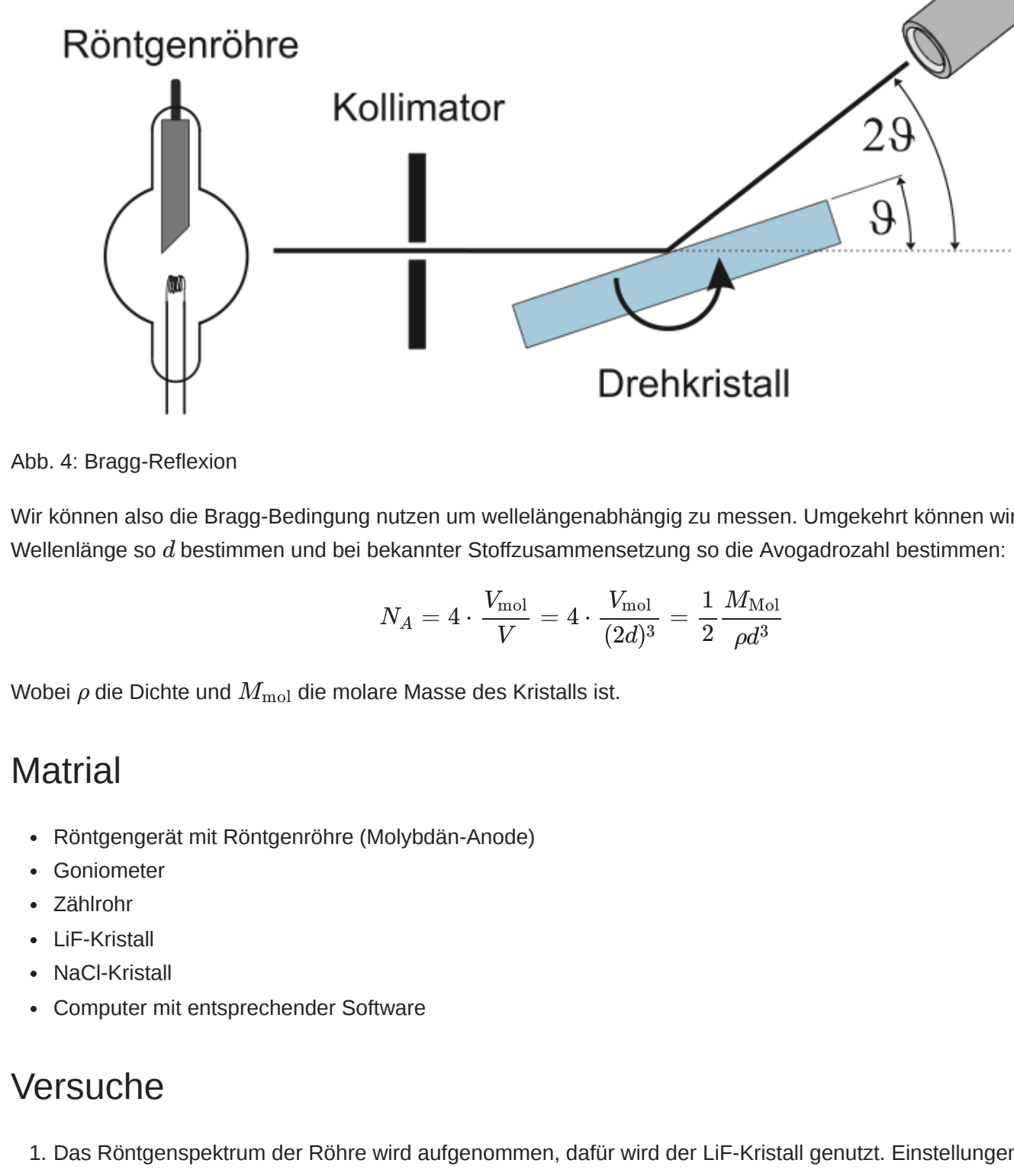


Abb. 3: Energieniveaus vom Molybdän

### Bragg-Reflexion

Das Bragg-Gesetz besagt mit dem Netzebenenabstand  $d$  und Winkeln wie in Abb. 4:

