

Versuch: Materialanalyse mit Röntgenstrahlen (MAX)

Stand April 2013

1. Einleitung

Die Materialanalyse mit Röntgenstrahlen ist in der Forschung, Entwicklung und Produktion eine weit verbreitete und wichtige Methode zur Bestimmung der Zusammensetzung von Werkstoffen und Produkten. Insbesondere die Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA) wird häufig im Rahmen der Prozess- und Qualitätskontrolle in der Fertigung von Produktionsgütern angewandt. Das Absorptionsvermögen eines Materials gegenüber Röntgenstrahlung wird außerdem weltweit im Rahmen der Gepäckkontrolle, z.B. an Flughäfen, genutzt.

In diesem Versuch arbeiten Sie mit einem modernen Röntgengerät und lernen einige wichtige Grundlagen der Materialanalyse mit Röntgenstrahlen (Energieauflösung, qualitative und quantitative Röntgen-Fluoreszenzanalyse, Schichtdickenbestimmung) kennen. Das Gerät ist im Rahmen der Strahlenschutzverordnung als Vollschutzgerät zugelassen und erlaubt nach Einweisung durch den Assistenten eine Versuchsdurchführung ohne Strahlenbelastung für den Experimentator.

Zur Vorbereitung auf diesen Versuch und Erklärung der theoretischen Grundlagen eignet sich jedes Buch über Experimentalphysik bzw. Atomphysik.

Stichworte zur Vorbereitung: Bohr'sches Atommodell, atomare Energieniveaus, Rydberg-Konstante, Erzeugung von Röntgenstrahlung, charakteristische Röntgenstrahlung, Bremsstrahlung, Absorption von Röntgenstrahlung, Moseley-Gesetz, Abschirmkonstante, Halbleiter-Detektor, Vielkanalanalysator

2. Versuchsaufbau

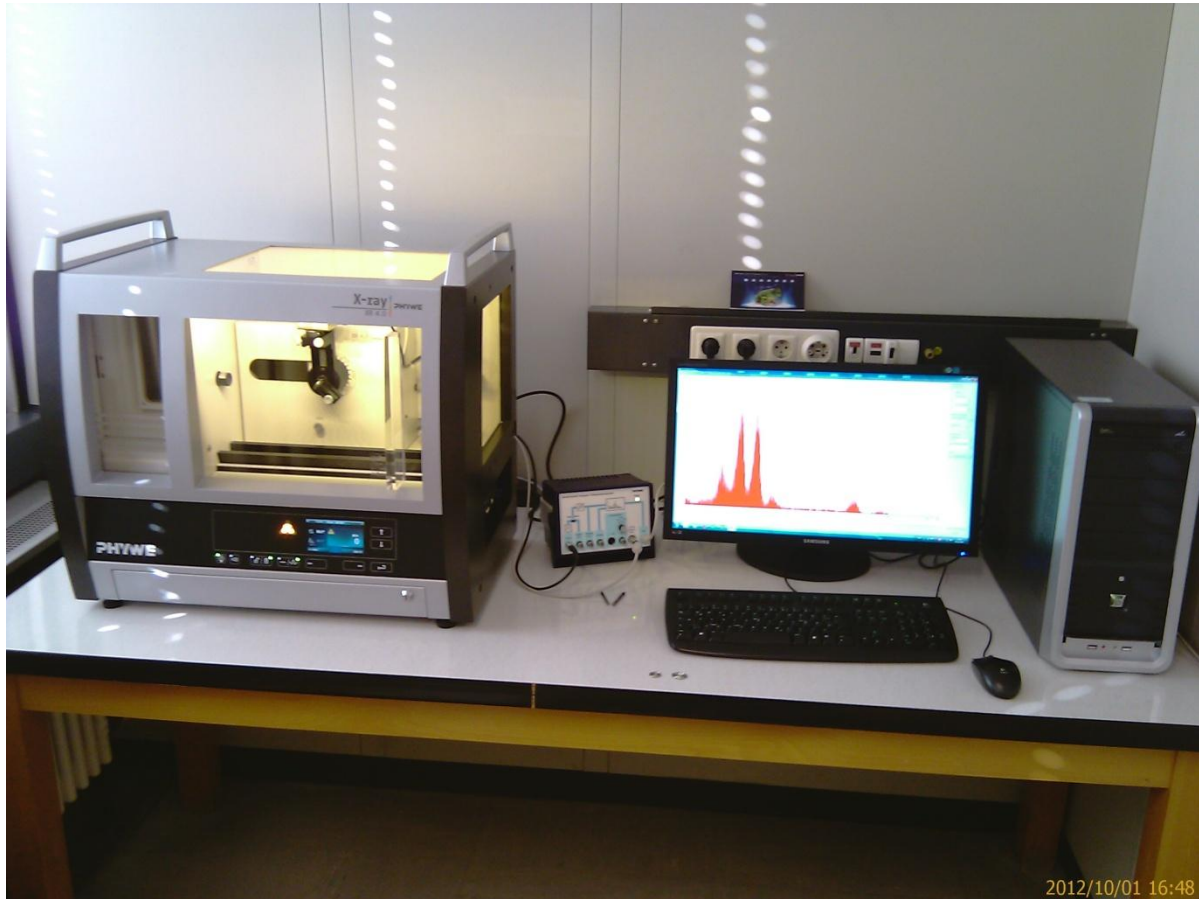
(i) PHYWE Röntgengerät

Das Röntgengerät kann mit einer Kupfer- oder Wolfram-Röhre betrieben werden. Die max. Leistung beträgt 1 mA Emissionsstrom bei 35 kV. Im Inneren des Strahlenschutz-Gehäuses befinden sich ein $\theta/2\theta$ -Goniometer. Die zu untersuchenden Proben werden in der Regel auf dem θ -Arm befestigt, der Detektor auf dem 2θ -Arm.

Die Röntgenstrahlung wird mit einem Halbleiter-Detektor („Röntgenenergiedetektor RED“) gemessen. Die Impulse werden hinsichtlich ihrer Größe (\sim Energie der Strahlung) durch den Pulshöhenanalysator eines Vielkanalanalysators (VKA) in Kanäle sortiert und auf dem Bildschirm eines angeschlossenen Messrechners dargestellt.

Zur Auswertung der Daten sollten Sie ihre Messwerte auf ein Speichermedium exportieren.

Bitte bringen Sie dazu (wenn möglich) einen USB-Memorystick zum Versuch mit.



(ii) Röntgenenergiedetektor RED

Der Röntgenenergiedetektor besteht aus einer mit 66 V in Sperrrichtung vorgespannten Silizium-pin-Diode mit Guardringstruktur. Der Strom, welcher durch die Diode fließt, wird mit einem rauscharmen ladungsempfindlichen Verstärker (LEV) verstärkt, der nach dem drain current feedback (dcf) – Prinzip arbeitet. Niederenergetische Röntgenphotonen haben eine hohe Absorptionswahrscheinlichkeit im Festkörper. Der intrinsische (d.h. nahezu undotierte, also nur eigenleitende) Bereich der Si-pin-Diode ist so groß gewählt, dass eine akzeptable Wechselwirkungswahrscheinlichkeit mit Röntgenstrahlung zu Stande kommt. Die meisten Röntgenphotonen wechselwirken mit dem Festkörper durch Photoeffekt, wobei sie ihren gesamten Impuls auf ein Elektron des Festkörpers übertragen, vorzugsweise eines des Valenzbandes. Findet diese Wechselwirkung innerhalb des intrinsischen Bereiches statt, so verliert dieses Elektron seine Energie auf seinem Weg durch den Kristall unter anderem durch die Erzeugung von Elektron-Loch-Paaren, bis seine Energie dazu nicht mehr ausreicht. Die Anzahl der erzeugten beweglichen Ladungsträgerpaare ist dann proportional der Energie des Elektrons und damit auch der Energie des Röntgenquants. Die Vorspannung der Diode und die Guardringstruktur der Elektroden sorgen dafür, dass möglichst wenige dieser Ladungsträger rekombinieren können, bevor sie vom elektrischen Feld aus der Sperrschicht in die Elektroden gezogen wurden und außerdem, dass die Driftzeiten, welche die Ladungsträger bis zu den Elektroden benötigen, sich nicht zu sehr unterscheiden. Es entsteht ein Ladungspuls, welcher der Röntgenenergie proportional ist. Dieser wird zu einem vom Vielkanalanalysator (VKA) auswertbaren Signal verstärkt. Diesen Ladungspulsen überlagert fließt immer ein geringer Dunkelstrom durch den Detektor. Der Dunkelstrom liegt an der thermischen Erzeugung von

Ladungsträgern im intrinsischen Bereich – Halbleiter sind Halbleiter – und nimmt exponentiell mit der Temperatur zu, verdoppelt sich etwa alle 10 K. Mit dem Dunkelstrom ist ein Rauschen verbunden, das nach Verstärkung zu unerwünschten Signalen mit kleiner Pulshöhe führen kann. Hauptsächlich stört dieses Rauschen, welches den gesuchten Signalen überlagert ist, aber dadurch, dass die zu einem Ladungspuls definierter Ladungsmenge gehörige Pulshöhe variiert – der Peak im Pulshöhenspektrum erscheint verbreitert. Zusätzlich streut die erzeugte Ladungsmenge ebenfalls. Sowohl der Absorptionskoeffizient als auch der Anteil der Absorption durch Photoeffekt steigen zu niedrigen Röntgenenergien hin. Deshalb eignen sich solche Detektoren hauptsächlich für Röntgenspektroskopie im niedrigen Energiebereich und bei Auftreten großer Anzahlen von Quanten.

Technische Daten RED:

Sensitive Fläche $0,5 \text{ mm}^2$

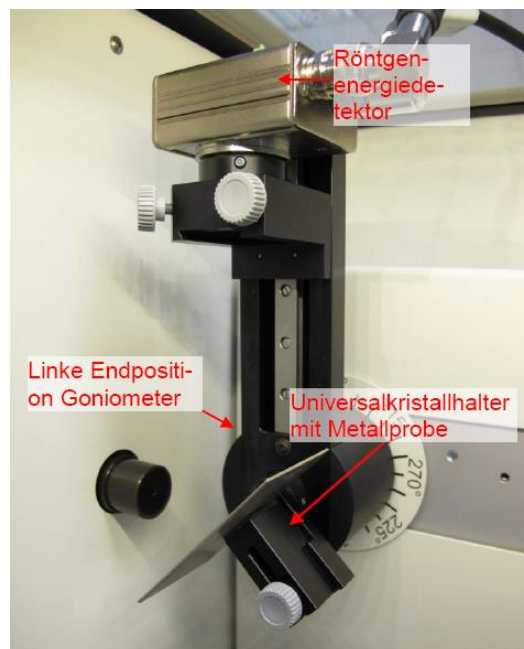
Vorspannung 66 V

Versorgung Vorverstärker +5 V, -5 V, 30 mA

max. Messbereich 2 keV ... 58 keV

Energieauflösung 400 eV (FWHM) bei 5,9 keV

Maximale Zählrate 20000 cps



(iii) Vielkanalanalysator VKA

Der VKA klassifiziert die einlaufenden Spannungspulse nach der Pulshöhe. Der VKA ordnet einem Werteintervall für die Pulshöhen einem Kanal zu. Dem Kanalinhalt eines gegebenen Kanals entspricht die Anzahl der registrierten Spannungssignale, deren Pulshöhe innerhalb des Werteintervalls des Kanals liegt. Die Registrierung eines weiteren Spannungsimpulses mit einer Pulshöhe, die in dem betrachteten Werteintervall liegt, erhöht den Kanalinhalt um 1. Die Spektren resultieren aus der Auftragung der Kanalinhalt über die Kanäle. Wird ein Detektor für ionisierende Strahlung verwendet, dessen Pulshöhe

der Energie des registrierten Ereignisses proportional ist, so entspricht das Pulshöhenspektrum dem Energiespektrum der gemessenen Strahlung. Die Zählraten dürfen bis 2000 Ereignisse pro Sekunde betragen. Gesteuert wird die Vielkanalanalyse des VKA über einen an-geschlossenen Computer und dem VKA Modul der Phywe Systeme GmbH Software Measure. Der eigentliche Pulshöhenanalysator hat 4000 Kanäle gleicher Spannungsintervallbreite und verarbeitet Pulshöhen im Intervall von 0 bis 4 V. Pulse anderer Höhe, die dort ankommen, werden verworfen. Jedem Kanal entspricht so ein Pulshöhenintervall von 1 mV. Es werden jene Pulse registriert, die Vor- und Hauptverstärker und Offsetstufe auf dieses Pulshöhenintervall abbilden. Der Hauptverstärker streckt das abgebildete Eingangspulshöhenintervall linear, die Offsetstufe verschiebt es linear zu höheren Spannungen hin. Neben der Funktion der Vielkanalanalyse stellt der VKA auch Betriebs- und Biasspannungen für vorzuschaltende Vorverstärker oder den Röntgenenergiedetektor zur Verfügung. Die Betriebs- und Biasspannungen können direkt am Gerät entnommen bzw. eingestellt werden.