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

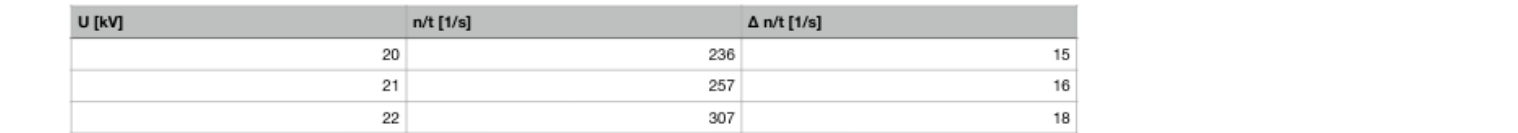
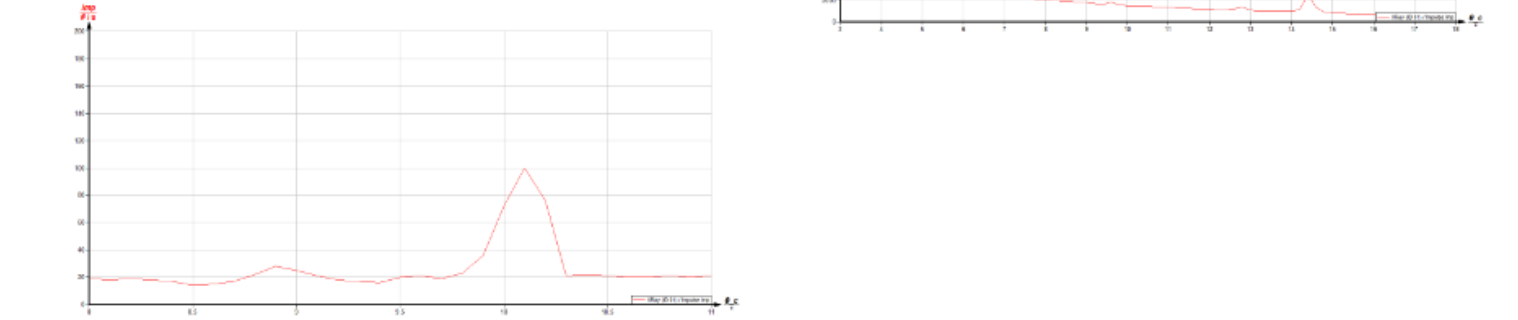


Abb. 4: Bragg-Reflexion

Wir können also das Bragg-Bedingung nutzen um wellenlängenabhängig zu messen. Umgekehrt können wir bei bekannter Wellenlänge so  $d$  bestimmen und bei bekannter Stoffzusammensetzung so die Avogadrozahl bestimmen:

$$N_A = 4 \cdot \frac{V_{\text{mol}}}{(2d)^3} = 4 \cdot \frac{V_{\text{mol}}}{2d^3} = \frac{1}{2} \frac{M_{\text{mol}}}{\rho d^3} \quad (5)$$

Wobei  $\rho$  die Dichte und  $M_{\text{mol}}$  die molare Masse des Kristalls ist.

## Matrrial

- Röntgengerät mit Röntgenröhre (Molybdän-Anode)
- Goniometer
- Zählrohr
- LiF-Kristall
- NaCl-Kristall
- Computer mit entsprechender Software

## Versuche

1. Das Röntgenspektrum der Röhre wird aufgenommen, dafür wird der LiF-Kristall genutzt. Einstellungen: 1mA Glühspannung, 35kV Beschleunigungsspannung. Schrittweite 0.2 Grad und Messzeit 5s.
2. Für die  $K_{\alpha}$ - und  $K_{\beta}$ -Linien wird dort genauer gemessen mit Schrittweite 0.1 Grad und 20s.
3. Bei 7.5 Grad werden für verschiedene Spannungen die Zählraten bestimmt.
4. A. wird mit NaCl wiederholt