Technische Daten VKA:

Signal-Eingang (für negative Impulse)

Impedanz: $3,3\text{ k}_\Omega \parallel 150\text{ pF}$

Für kurze Zeiten von 0,2 bis 4 μs arbeitet der Eingang integrierend, für längere Zeiten differenzierend. Der Vorverstärker arbeitet insgesamt pulsförmig und wandelt negative Spitzenpulse in annähernd gaußförmige positive Pulse.

Verstärkung

Gesamtverstärkung in drei Stufen ca. 6, 12 und 24, digital einstellbar

Begrenzung der Pulshöhe am A/D-Wandler des Pulshöhenanalysators: 4,7 V

Länge der geformten Pulse ca. 10 μs

Maximale Pulsrate 2000 s^{-1}

Offset

Digital 12 bit Auflösung

Maximaler Offset 3,6 V

Analog-Ausgang

Verstärkte positive Pulse um Offset herabgesetzt

Pulshöhe 0 bis 5 V

Pulslänge ca. 15 μs

Pulshöhenanalysator

Messwertauflösung 12 bit

Anzahl der Kanäle 4000

Maximale Pulsrate 2000 s^{-1}

3. Auswertung der Daten

Die Auswertung der gemessenen Daten erfolgt sofort nach der Messung mit dem Programm MEASURE. Leider ist eine simultane Auswertung der Daten während einer laufenden Messung deshalb nicht möglich. Das Programm erlaubt die Anpassung der gemessenen Intensitätsverteilungen mit verschiedenen Funktionen und nachfolgend die Bestimmung von Schwerpunkt, Halbwertsbreite usw.

4. Aufgaben

ACHTUNG!

- Achten Sie VOR EINSCHALTEN der Röntgenröhre darauf, dass der RED niemals im direkten Strahl steht.
- Nehmen Sie die Strom-, Spannungs- und Blendeneinstellungen am Röntgengerät immer so vor, dass die Intensität der gemessenen Strahlung 300 Impulse/s nicht übersteigt (Ausnahme Aufgabe 4.2).
- Zur Unterdrückung des niederenergetischen Untergrunds verwenden Sie einen „Bias“ von 8 – 10 % am VKA.

4.1 Kalibrierung des Röntgenenergiedetektors (RED) - Anleitung TEP 5.4.40

Kalibrieren Sie den RED, d.h. ordnen Sie den Kanälen des VKA Energiewerte zu.

(a) Mit der Strahlung der Röntgenröhre: 2-Punktkalibrierung (L_α und L_β)

Wolfram-Röhre (25 kV, 0.01 – 0.02 mA), Blende Durchmesser 1 mm, $\theta = 0$, $2\theta = 0.2-0.3^\circ$, $V = 4$

(b) Mit den Standardproben (Fe, Cu, Ni, Zn, Ag),

Wolfram-Röhre (35 kV, 0.5 mA), Blende Durchmesser 1 mm, $\theta = 45^\circ$, $2\theta = 90^\circ$, $V = 2$ (400 s) bzw. 4 (200 s)

Notieren Sie jeweils die Impulse/s. Passen Sie die gemessenen Intensitätsverteilungen an eine skalierte Normalverteilung (Gauß-Verteilung) an und notieren Sie die Kurvenparameter a , b , c . Tragen Sie die Energien der charakteristischen Linien (K_α) gegen die Kanalnummern # für $V = 2$ und 4 auf.

4.2 Bestimmung der Energieauflösung des RED - Anleitung TEP 5.4.41

Bestimmen Sie die Energieauflösung $\Delta E_{FWHM} / E_0$ (Halbwertsbreite und Schwerpunkt einer Intensitätsverteilung) des RED in Abhängigkeit der Übergangsenergie E_0 (aus den Daten von 4.1 b).

Messen Sie ohne Blende die K_α -Linie der Zn-Standardprobe, Wolfram-Röhre (35 kV), $V = 4$ für verschiedene Emissionsströme 0.01, 0.05, 0.1, 0.2, 0.5, 1 mA.

Messen Sie jeweils ca. 30.000 Impulse und notieren Sie Messdauer und Anzahl der Impulse. Bestimmen Sie Schwerpunkt und Halbwertsbreite der Intensitätsverteilung (Anpassung mit den Kurvenparametern a, b und c , skalierte Normalverteilung). Tragen Sie beide Werte gegen die Rate $\#/s$ auf.

4.3 Qualitative Röntgenfluoreszenzanalyse, Moseley-Konstante – Anleitung TEP 5.4.45

Messen Sie die Standardproben, Wolfram-Röhre (35 kV, 0.4 mA), Blende Durchmesser 2 mm, $\theta = 45^\circ$, $2\theta = 90^\circ$, $V=2$ jeweils ca. 5000 Impulse.

Ermitteln Sie jeweils Schwerpunkt und Halbwertsbreite (HWB) der K_α -Linie. Tragen Sie HWB (E) und den Linienschwerpunkt geeignet gegen die Ordnungszahl Z auf. Bestimmen Sie die Rydberg-Konstante und die Abschirmkonstanten σ aus dem Moseley-Gesetz.

4.4 Bestimmung der Schichtdicke dünner Folien – Anleitung TEP 5.4.52

Messen Sie die Fe-Standardprobe abgedeckt mit 0, 2, 4, 6, 12 Schichten Al-Folie. Wolfram-Röhre (35 kV, 0.4 mA), Blende Durchmesser 2 mm, $\theta = 45^\circ$, $2\theta = 90^\circ$, $V = 4$, Messdauer 300 s.

Tragen Sie die Intensität des Fe-Signals gegen die Anzahl der Folien auf und bestimmen Sie mit Hilfe des Absorptionsgesetzes die Dicke der Folie.

4.5 Quantitative Röntgenfluoreszenzanalyse an Legierungen – Anleitung TEP 5.4.50

Messen Sie 4 Legierungsproben: 1x Lötzinn (Probe A, B oder C), Konstantan (Probe D), Hartmetallfräser zur Metallbearbeitung (Probe E), eine eigene Probe Ihrer Wahl (Ring, Münze, Armreif, Armbanduhr, o. ä). Wolfram-Röhre (35 kV), Blende Durchmesser 2 mm, $\theta = 45^\circ$, $2\theta = 90^\circ$, $V = 2$, Strom für 50 – 150 $\#/s$, Messdauer ca. 600 s.

Passen Sie die gemessenen Intensitätsverteilungen mit einer skalierten Normalverteilung an und notieren Sie die Kurvenparameter a , b , c . Bestimmen Sie aus den Intensitätsverhältnissen die Zusammensetzung der Legierungen.

5. Versuchsende

- Stellen Sie Hochspannung und Emissionsstrom der Röntgenröhre auf niedrige Werte zurück (20 kV; 0.01 mA).
- Entfernen Sie die Proben aus dem Halter.
- Schließen Sie das Strahlenschutz-Gehäuse und schalten Sie die Geräte aus.

Aufgaben

1. Registrieren Sie die Spektren der von den Metallproben erzeugten Fluoreszenzstrahlungen.
2. Bestimmen Sie die Kanalzahlen der Intensitätsmaxima der charakteristischen Linien der entsprechenden Fluoreszenzstrahlungen.
3. Stellen Sie für zwei verschiedene Verstärkungsfaktoren des Vielkanalanalysators die vorgegebenen Linienenergien als Funktion der Kanalzahlen grafisch dar.

Versuchsaufbau

- Adapterring auf den Eintrittstubus des Energiedetektors schrauben.
- Signal- und Versorgungskabel mit den Winkelsteckern an die entsprechenden Buchsen des Detektors anschließen.
- Signal- und Versorgungskabel an die entsprechenden Anschlüsse im Experimentierraum anschließen. In Abb. 2 ist der Anschluss für das Signalkabel rot gekennzeichnet, der für das Versorgungskabel grün. Entsprechend außen die X-RED Anschlüsse des Röntgengeräts (Siehe Abb. 3) mit dem Vielkanalanalysators (VKA) verbinden. Verbinden Sie das Signalkabel mit der Buchse „Input“ und das Versorgungskabel mit der Buchse „X-Ray Energy Det.“ des VKA verbinden.
- Energiedetektor in der Halterung des Schwenkarmes des Goniometers befestigen (Abb. 4). Beide Kabel sind mit ausreichender Länge so zu führen, dass eine ungehemmte Drehung des Goniometers über den gesamten Schwenkbereich gewährleistet ist.
- Verbindung zwischen VKA und Rechner mit Hilfe des USB-Kabels herstellen.