## Messdaten

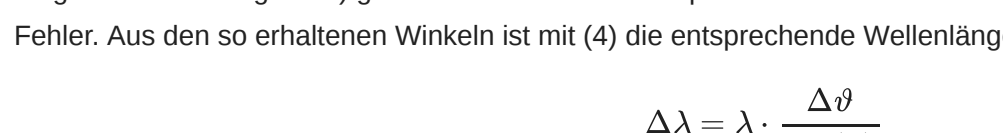
Röntgenspektrum der Molybdänanode, gemessen mit einem LiF-Kristall:

Röntgenspektrum der Molybdänanode, gemessen mit einem NaCl-Kristall:

Zählrate  $n(t)$  bei einem festen Winkel von 7.5° in Abhängigkeit von der Beschleunigungsspannung  $U$  [LiF-Kristall]

U [kV]	n [1/s]	U [kV]	n [1/s]
20	236	30	15
21	257	31	16
22	307	32	18
23	356	33	19
24	451	34	21
25	580	35	24
26	699	36	26
27	823	37	28
28	860	38	29
29	1060	39	30
30	1180	40	30
31	1320	41	30
32	1440	42	30
33	1590	43	30
34	1710	44	30
35	1840	45	30

Röntgenaufnahme eines Studierendenreizes:



## Auswertung

Die Grenzwellenlänge konnte wie besprochen aufgrund des runden Kollimators nicht ermittelt werden, da der Sensor für kleine Winkel so direkt aus der Röntgenquelle bestrahlt wurde. Das grundsätzliche Vorgehen wird dennoch hier kurz beschrieben.

### Bestimmung von $h$ aus der Grenzwellenlänge

Würde es die Datenlage zulassen, wäre zunächst die Grenzwellenlänge zu bestimmen. Da der Abfall der registrierten Impulse am kurzwelligen Ende näherungsweise linear ist, wird in diesem Bereich eine lineare Funktion

$$n(\vartheta) = m \cdot \vartheta + b \quad (6)$$

an die Daten gefittet. Dabei müssen die Messdaten für den Fit erst korrigiert werden: Anhand kleinerer Winkel ist zu sehen, dass auch ein nicht zu vernachlässigender Untergrund gemessen wurde. Dieser wird aus dem Mittelwert  $n_0$  der Daten bei kleinen Winkeln als dem lenguote(Grenzwinkel) bestimmt. Der Fehler entspricht, da dies eine Schätzung des Erwartungswerts ist und die Zählrate des Untergrunds Poisson-verteilt ist:

$$\Delta n_0 = \sqrt{n_0} \quad (7)$$

Dieser wird von den Messwerten abgezogen:

$$n_{\text{kor}} = n - n_0 \quad (8)$$

$$\Delta n_{\text{kor}} = \sqrt{(\Delta n)^2 + (\Delta n_0)^2} = \sqrt{n + n_0} \quad (9)$$

Nun wird der Winkel  $\vartheta_G$  bestimmt, ab dem nach dem Fit die Zählrate auf 0 sinkt; dieser ergibt sich zu

$$\vartheta_G = -\frac{b}{m} \quad (10)$$

$$\Delta \vartheta_G = \vartheta_G \cdot \vartheta \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta b}{b}\right)^2 + \left(\frac{\Delta m}{m}\right)^2} \quad (11)$$

Der Winkel kann über (4)  $n = 1$ , da Spektrum erster Ordnung betrachtet) in die Wellenlänge umgerechnet werden. Umstellen von (3) ergibt für  $h$ :

$$h = 2d \cdot \frac{e \cdot U}{c} \cdot \sin(\vartheta_G) \quad (12)$$

$$\Delta h = h \cdot \frac{\Delta \vartheta_G}{\tan(\vartheta_G)} \quad (13)$$

Der Grenzwinkel des Spektrums zweiter Ordnung ( $n = 2$ ) lässt sich durch der bestimmten minimalen Wellenlänge mit (4) berechnen:

$$\vartheta_{G,n=2} = \arcsin\left(\frac{\lambda_G}{d}\right) \quad (14)$$

$$\Delta \vartheta_{G,n=2} = \frac{1}{\sqrt{1 - \left(\frac{\lambda_G}{d}\right)^2}} \cdot \frac{\lambda_G}{d} \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta \lambda_G}{\lambda_G}\right)^2 + \left(\frac{\Delta d}{d}\right)^2} \quad (15)$$

### Charakteristisches Spektrum von Molybdän

Um die charakteristischen Linien zu bestimmen, wurde an alle Linien eine Normalverteilung (Addiert mit einer Konstante aufgrund des Untergrunds) gefittet. Der Mittelwert entspricht dem Schätzwert der Größe, die Standardabweichung dem Fehler. Aus den so erhaltenen Winkeln ist mit (4) die entsprechende Wellenlänge bestimmbar, für den Fehler gilt:

$$\Delta \lambda = \lambda \cdot \frac{\Delta \vartheta}{\tan(\vartheta)} \quad (16)$$

Der Netzebenenabstand ist im Skript zu  $d = 201,4 \text{ pm}$  angegeben, genauso wie die Literaturwerte der  $K_{\alpha}$ - (71,1 pm) und  $K_{\beta}$ -Linie (63,1 pm).

Für die  $K_{\alpha}$ -Linie erster Ordnung soll zudem die Halbwertsbreite bestimmt werden, dafür wird sich das Resultat aus dem Versuch Statistik zunutze gemacht, nach der Standardabweichung und FWHM folgendermaßen korrelieren:

$$\text{FWHM} \approx 2,4\sigma \quad (17)$$

$$\Delta(\text{FWHM}) = 2,4\Delta\sigma \quad (18)$$

In [13]:

```
import numpy as np
import matplotlib.pyplot as plt
from scipy.optimize import curve_fit

def gauss(x, mu, sig, a, y0):
    return a * np.exp(-(x - mu)**2 / (2 * sig**2)) + y0

n0, theta0 = np.loadtxt('v0.txt', converters = ({0:comma_to_float, 5:comma_to_float}, unpack = True
theta0 *= np.pi / 180

plt.errorbar(theta0[theta0 > 7.5 * np.pi / 180], n0[theta0 > 7.5 * np.pi / 180], yerr = np.sqrt(n0
plt.errorbar(theta0[10:5], n0[10:5], yerr = np.sqrt(n0[10:5]), capsize = 3, fmt = 'rx', label =
plt.errorbar(theta0[22:17], n0[22:17], yerr = np.sqrt(n0[22:17]), capsize = 3, fmt = 'gx', label = 'S
popt_a2, pcov_a2 = curve_fit(gauss, theta0[10:5], n0[10:5], sigma = np.sqrt(n0[10:5]), p0 =
x = np.linspace(theta0[10], theta0[5])
plt.plot(x, gauss(x, *popt_a2), label = 'Gauss-Fit für SK_a$ 1. Ordn.',
plt.text(0.33, 2500, '$\mu$ = {0:.5f} \pm {1:.5f} \n $\sigma$ = {2:.4f} \pm {3:.4f}'.format(popt_a2[0],
popt_b2, pcov_b2 = curve_fit(gauss, theta0[22:17], n0[22:17], sigma = np.sqrt(n0[22:17]), p0
x = np.linspace(theta0[22], theta0[17])
plt.plot(x, gauss(x, *popt_b2), label = 'Gauss-Fit für SK_b$ 2. Ordn.', color = 'purple')
plt.text(0.26, 1500, '$\mu$ = {0:.4f} \pm {1:.4f} \n $\sigma$ = {2:.4f} \pm {3:.4f}'.format(popt_b2[0],
plt.title('Spektrum von Molybdän, zweite Ordnung')
plt.xlabel('Winkel in Radian')
plt.ylabel('Zählrate [1/s]')
plt.legend()
plt.grid('dotted')
```