Durchführung

Kalibrierung des VKA

- (wenn nicht auf eine bereits vorliegende Kalibrierung zurückgegriffen werden kann).
- Goniometerblock und Detektor werden jeweils in ihre rechten Endpositionen gebracht,
- Blendentubus mit 1-mm-Lochdurchmesser in den Austrittstubus der Röntgenröhre einsetzen,
- bei eingeschaltetem Röntgengerät den Detektor in die 0°-Stellung bringen. Zur Reduzierung der Gesamtrate den Detektor anschließend um einige 0,1° aus der Nulllage drehen.
- Betriebsdaten der Wolframröntgenröhre: Ano-

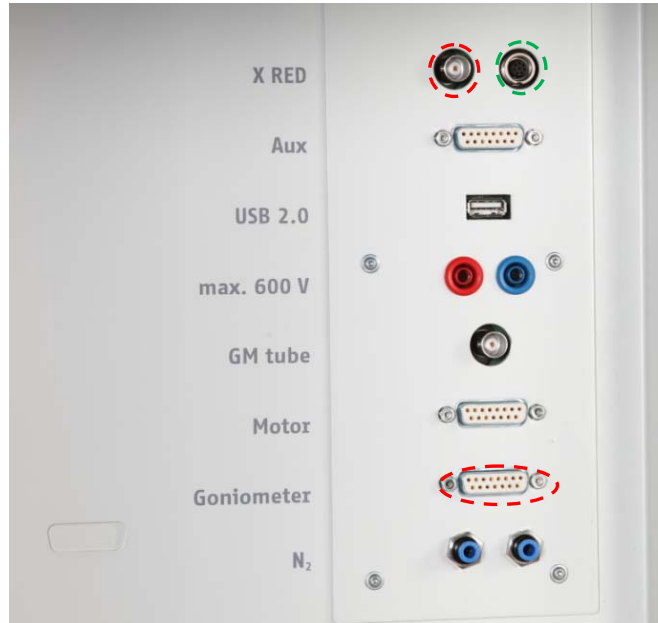


Abb. 2: Anschlüsse im Experimentierraum



Abb. 3: Anschluss des VKA

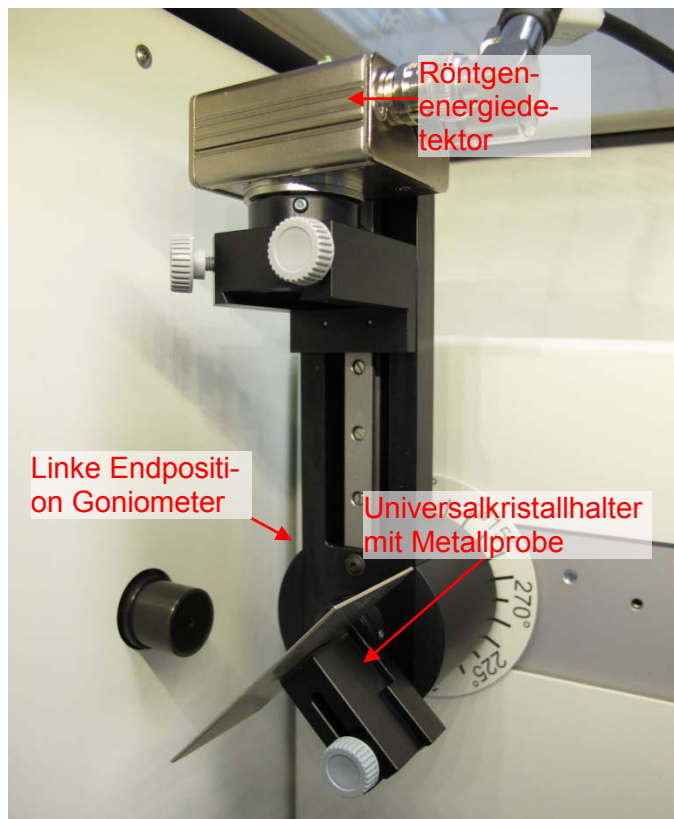


Abb. 4: Versuchsaufbau am Goniometer

den Spannung $U_A = 25 \text{ kV}$ und Anodenstrom $I_A = 0,02 \text{ mA}$ wählen und die Röntgenstrahlung aktivieren.

- Im MEASURE-Programm unter „Messgerät“ VKA auswählen. Dann „Einstellungen und Kalibrieren“ wählen. Nach Anklicken der Schaltfläche „Kalibrieren“ kann nun ein Spektrum gemessen werden. Die Zählrate sollte dabei $< 300 \text{ Imp./s}$ betragen (evtl Zählrohr weiter aus dem Strahl bewegen). Einstellungen zur Energiekalibrierung: – 2-Punkt Kalibrierung, – Einheit = keV, Verstärkungsfaktor = 4, – der Offset ist so zu wählen, dass niederenergetische Rauschsignale unterdrückt werden (in der Regel genügt ein Offset von einigen %) – siehe Abb. 5.
- Messdauer 5 Minuten, dazu Timer des Röntgenerätes benutzen,
- Die zwei farbigen Kalibrierlinien werden jeweils mit den Linienmitten der beiden intensivsten charakteristischen Röntgenlinien zur Deckung gebracht. Die zugehörigen Energiewerte (Zuordnung der Linien: siehe z. B. P2544701) $E(L_3M_5/L_3M_4) = 8,39 \text{ keV}$ und $E(L_2N_4) = 9,69 \text{ keV}$ werden farbenrichtig in die zugehörigen Felder eingetragen. (Da die L_3M_5/L_3M_4 -Linien nicht zu trennen sind, wird ein Mittelwert der beiden Energien genommen)
- Die Kalibrierung bezeichnen und speichern.

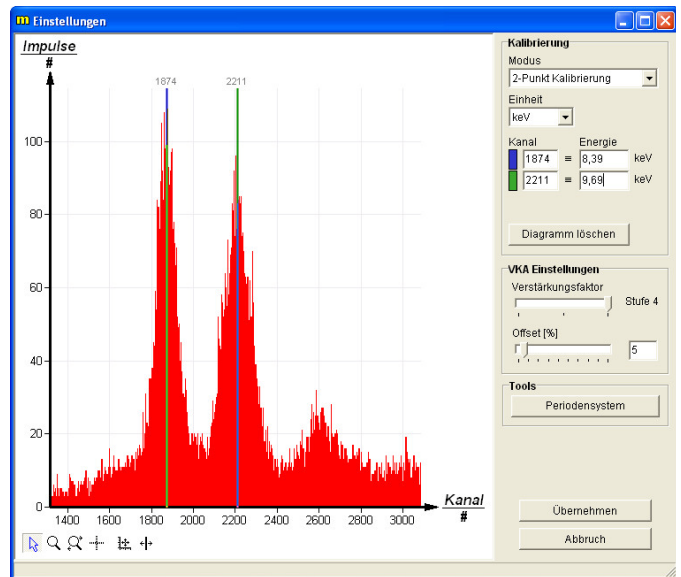


Abb. 5: Kalibrierung des VKA

Hinweis

Eine Zinn-Probe lässt sich leicht aus handelsüblichem Elektronik-Lötzinn herstellen, indem man mit Hilfe eines Feuerzeuges oder eines Lötkolbens vom Zinnfaden eine kleine Kugel abschmilzt und sie dann auf den Boden fallen lässt. Der so erzeugte kleine „Pfannkuchen“ dient dann als Probe. Fluoreszenzlinien der Legierungskomponenten des Lötzinns werden bei der Auswertung nicht berücksichtigt.

Theorie

Die Energieanalyse von Röntgenstrahlen mit Hilfe von Halbleiterdetektoren sei am Beispiel eines Si-pin-Detektors (p -Kontakt - intrinsisch = eigenleitend - n -Kontakt) kurz skizziert. Einfallende Röntgenquanten mit hinreichender Energie erzeugen im Si-Kristall durch Photoeffekt freie Elektronen, deren kinetische Energie mit der Energie der Röntgenquanten korreliert ist. Die Elektronen erzeugen neben Photonenanregung auf ihrem Wege in der Sperrschicht des Halbleiters Elektron-Loch-Paare, deren Anzahl wieder ein Maß für die Energie des einfallenden Quants ist. Löcher und Elektronen werden durch eine von außen angelegte Spannung abgesaugt und erzeugen so einen Ladungsimpuls. Die Höhe des Ladungsimpulses ist wiederum ein Maß für die Energie des einfallenden Röntgenquants.

Das so entstandene Impulshöhenspektrum wird anschließend durch einen Vielkanalanalysator (VKA) analysiert, indem verschiedene Impulshöhen be-

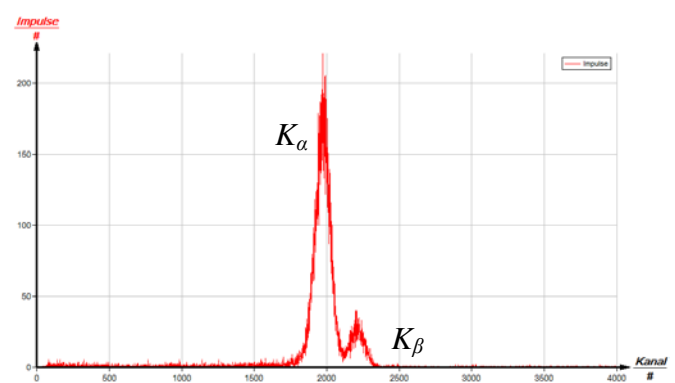


Abb. 6a: Fluoreszenzspektrum von Zink, Verstärkerstufe 2

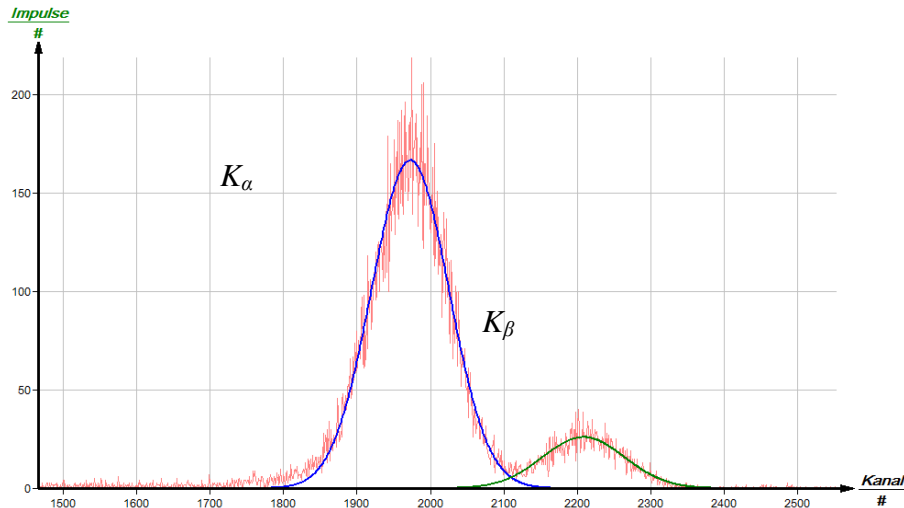


Abb. 6b: Fluoreszenzlinien von Zink mit gefitteter Normalverteilung

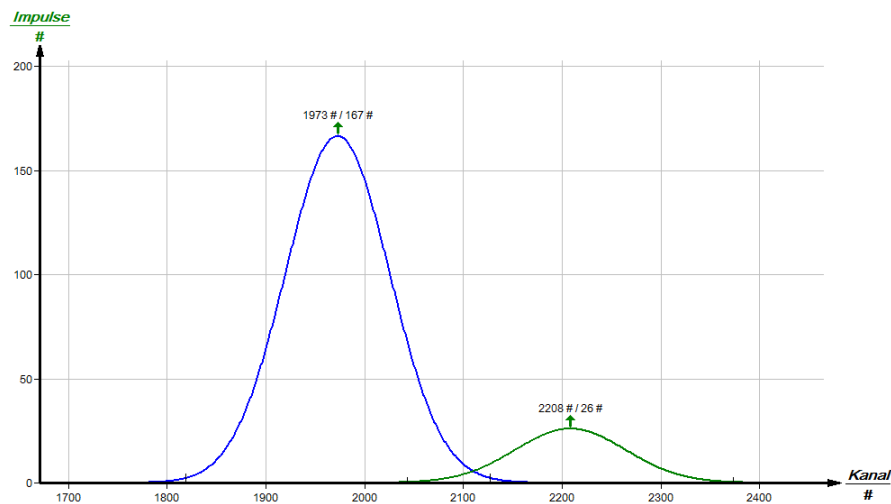


Abb. 6c: Normalverteilungen der Zinkfluoreszenzlinien zur Bestimmung ihrer Kanallage (original Messkurve au geblendet).

stimmten Kanälen zugeordnet werden. Impulse gleicher Spannungshöhe werden dann im gleichen Kanal aufsummiert.



Im letzten Schritt muss der Impulshöhe (= Kanalzahl) ein Energiewert zugeordnet werden.