In [14]:

```
theta1, n1 = np.loadtxt('v1.txt', converters = ({0:comma_to_float, 1:comma_to_float}, unpack = True
theta1 *= np.pi / 180 #in Radian

plt.errorbar(theta1, n1, yerr = np.sqrt(n1), capsize = 3)
plt.errorbar(theta1[10:5], n1[10:5], yerr = np.sqrt(n1[10:5]), capsize = 3, fmt = 'rx', label =
plt.errorbar(theta1[22:17], n1[22:17], yerr = np.sqrt(n1[22:17]), capsize = 3, fmt = 'gx', label = 'S
popt_a1, pcov_a1 = curve_fit(gauss, theta1[10:5], n1[10:5], sigma = np.sqrt(n1[10:5]), p0 = {0.
x = np.linspace(theta1[10], theta1[5])
plt.plot(x, gauss(x, *popt_a1), label = 'Gauss-Fit für SK_a$ 1. Ordn.',
plt.text(0.33, 2500, '$\mu$ = {0:.5f} \pm {1:.5f} \n $\sigma$ = {2:.4f} \pm {3:.4f}'.format(popt_a1[0],
popt_b1, pcov_b1 = curve_fit(gauss, theta1[6:14], n1[6:14], sigma = np.sqrt(n1[6:14]), p0 = {0.35,
x = np.linspace(theta1[6], theta1[14])
plt.plot(x, gauss(x, *popt_b1), label = 'Gauss-Fit für SK_b$ 2. Ordn.', color = 'purple')
plt.text(0.145, 40, '$\mu$ = {0:.5f} \pm {1:.5f} \n $\sigma$ = {2:.4f} \pm {3:.4f}'.format(popt_b1[0], n
plt.title('Spektrum von Molybdän, erste Ordnung')
plt.xlabel('Winkel in Radian')
plt.ylabel('Zählrate [1/s]')
plt.legend()
plt.grid('dotted')
```

In [15]:

```
d = 201.4e-12
lam_a_lit = 71.1e-12
lam_b_lit = 63.1e-12

lam_a1 = 2 * d * np.sin(popt_a1[0])
lam_a1_err = lam_a1 * np.tan(popt_a1[1]) / np.tan(popt_a1[0])

print('lam_a1 = ({0:.1f} \pm {1:.1f}) pm'.format(lam_a1 * 10**12, lam_a1_err * 10**12))
print('Abweichung zum Literaturwert: {0:.2f} sigma'.format(np.abs(lam_a1_lit - lam_a1)/lam_a1_err))

lam_a2 = d * np.sin(popt_a2[0])
lam_a2_err = lam_a2 * np.tan(popt_a2[1]) / np.tan(popt_a2[0])

print('lam_a2 = ({0:.1f} \pm {1:.1f}) pm'.format(lam_a2 * 10**12, lam_a2_err * 10**12))
print('Abweichung zum Literaturwert: {0:.2f} sigma'.format(np.abs(lam_a2_lit - lam_a2)/lam_a2_err))

lam_b1 = 2 * d * np.sin(popt_b1[0])
lam_b1_err = lam_a1 * np.tan(popt_b1[1]) / np.tan(popt_b1[0])

print('lam_b1 = ({0:.1f} \pm {1:.1f}) pm'.format(lam_b1 * 10**12, lam_b1_err * 10**12))
print('Abweichung zum Literaturwert: {0:.2f} sigma'.format(np.abs(lam_b1_lit - lam_b1)/lam_b1_err))

lam_b2 = d * np.sin(popt_b2[0])
lam_b2_err = lam_a2 * np.tan(popt_b2[1]) / np.tan(popt_b2[0])

print('lam_b2 = ({0:.1f} \pm {1:.1f}) pm'.format(lam_b2 * 10**12, lam_b2_err * 10**12))
print('Abweichung zum Literaturwert: {0:.2f} sigma'.format(np.abs(lam_b2_lit - lam_b2)/lam_b2_err))

lam_a1 = (70.6 \pm 0.7) pm
Abweichung zum Literaturwert: 0.77 sigma
lam_a2 = (71.0 \pm 0.5) pm
Abweichung zum Literaturwert: 0.12 sigma
lam_b1 = (62.6 \pm 1.0) pm
Abweichung zum Literaturwert: 0.53 sigma
lam_b2 = (63.1 \pm 0.7) pm
Abweichung zum Literaturwert: 0.06 sigma
```