Diese Energiekalibrierung kann – wie hier – mit Hilfe der charakteristischen Linien bekannter Energien von Röntgenfluoreszenzstrahlung erfolgen.

Auswertung

Auswertung der Messkurven

- Zur Bestimmung der Linienlage geht man von der Balken zur Kurvendarstellung über. Dazu „Darstellungsoptionen“, anschließend „Interpolation und Geraden“ anklicken. In Abb. 6a ist das Ergebnis exemplarisch am Spektrum der Zinkprobe dargestellt.
- Dehnung des betreffenden Linienbereichs mit Hilfe der „Zoomfunktion“.
- Anschließend Kurvenbereiche nacheinander „markieren“, Fenster „Kurvenfitting“ öffnen und „skalierte Normalverteilung“ aussuchen und übernehmen (siehe Abb. 6b),

- Originalmesskurve ausblenden und die Bereiche der Normalverteilungen wieder markieren. Linienschwerpunkte der Normalverteilungen mit „Extrema anzeigen“  aufsuchen (s. Abb. 6c), oder mit Funktion „Vermessen“  bestimmen.

Aufgabe 1: Registrieren Sie die Spektren der von den Metallproben erzeugten Fluoreszenzstrahlungen. Stellvertretend für Messungen mit einer Verstärkungsstufe 2 des VKA, ist in Abb. 7 das Fluoreszenzspektrum einer Kupferprobe dargestellt.

Aufgabe 2: Bestimmen Sie die Kanalzahlen der Intensitätsmaxima der charakteristischen Linien der entsprechenden Fluoreszenzstrahlungen.

In der nachfolgenden Tabelle sind die Ergebnisse der verschiedenen Spektren für zwei verschiedene Verstärkungsstufen des Analysators eingetragen. Die angegebenen Werte für die K_{α} -Linien sind gemittelte Energiewerte aus den $K_{\alpha 1}$ - und $K_{\alpha 2}$ -Linien.

Da das Röntgengerät nur eine Strahlung mit einer Maximalenergie von 35 keV liefert, sind Analysen mit einer Verstärkungsstufe 1 des VKA hier nicht sinnvoll.

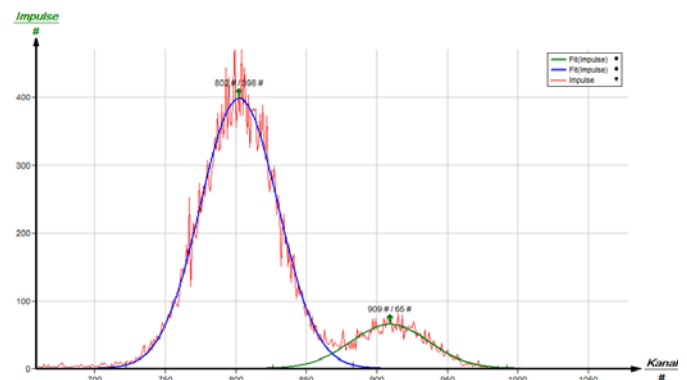


Abb. 7: Fluoreszenzspektrum von Kupfer, Verstärkerstufe 4

Tabelle: Zusammenhang zwischen Energie* und Kanalzahl

A	B	C	D	E
Element	Linie	E / keV	Verst.-Stufe 2 Kanal-Nr.	Verst.-Stufe 4 Kanal-Nr.
Fe	K_{α}	6,40	596	1402
Fe	$K_{\beta 1}$	7,06	680	1564
Ni	K_{α}	7,47	731	1671
Cu	K_{α}	8,04	802	1813
Ni	$K_{\beta 1}$	8,26	828	1857
Zn	K_{α}	8,63	877	1973
Cu	$K_{\beta 1}$	8,90	909	2027
Zn	K_{β}	9,57	995	2208
Ag	K_{α}	22,08	2595	
Ag	$K_{\beta 1}$	24,94	2958	

(* Energiewerte aus Handbook of Chemistry and Physics, CRC-Press,USA)

Aufgabe 3: Stellen Sie für zwei verschiedene Verstärkungsfaktoren des Vielkanalanalysators die vorgegebenen Linienenergien als Funktion der Kanalzahlen grafisch dar.

Die Tabellenwerte der Energie der Fluoreszenzlinien sind in den Abb. 8 (Verst.-Stufe 4) und Abb. 9 (Verst.-Stufe 2) als Funktion der experimentell bestimmten zugehörigen Kanalzahlen aufgetragen. Die eingezeichneten Ausgleichsgraden in ihrer mathematischen Form helfen dann, die Energie einer unbekannten Strahlung aus der zugehörigen Kanalzahl genau zu bestimmen. Beispielsweise hat eine Linie mit der Kanalzahl x nach Abb. 8 dann eine Energie von $E = (0,00434 x + 0,674)$ keV.

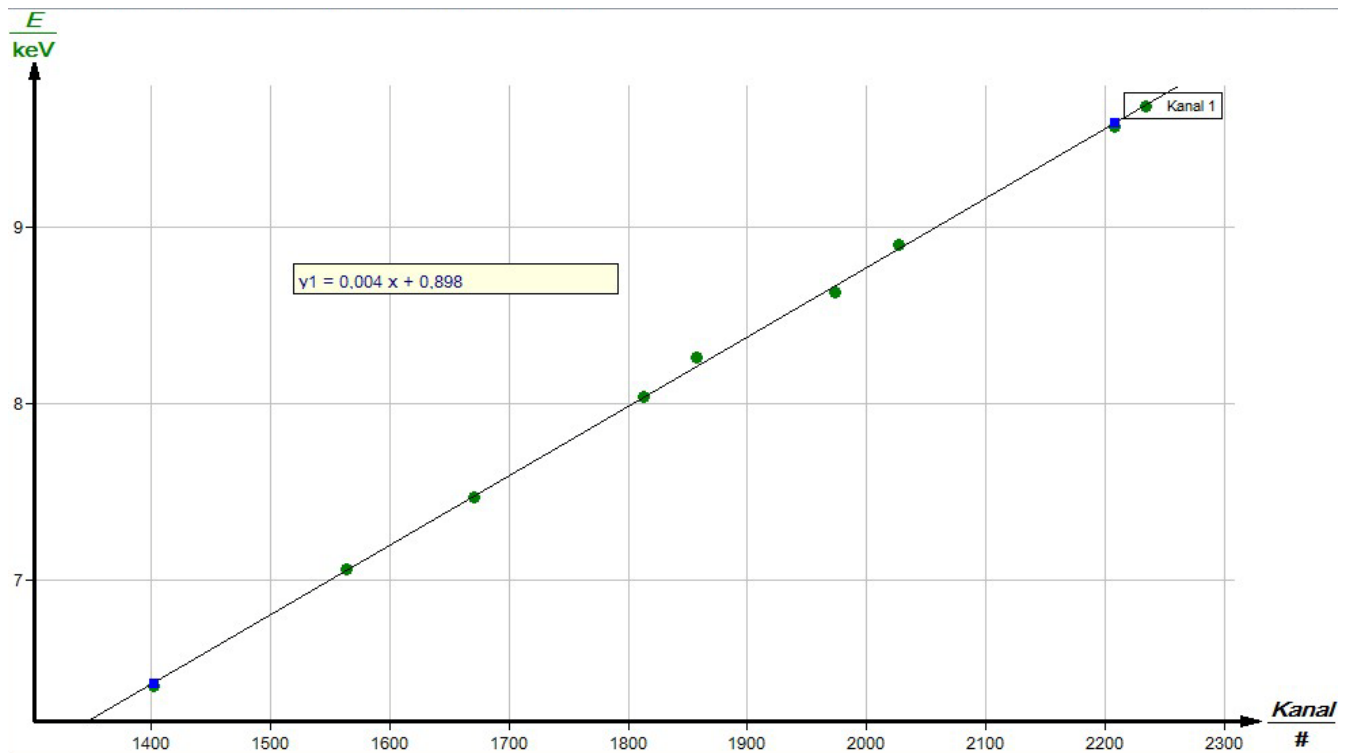


Abb. 8: Kalibrierungsgerade für eine Verstärkungsstufe 4 des VKA

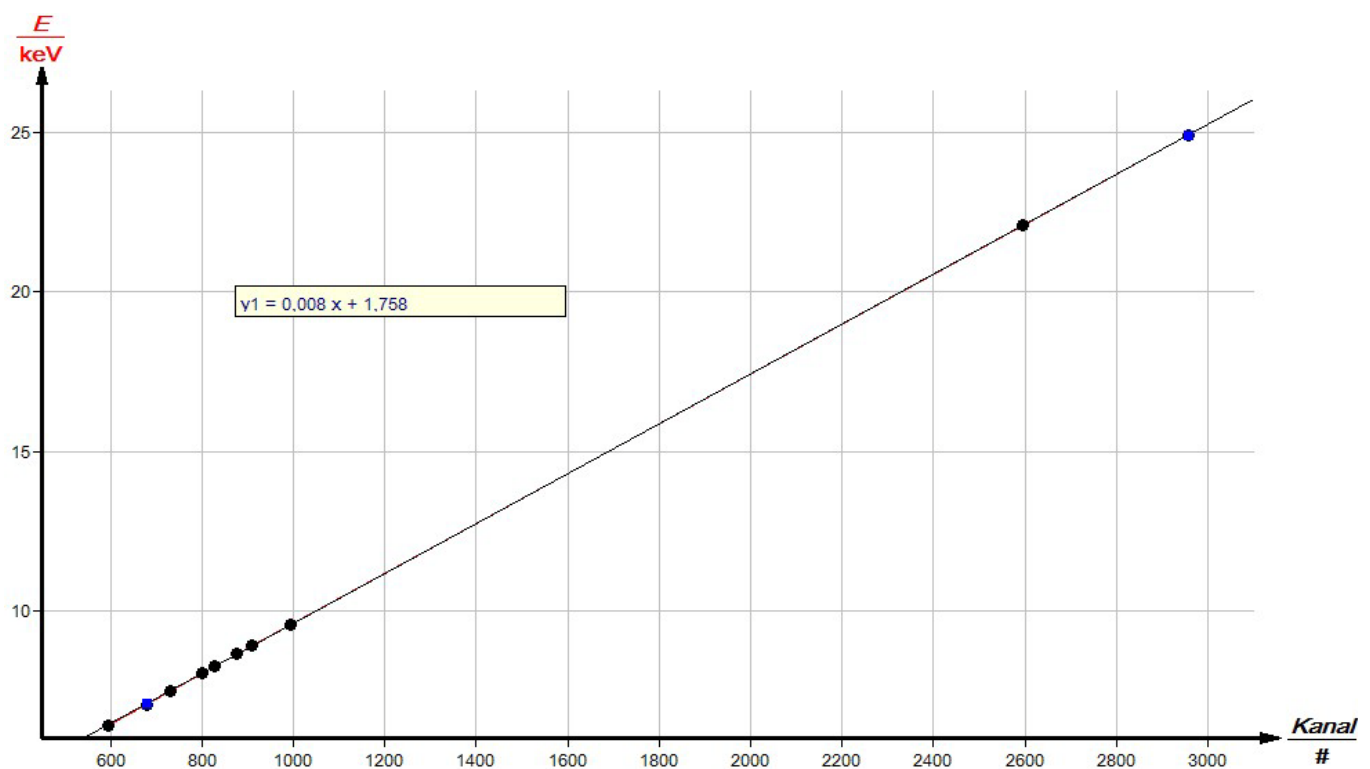


Abb. 9: Kalibrierungsgerade für eine Verstärkungsstufe 2 des VKA.