In [16]:

```
print('FWHM: {0:.4f} \pm {1:.4f}'.format(2.4 * popt_a1[0], 2.4 * np.sqrt(pcov_a1[0][0])))
FWHM: 0.4227 \pm 0.0086
```

### Bestimmung von $h$ aus der Grenzspannung

Das Vorgehen ist analog zum ersten Teil, nur wird statt dem Winkel die Spannung betrachtet. Es werden auch die selben Formeln verwendet, nur die Fehlerformel ist leicht anders, da diesmal andere Größen (merklich fehlerbehaftet) sind:

$$\Delta h = h \cdot \frac{\Delta U_G}{U_G} \quad (19)$$

In [17]:

```
U, n, n_err = np.genfromtxt('v2.csv', delimiter = ';', skip_header = 1, unpack = True)

plt.errorbar(U, n, yerr = n_err, fmt = 'bx', capsize = 3)
plt.errorbar(U[2:], n[2:], yerr = n_err[2:], fmt = 'rx', capsize = 3, label = 'Für Untergrund genutte
plt.errorbar(U[4:], n[4:], yerr = n_err[4:], fmt = 'gx', capsize = 3, label = 'Für Fit genutte Mes
plt.legend()
plt.xlabel('Spannung [kV]')
plt.ylabel('Zählrate [1/s]')

plt.plot(U[24], 1200, 'm = ({0:.1f} \pm {1:.1f}) / kV/s \n b = ({2:.0f} \pm {3:.0f}) / s'.format(popt_U[0], np
plt.text(24, 1200, 'm = ({0:.1f} \pm {1:.1f}) / kV/s \n b = ({2:.0f} \pm {3:.0f}) / s'.format(popt_U[0], np

def fit_line(x, m, b):
    return m * x + b

n_UG = np.mean(n[1:2])

n_fit = n[4:] - n_UG

n_fit_err = np.sqrt(n_err[4:] + n_UG

plt.errorbar(U[4:], n_fit, yerr = n_fit_err, fmt = 'gx', capsize = 3, label = 'Korrigierte Messdati
popt_U, pcov_U = curve_fit(fit_line, U[4:], n_fit, sigma = n_fit_err)

plt.plot(U[4:], fit_line(U[4:], *popt_U), label = 'Linearer Fit')

plt.legend()
plt.xlabel('Spannung [kV]')
plt.ylabel('Zählrate [1/s]')

plt.text(24, 1200, 'm = ({0:.1f} \pm {1:.1f}) / kV/s \n b = ({2:.0f} \pm {3:.0f}) / s'.format(popt_U[0], np

plt.savefig('255-8-jpeg')
```