Aufgaben

1. Führen sie mit Hilfe der charakteristischen Strahlung der Molybdän-Röntgenröhre eine Kalibrierung des Halbleiterenergiedetektors durch.
2. Bestimmen Sie die Energien und die Halbwertsbreiten der charakteristischen $K\alpha$ -Röntgenlinien der Metalle und tragen Sie sie gegeneinander grafisch auf.
3. Bestimmen Sie die Abhängigkeit der Halbwertsbreiten als Funktion der Zählrate am Beispiel der $K\alpha$ -Röntgenlinie von Zink und stellen Sie sie grafisch dar.
4. Bestimmen Sie die Verschiebung des Linienschwerpunktes ebenfalls als Funktion der Zählrate, wieder am Beispiel der $K\alpha$ -Linie von Zink, und stellen Sie sie grafisch dar.

Versuchsaufbau

- Adapterring auf den Eintrittstubus des Energiedetektors schrauben.
- Signal- und Versorgungskabel mit den Winkelsteckern an die entsprechenden Buchsen des Detektors anschließen.
- Signal- und Versorgungskabel an die entsprechenden Anschlüsse im Experimentierraum anschließen. In Abb. 2 ist der Anschluss für das Signalkabel rot gekennzeichnet, der für das Versorgungskabel grün. Entsprechend außen die X-RED Anschlüsse des Röntgengeräts (Siehe Abb. 3) mit dem Vielkanalanalysators (VKA) verbinden. Verbinden Sie das Signalkabel mit der Buchse „Input“ und das Versorgungskabel mit der Buchse „X-Ray Energy Det.“ des VKA verbinden.
- Energiedetektor in der Halterung des Schwenkarmes des Goniometers befestigen (Abb. 4). Beide Kabel sind mit ausreichender Länge so zu führen, dass eine ungehemmte Drehung des Goniometers über den gesamten Schwenkbereich gewährleistet ist.
- Verbindung zwischen VKA und Rechner mit Hilfe des USB-Kabels herstellen.

Durchführung

Kalibrierung des VKA

- (wenn nicht auf eine bereits vorliegende Kalibrierung zurückgegriffen werden kann).
- Goniometerblock und Detektor werden jeweils in ihre rechten Endpositionen gebracht,
- Blendentubus mit 1-mm-Lochdurchmesser in den Austrittstubus der Röntgenröhre einsetzen,

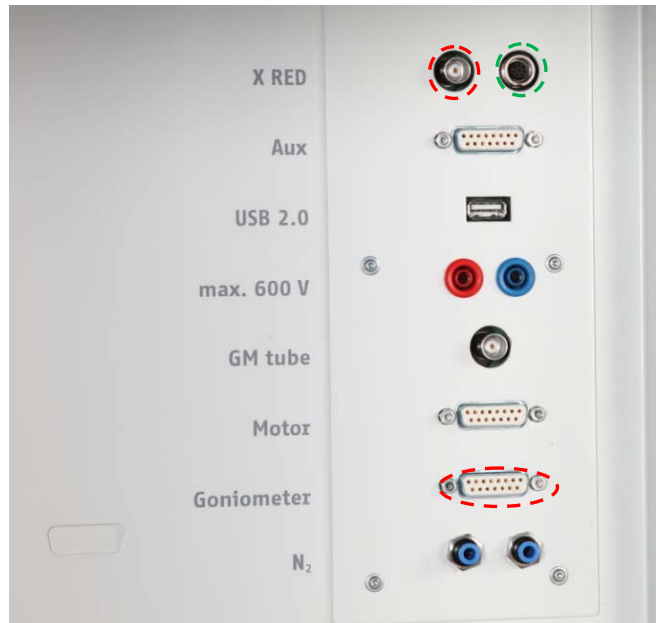


Abb. 2: Anschlüsse im Experimentierraum



Abb. 3: Anschluss des VKA

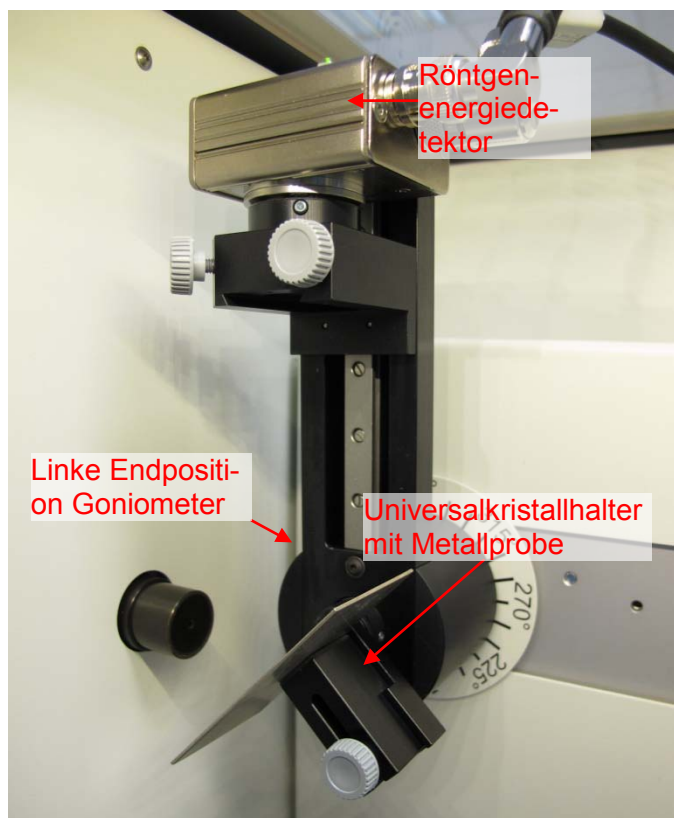


Abb. 4: Versuchsaufbau am Goniometer

- bei eingeschaltetem Röntgengerät den Detektor in die 0° -Stellung bringen. Zur Reduzierung der Gesamtrate den Detektor anschließend um einige $0,1^\circ$ aus der Nulllage drehen.
- Betriebsdaten der Wolframröntgenröhre: Anodenspannung $U_A = 25$ kV und Anodenstrom $I_A = 0,02$ mA wählen und die Röntgenstrahlung aktivieren.
- Im MEASURE-Programm unter „Messgerät“ VKA auswählen. Dann „Einstellungen und Kalibrieren“ wählen. Nach Anklicken der Schaltfläche „Kalibrieren“ kann nun ein Spektrum gemessen werden. Die Zählrate sollte dabei < 300 Imp./s betragen (evtl Zählrohr weiter aus dem Strahl bewegen). Einstellungen zur Energiekalibrierung: – 2-Punkt Kalibrierung, – Einheit = keV, Verstärkungsfaktor = 4, – der Offset ist so zu wählen, dass niederenergetische Rauschsignale unterdrückt werden (in der Regel genügt ein Offset von einigen %) – siehe Abb. 5.
- Messdauer 5 Minuten, dazu Timer des Röntgengerätes benutzen,
- Die zwei farbigen Kalibrierlinien werden jeweils mit den Linienmitten der beiden intensivsten charakteristischen Röntgenlinien zur Deckung gebracht. Die zugehörigen Energiewerte (Zuordnung der Linien: siehe z. B. P2544701) $E(L_3M_5/L_3M_4) = 8,41$ keV und $E(L_2N_4) = 9,69$ keV werden farbenrichtig in die zugehörigen Felder eingetragen. (Da die L_3M_5/L_3M_4 -Linien nicht zu trennen sind, wird ein Mittelwert der beiden Energien genommen)
- Die Kalibrierung bezeichnen und speichern.

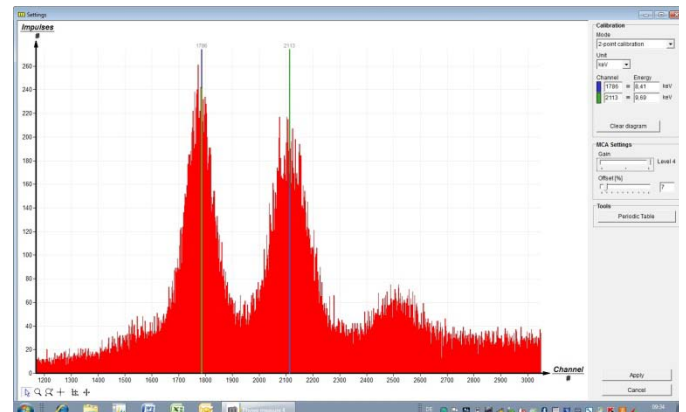


Abb. 5: Kalibrierung des VKA

Spektrenaufnahme

- Goniometerblock und Detektor jeweils in ihre linken Endpositionen bringen, im 2:1-Koppelmodus den Detektor auf 90° drehen,
- Universal-Kristallhalter mit einer Metallprobe einsetzen (Probe steht bei 45°)
- Betriebsdaten der Molybdänröntgenröhre: Anodenspannung $U_a = 35$ kV

1. Zu den Aufgaben 1 und 2 : Messung der Halbwertsbreiten in Abhängigkeit von der Energie

Es werden nur die entsprechenden K_α -Linien ausgewertet.





- Blendentubus mit 2-mm Lochdurchmesser einsetzen,
- Anodenstrom jeweils so einstellen, dass die Zählrate ca. 100 Imp./s beträgt.
- Verstärkungsfaktor 4 wählen (für die Messungen an den Silber- und Zinnproben auf Verstärkungsfaktor 2 wechseln)
- Messdauer jeweils 5 Minuten (Timer des Röntgengerätes benutzen).

2. Zu den Aufgaben 4 und 5: Messung der Halbwertsbreite und Bestimmung der Verschiebung des Linienschwerpunktes als Funktion der Zählrate

Es wird hier nur an der Zinkprobe gemessen und deren K_α -Linie ausgewertet.

- Blendentubus mit 5-mm-Lochdurchmesser einsetzen,
 - o Verstärkungsfaktor 4 wählen
 - o erforderliche Zählrate über Anodenstrom einstellen,
 - o Messdauer je nach Zählrate zwischen 1 und 5 Minuten

Auswertung der Messkurven

- Zur Bestimmung der Linienenergie geht man von der Balken- zur Kurvendarstellung über. Dazu „Darstellungsoptionen“, anschließend „Interpolation und Geraden“ anklicken,
- Dehnung des betreffenden Linienbereichs mit Hilfe der „Zoomfunktion“ 
- Anschließend Kurvenbereich markieren, „+“ Fenster „Kurvenfitting“  öffnen und „skalierte Normalverteilung“ aussuchen und übernehmen (exemplarisch am Fe-Spektrum der Abb. 6a-6b dargestellt),
- Linienschwerpunkt der Normalverteilung mit „Extrema anzeigen“  aufsuchen oder mit Funktion „Vermessen“  bestimmen (s. Abb. 6c).
- Hinweis
- Eine Zinn-Probe lässt sich leicht aus handelsüblichem Elektronik-Lötzinn herstellen, indem man mit Hilfe eines Feuerzeuges oder eines Lötkolbens vom Zinnfaden eine kleine Kugel abschmilzt und sie dann auf den Boden fallen lässt. Der so erzeugte kleine „Pfannkuchen“ dient dann als Probe. Fluoreszenzlinien der Legierungskomponenten des Lötzinns werden bei der Auswertung nicht berücksichtigt.