In [11]:

```
lam_a = np.mean([lam_a1, lam_a2])
lam_a_err = 0.5 * np.sqrt(np.sum(np.array([lam_a1_err, lam_a2_err])**2))

d1 = lam_a / (2 * np.sin(popt_a1[2][0]))
d1_err = d1 * np.sqrt((lam_a_err / lam_a)**2 + ((popt_a1[2][1] / np.tan(popt_a1[2][0]))**2))

print('K_a, 1. Ordn.: d = ({0:.0f} \pm {1:.0f}) pm'.format(d1 * 10**12, d1_err * 10**12))

d2 = lam_a / (np.sin(popt_a2[2][0]))
d2_err = d2 * np.sqrt((lam_a_err / lam_a)**2 + ((popt_a2[2][1] / np.tan(popt_a2[2][0]))**2))

print('K_a, 2. Ordn.: d = ({0:.1f} \pm {1:.1f}) pm'.format(d2 * 10**12, d2_err * 10**12))

print('Abweichung der Ergebnisse: {0:.2f} sigma'.format(np.abs(d1 - d2) / np.sqrt(d1_err**2 + d2_er
d = np.mean([d1, d2])

d_err = 0.5 * np.sqrt(np.sum(np.array([d1_err, d2_err])**2))

print('Mittelwert: d = ({0:.1f} \pm {1:.1f}) pm'.format(d * 10**12, d_err * 10**12))

K_a, 1. Ordn.: d = (290 \pm 5) pm
K_a, 2. Ordn.: d = (284.3 \pm 2.7) pm
Abweichung der Ergebnisse: 0.95 sigma
Mittelwert: d = (287.0 \pm 2.8) pm

Aus (5) kann nun N_A bestimmt werden (rho = 2,164 g/cm^3, M_mol = 58,44 g/mol, siehe Skript). Für den Fehler gilt:
```

$$\Delta N_A = 3N_A \cdot \frac{\Delta d}{d} \quad (23)$$

In [12]:

```
rho = 2.164 * 10**3 #SI
M = 58.44 * 10**(-3)

N_A = 0.5 * M / (rho * d**3)
N_A_err = 3 * N_A * d_err / d

print('N_A = ({0:.2f} \pm {1:.2f}) e23/mol'.format(N_A * 10**(-23), N_A_err * 10**(-23)))

N_A_lit = 6.02214076e23

print('Abweichung N_A: {0:.2f} sigma'.format(np.abs(N_A_lit - N_A) / N_A_err))

N_A = (5.71 \pm 0.17) e23/mol
Abweichung N_A: 1.85 sigma
```

## Diskussion

In diesem Versuch haben wir uns mit der Röntgenspektroskopie auseinandergesetzt. Wir haben dafür zunächst durch die Bragg-Reflexion das Röntgenspektrum der Röhre betrachtet. Leider konnte der kritische Winkel/die kritische Wellenlänge nicht bestimmt werden, da bei kleinem Winkel die Röntgenquelle mangels besserem Kollimator direkt in den Sensor hineinleuchtete. Ein schützender Kollimator, wie bei den anderen Aufbauten, könnte hier einfache Abhilfe schaffen. Durch Fit haben wir die K-Linien von Molybdän in erster und zweiter Ordnung bestimmt. Die Werte decken sich gut mit den Literaturwerten ( $< 1\sigma$ ). Anschließend konnten wir das planksche Wirkungsquantum aus der Einsatzspannung bestimmen, unser Wert weicht jedoch signifikant vom Literaturwert ab (ca.  $4\sigma$ ). Der von uns für den Wert gefundene Fehler ist relativ klein, es ist gut möglich, dass noch andere Fehler vorliegen, die nicht hinreichend berücksichtigt worden sind. Auch wurde der Untergrund nur aus zwei Messpunkten errechnet und scheint daher eher inakzeptabel abgeschätzt. Abschließend haben wir noch die Avogadrokonstante bestimmt, auch dies ist gut gelungen, es konnte keine signifikante Abweichung vom Literaturwert gefunden werden ( $< 1.9\sigma$ ). Die Auflösung der Messung ließ jedoch nur die Nutzung der  $K_{\alpha}$ -Linien zu, die  $K_{\beta}$ -Linien waren nicht mehr nutzbar, eine höhere Winkelauflösung ließ das Gerät nicht zu.