Theorie und Auswertung

Aufgrund der Heisenbergschen Unschärferelation sind die Energieniveaus der Terme eines Atom nicht scharf. Sie haben vielmehr eine endliche, aber geringe Breite, so dass die natürliche Breite einer Röntgenlinie von der Summe der natürlichen Breiten der am Übergang beteiligten Energieniveaus abhängt. Die mit Hilfe von Energieanalysatoren gemessenen Linienbreiten, z.B. von charakteristischen Röntgenlinien, sind allerdings um Größenordnungen größer als die natürlichen Breiten der Linien.

Die Energieauflösung eines Detektors ist umso besser, je besser zwei eng benachbarte Linien noch voneinander getrennt darstellen werden können. Haben zwei engbenachbarte Linien A und B jeweils die Halbwertsbreiten (Breite der Linie auf halber Höhe, FWHM = Full Width Half Maximum) ΔA und ΔB und haben ihre Linienschwerpunkte den Abstand W (s. Abb. 7), so lassen sich beide Linien noch getrennt darstellen, wenn W ungefähr $\geq \Delta A + \Delta B$ ist.

Wird eine Röntgenlinie der Energie E_0 mit Hilfe eines Energiedetektors ausgemessen, so bezeichnet man dessen Auflösungsvermögen mit $E_0/\Delta E_{FWHM}$. Den Kehrwert des Quotienten nennt man Auflösung.

Die Energieanalyse von Röntgenstrahlen mit Hilfe von Halbleiterdetektoren sei am Beispiel eines Si-pin-Detektors (p -Kontakt - intrinsisch = eigenleitend - n -Kontakt) kurz skizziert. Einfallende Röntgenquanten mit hinreichender Energie erzeugen im Si-Kristall durch Fotoeffekt freie Elektronen, deren kinetische Energie mit der Energie der Röntgenquanten korreliert ist. Die Elektronen erzeugen neben Phononenanregung auf ihrem Wege in der Sperrschicht des Halbleiters Elektron-Loch-Paare, deren Anzahl wieder ein Maß für die Energie des einfallenden Quants ist. Löcher und Elektronen werden durch eine von außen angelegte Spannung abgesaugt und erzeugen so einen Ladungsimpuls, dessen Höhe wiederum ein Maß für die Energie des einfallenden Röntgenquants ist. Die Analyse des so erzeugten Impulshöhenspektrums geschieht mit Hilfe eines nachgeschalteten Vielkanalanalysators.

Die Verbreiterung der natürlichen Röntgenlinie durch den Detektor hat viele Ursachen (z.B. ineleastische Streuung des einfallenden Teilchens/Quants im Festkörper, bevor es zum Fotoeffekt kommt). Hinzu kommen Unzulänglichkeiten des nachgeschalteten Vielkanalanalysators, wie z.B. das Rauschen, das die Impulshöhenverteilung beeinflusst.

Somit müssen sich die hier erzielten experimentellen Ergebnisse auf das Gesamtsystem Detektor und VKA beziehen. Werden Röntgenlinien mit Hilfe eines Halbleiterdetektors analysiert, so ist deren Halbwertsbreite (ΔE_{FWHM}) von ihrer Energie E_0 abhängig.

$$\text{Es gilt (s. Anhang): } \frac{\Delta E_{FWHM}}{E_0} = 2,35 \sqrt{\frac{E_1}{E_0}} \quad (1)$$

(E_1 = Energie zur Erzeugung eines Elektron-Loch-Paares) Aus (1) folgt, dass

$$\Delta E_{FWHM} \propto \sqrt{E_0} \text{ bzw. } (\Delta E_{FWHM})^2 \propto E_0$$

ist.

Aufgabe 2: Bestimmen Sie die Energien und die Halbwertsbreiten der charakteristischen K_α -Röntgenlinien der Metalle und tragen Sie sie gegeneinander grafisch auf.

Abb. 6a zeigt stellvertretend für alle übrigen Spektren das Fluoreszenzspektrum von Eisen.

In Abb. 6b sind die beiden charakteristischen K_α - und K_β -Linien des Eisenspektrums gezoomt und mit einer gefitteten, skalierten Normalverteilung dargestellt.

Zur Bestimmung der Halbwertsbreite der K_α -Linien veranschaulicht die Abb. 6c das benutzte Verfahren.

In der Tabelle 1 sind für die benutzten Elemente die experimentell ermittelten Linienenergien $E(K_\alpha)$ (Spalte B) und die zugehörigen Halbwertsbreiten ΔE_{FWHM} (Spalte C) enthalten.

Tabelle 1: Halbwertsbreite ΔE_{FWHM} als Funktion der Linienenergie $E(K_\alpha)$

A	B	C
Element	$E(K_\alpha)$ / keV	ΔE_{FWHM} / keV
Fe	6,39	0,360
Ni	7,46	0,369
Cu	8,03	0,371
Zn	8,62	0,377
Zr	15,78	0,420
Mo	17,50	0,429
Ag	22,17	0,512
Sn	25,30	0,552

Abb. 8 zeigt den zugehörigen Funktionsverlauf. Eine nach (2) zu erwartende quadratische Abhängigkeit der Halbwertsbreite von der Energie kann hier vermutlich aufgrund des zur Verfügung stehenden schmalbandigen Energieintervalls (ca. 6 keV – ca. 24 keV) nicht eindeutig gezeigt werden. Die zusätzlich eingezeichneten Regressionsgeraden zeigen jedoch, dass für kleine Energieintervalle näherungsweise eine lineare Abhängigkeit angenommen werden kann.

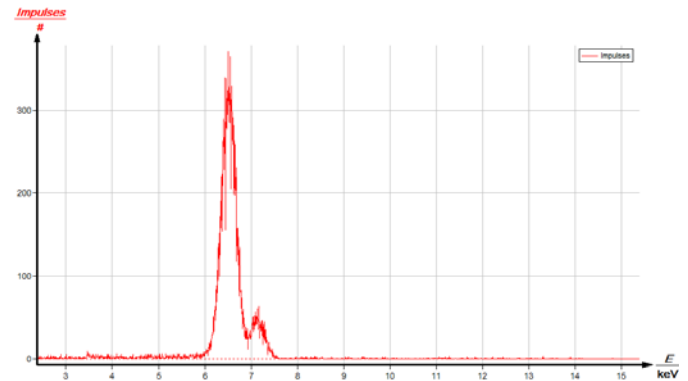


Abb. 6a: Fluoreszenzspektrum von Eisen

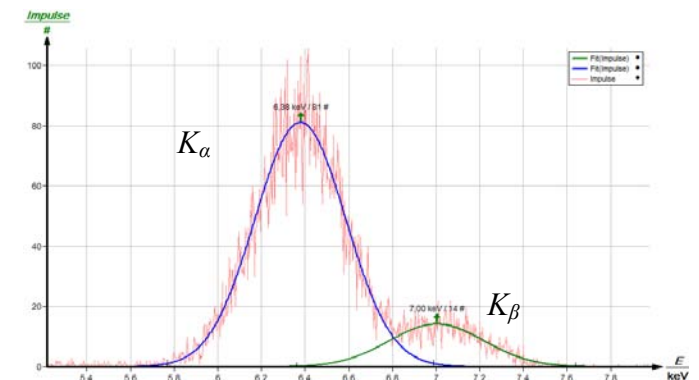


Abb. 6b: K_α - und K_β -Fluoreszenzlinien von Eisen mit gefitteter Normalverteilung

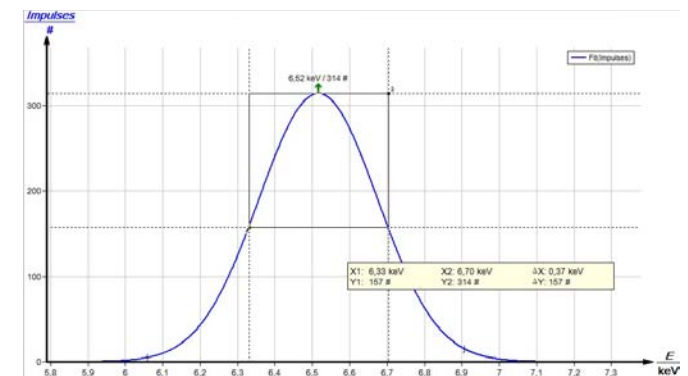


Abb. 6c: Normalverteilungen der Eisen- K_α -Linie zur Bestimmung von Linienenergie und Halbwertsbreite (original Messkurve ausgeblendet).

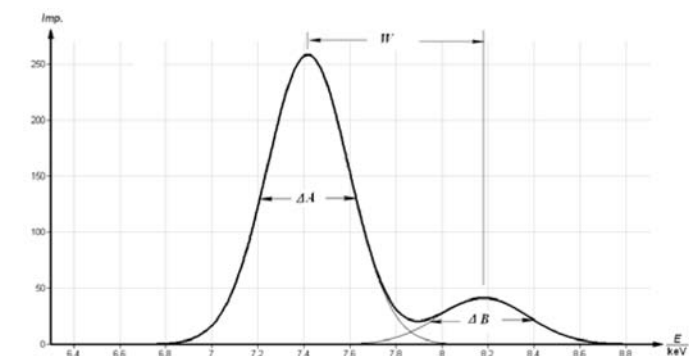


Abb. 7: Schematische Darstellung zur Trennung von zwei eng benachbarten Linien

Aufgabe 3: Bestimmen Sie die Abhängigkeit der Halbwertsbreiten als Funktion der Zählrate am Beispiel der $K\alpha$ -Röntgenlinie von Zink und stellen Sie sie grafisch dar.

Die Abhängigkeit der Halbwertsbreite und des Schwerpunktes einer Fluoreszenzlinie von der Zählrate kann an der $K\alpha$ -Linie von Zink exemplarisch gut bestimmt werden, da hier bereits die beiden charakteristischen $K\alpha$ - und $K\beta$ -Linien gut voneinander getrennt sind (s. Abb. 9a und 9b).

In Abb. 10 ist die Abhängigkeit der Halbwertsbreite ΔE_{FWHM} der Zink- $K\alpha$ -Linie als Funktion der Zählrate dargestellt. Es zeigt sich, dass die Halbwertsbreite einer Linie mit steigender Zählrate exponentiell anwächst. Nur in einem kleinen Bereich mit Zählraten ungefähr < 150 Imp./s sind kleine und nahezu konstante Halbwertsbreiten zu erzielen.

Aufgabe 4: Bestimmen Sie die Verschiebung des Linienschwerpunktes ebenfalls als Funktion der Zählrate, wieder am Beispiel der $K\alpha$ -Linie von Zink, und stellen Sie sie grafisch dar.

Mit steigender Zählrate verschiebt sich auch die Lage des Schwerpunktes einer Linie hin zu kleineren Energiewerten, geringfügig aber deutlich messbar (s. Abb. 11).

Die in den Abb. 10 und 11 dargestellten Ergebnisse zeigen, dass man nur bei geringen Zählraten eine gute Auflösung einer Linie erzielen und ihre Energie hinreichend genau bestimmen kann.

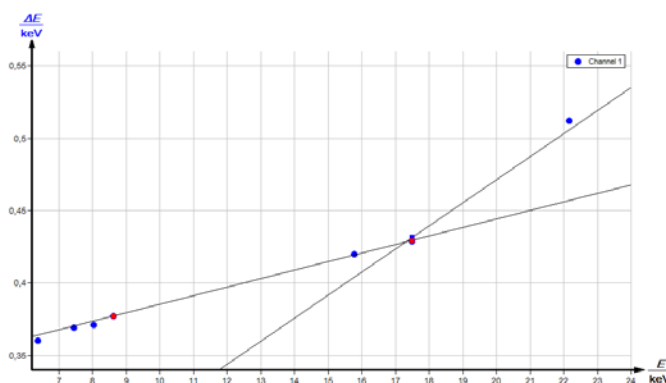


Abb. 8: Verlauf von $\Delta E_{FWHM} = f(E)$

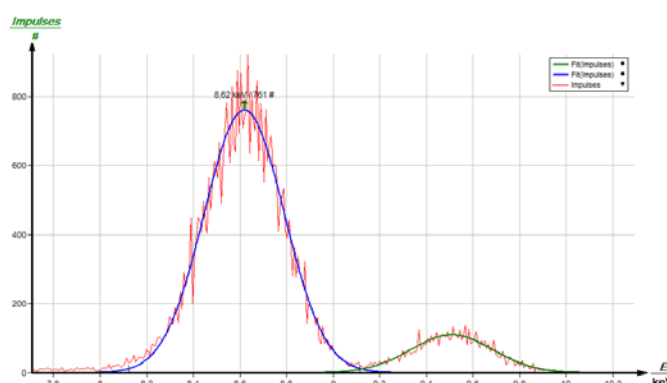


Abb. 9a: Fluoreszenzlinien (links: $K\alpha$, rechts $K\beta$) von Zink mit gefitteter Normalverteilung

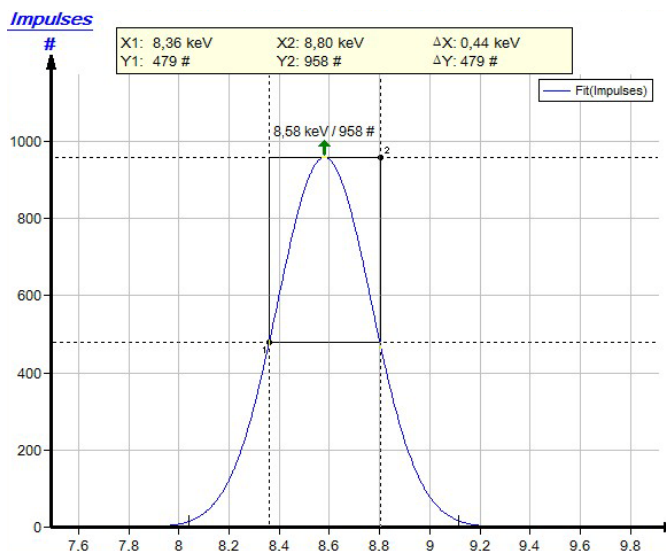


Abb. 9b: Normalverteilungen der Zink- $K\alpha$ -Linie zur Bestimmung von Linienenergie und Halbwertsbreite (original Messkurve ausgeblendet).

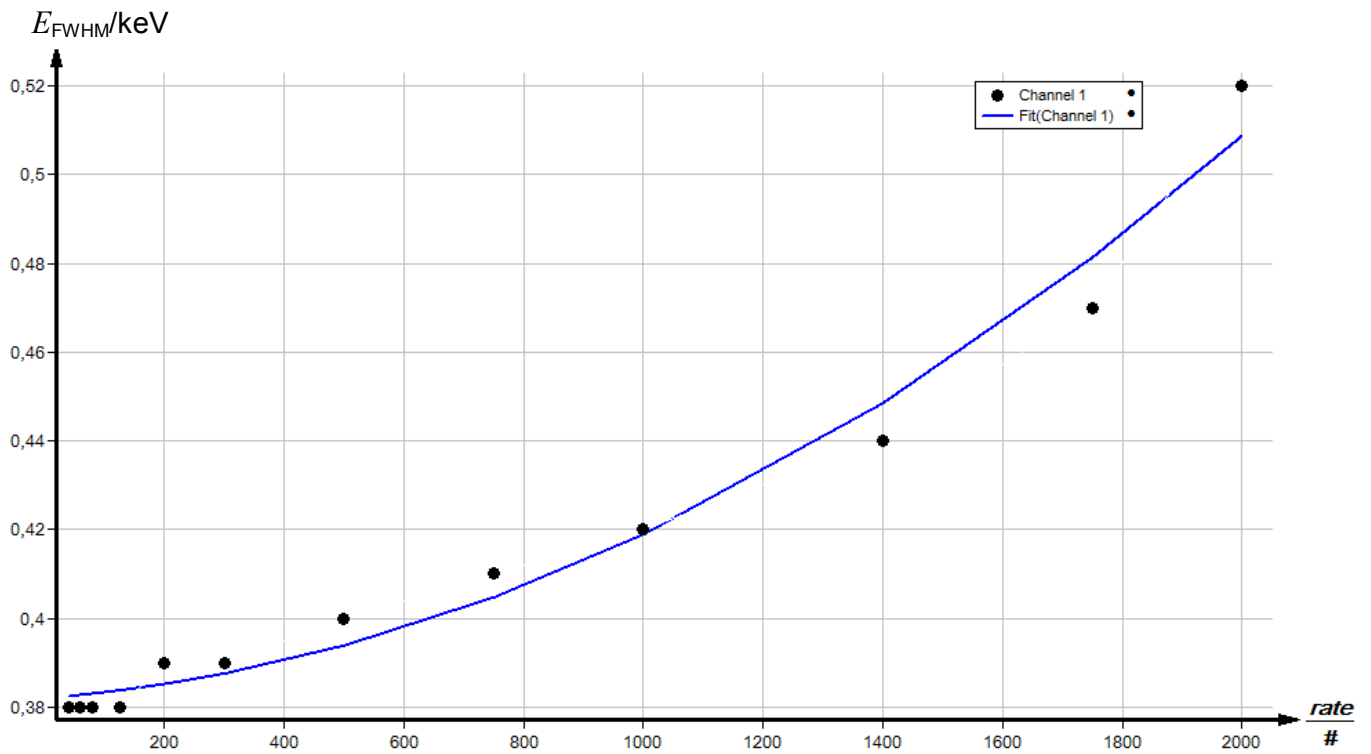


Abb. 10: Halbwertsbreite ΔE_{FWHM} der Zink- K_α -Linie in Abhängigkeit von der Zählrate

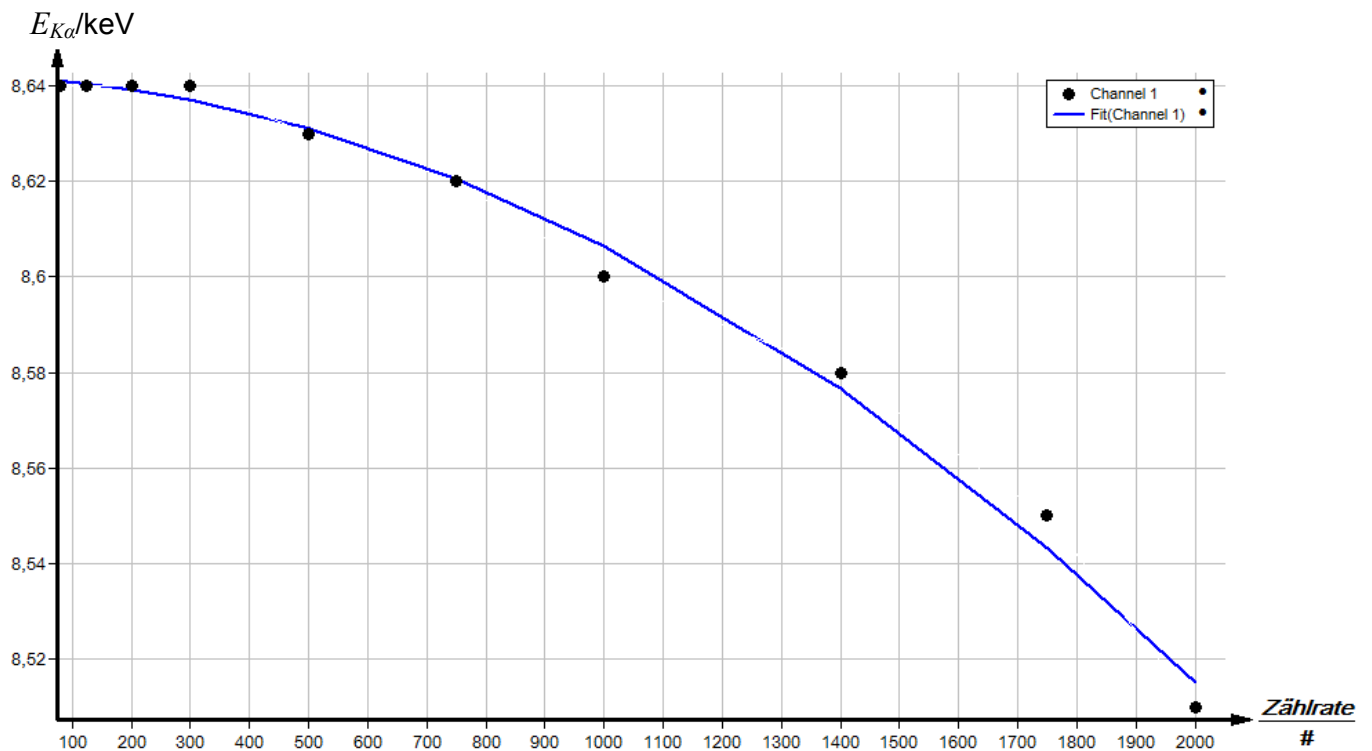


Abb. 11: Verschiebung des Linienschwerpunktes der Zink- K_α -Linie in Abhängigkeit von der Zählrate

Anhang

Die Energie E_0 eines einfallenden Röntgenquants wird im Halbleiter zur Erzeugung von Elektron-Loch-Paaren und zur Anregung von Phononen verbraucht.

Bei der nachfolgenden Betrachtung wird die Phononanregung nicht berücksichtigt. Diese Vernachlässigung ist hier zulässig, weil hier kein absoluter Wert für das Auflösungsvermögen bestimmt werden soll.

Ist E_i die Energie zur Erzeugung eines Elektron-Loch-Paares, so beträgt die mittlere Anzahl der bei der Absorption erzeugten Elektron-Loch-Paare

$$\bar{n} = \frac{E_0}{E_i} \quad (3)$$

Man kann vereinfacht annehmen, dass die statistische Schwankung σ der mittleren Paaranzahl durch eine Normalverteilung wiedergegeben werden kann.

$$\sigma = \sqrt{\bar{n}} = \sqrt{\frac{E_0}{E_i}} \quad (4)$$

(würde die Phononanregung mit in Betracht gezogen, müsste im Zähler des Wurzelausdrucks das Produkt $E_0 \cdot F$ stehen, F = Fanofaktor = 0,13 für Silizium) Für die Halbwertsbreite einer Normalverteilung gilt

$$\Delta \bar{n}_{1/2} = \sqrt{8 \ln 2} \cdot \sigma = 2,35 \cdot \sqrt{\frac{E_0}{E_i}} \quad (5)$$

Setzt man voraus, dass im Energiespektrum die Spektrallinie mit der Schwerpunktsenergie E_0 ebenfalls eine Normalverteilung aufweist, so gilt analog

$$\frac{\Delta E_{FWHM}}{E_0} = \frac{\Delta \bar{n}_{1/2}}{\bar{n}} = 2,35 \cdot \sqrt{\frac{E_i}{E_0}} \quad (6)$$

Mit (4) folgt für die Halbwertsbreite ΔE_{FWHM} der Linie

$$\Delta E_{FWHM} \propto \sqrt{E_0} \quad \text{bzw.} \quad (\Delta E_{FWHM})^2 \propto E_0 \quad (7)$$

Aufgaben

1. Kalibrieren Sie mit Hilfe der charakteristischen Strahlung der Wolfram-Röntgenröhre den Halbleiterenergiedetektor.
2. Registrieren Sie die Spektren der von den Metallproben erzeugten Fluoreszenzstrahlungen.
3. Bestimmen Sie die Energien der entsprechenden charakteristischen K_{α} - und K_{β} -Röntgenlinien.
4. Ermitteln Sie aus den resultierenden Moseley-Diagrammen jeweils die Rydbergfrequenz und die Abschirmkonstanten.

Versuchsaufbau

- Adapterring auf den Eintrittstubus des Energiedetektors schrauben.
- Signal- und Versorgungskabel mit den Winkelsteckern an die entsprechenden Buchsen des Detektors anschließen.
- Signal- und Versorgungskabel an die entsprechenden Anschlüsse im Experimentierraum anschließen. In Abb. 2 ist der Anschluss für das Signalkabel rot gekennzeichnet, der für das Versorgungskabel grün. Entsprechend außen die X-RED Anschlüsse des Röntgengeräts (Siehe Abb. 3) mit dem Vielkanalanalysators (VKA) verbinden. Verbinden Sie das Signalkabel mit der Buchse „Input“ und das Versorgungskabel mit der Buchse „X-Ray Energy Det.“ des VKA verbinden.
- Energiedetektor in der Halterung des Schwenkarmes des Goniometers befestigen (Abb. 4). Beide Kabel sind mit ausreichender Länge so zu führen, dass eine ungehemmte Drehung des Goniometers über den gesamten Schwenkbereich gewährleistet ist.
- Verbindung zwischen VKA und Rechner mit Hilfe des USB-Kabels herstellen.

Durchführung

Aufgabe 1: Kalibrierung des VKA

Kalibrierung des VKA

- (wenn nicht auf eine bereits vorliegende Kalibrierung zurückgegriffen werden kann).
- Goniometerblock und Detektor werden jeweils in ihre rechten Endpositionen gebracht,
- Blendentubus mit 1-mm-Lochdurchmesser in den Austrittstubus der Röntgenröhre einsetzen,
- bei eingeschaltetem Röntgengerät den Detektor in die 0°-Stellung bringen. Zur Reduzierung der Gesamtrate den Detektor anschließend um

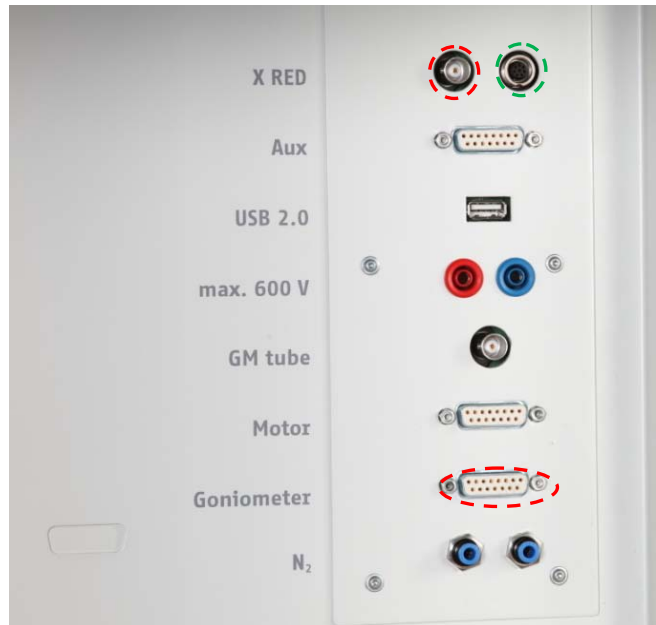


Abb. 2: Anschlüsse im Experimentierraum



Abb. 3: Anschluss des VKA

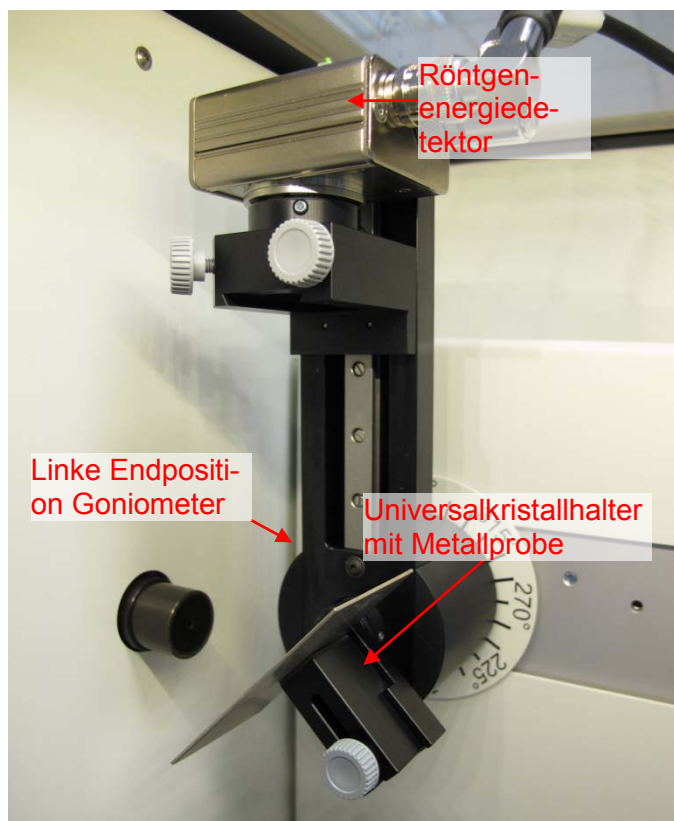


Abb. 4: Versuchsaufbau am Goniometer

einige $0,1^\circ$ aus der Nulllage drehen.

- Betriebsdaten der Wolframröntgenröhre: Anodenspannung $U_A = 25$ kV und Anodenstrom $I_A = 0,02$ mA wählen und die Röntgenstrahlung aktivieren.
- Im MEASURE-Programm unter „Messgerät“ VKA-auswählen. Dann „Einstellungen und Kalibrieren“ wählen. Nach Anklicken der Schaltfläche „Kalibrieren“ kann nun ein Spektrum gemessen werden. Die Zählrate sollte dabei < 300 Imp./s betragen (evtl Zählrohr weiter aus dem Strahl bewegen). Einstellungen zur Energiekalibrierung: – 2-Punkt Kalibrierung, – Einheit = keV, Verstärkungsfaktor = 4, – der Offset ist so zu wählen, dass niederenergetische Rauschsignale unterdrückt werden (in der Regel genügt ein Offset von einigen %) – siehe Abb. 5.
- Messdauer 5 Minuten, dazu Timer des Röntgengerätes benutzen,
- Die zwei farbigen Kalibrierlinien werden jeweils mit den Linienmitten der beiden intensivsten charakteristischen Röntgenlinien zur Deckung gebracht. Die zugehörigen Energiewerte (Zuordnung der Linien: siehe z. B. P2544701) $E(L_3M_5/L_3M_4) = 8,41$ keV und $E(L_2N_4) = 9,69$ keV werden farbenrichtig in die zugehörigen Felder eingetragen. (Da die L_3M_5/L_3M_4 -Linien nicht zu trennen sind, wird ein Mittelwert der beiden Energien genommen)
- Die Kalibrierung bezeichnen und speichern.

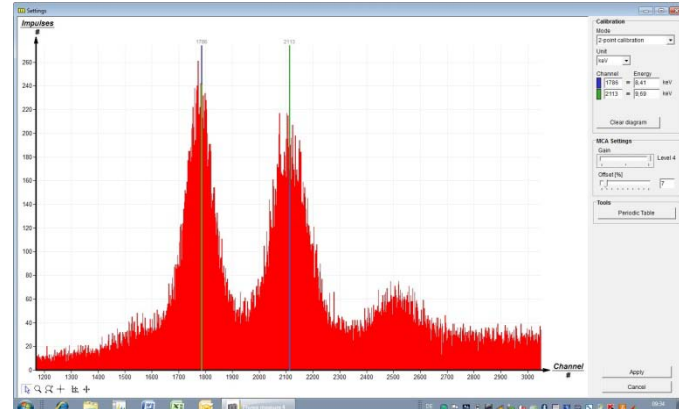







Abb. 5: Kalibrierung des VKA

Aufgabe 2: Spektrenaufnahme

- Blendentubus mit 2-mm-Lochdurchmesser einsetzen,
- Goniometerblock und Detektor jeweils in ihre linken Endpositionen bringen, im 2:1-Koppelmodus den Detektor auf 90° drehen (Abb. 4)
- Metallprobe mit Universal-Kristallhalter einsetzen (Probe steht bei 45°)
- Betriebsdaten der Wolframröntgenröhre: Anodenspannung $U_a = 35$ kV und Anodenstrom jeweils so einstellen, dass die Zählrate ≤ 300 Imp./s beträgt.
- Messdauer 3 Minuten (Timer des Röntgengerätes benutzen).

Aufgabe 3: Auswertung der Messkurven

- Zur Bestimmung der Linienenergie geht man von der Balken- zur Kurvendarstellung über. Dazu „Darstellungsoptionen“, anschließend „Interpolation und Geraden“ anklicken,
- Dehnung des betreffenden Linienbereichs mit Hilfe der „Zoomfunktion“ 
- Anschließend Kurvenbereich „markieren“ , Fenster „Kurvenfitting“  öffnen und „skalierte Normalverteilung“ aussuchen und übernehmen,
- Linienschwerpunkt der Normalverteilung mit „Extrema anzeigen“  aufsuchen oder mit Funktion „Vermessen“  bestimmen.

Theorie und Auswertung

Wechselwirken Röntgenstrahlen mit Materie, so verlieren sie Energie durch Comptonstreuung, Paarbildung oder Fotoeffekt. In dem hier zur Verfügung stehenden Energiebereich kommt im Wesentlichen der Fotoeffekt in Betracht, bei dem im Atom auf einer unteren Schale ein Elektron durch die absorbierte

Fotonenenergie freigesetzt wird.

Der freigewordene Platz wird durch ein Elektron aus einer höheren Schale eingenommen. Die dabei gewonnene Energie kann entweder zur Freisetzung eines weiteren Elektrons aus höheren Schalen benutzt werden (Auger-Effekt) oder zur Erzeugung eines Photons dienen (Fluoreszenzstrahlung). Bei diesen Prozessen werden hier in erster Näherung die unbeteiligten Elektronen als ortsfest angesehen. Ihr Einfluss wird durch die Einführung einer sog. Abschirmkonstanten σ berücksichtigt, wodurch die Wirkung der Kernladung verringert wird.

Die Bindungsenergie E_n eines Elektrons auf der n -ten Schale eines Atoms ist unter Vernachlässigung von relativistischen und Spin-Bahn-Kopplungseffekten näherungsweise durch das Bohrsche Atommodell gegeben:

$$E_n = -\frac{m_e e^4}{8\epsilon_0^2 h^2} (Z - \sigma)^2 \frac{1}{n^2} \quad (1)$$

Elektronenmasse	m_e	=	$9,109 \cdot 10^{-31} \text{ kg}$
Elementarladung	e	=	$1,602 \cdot 10^{-19} \text{ C}$
Planck Konstante	h	=	$6,626 \cdot 10^{-34} \text{ Js}$
Dielektrizitätskonstante	ϵ	=	$8,854 \cdot 10^{-12} \text{ N}^{-1} \text{ m}^{-2} \text{ C}^2$
Ordnungszahl	Z		
Abschirmkonstante	σ		
Hauptquantenzahl	n		

Mit Einführung der Rydbergfrequenz

$$R = \frac{m_e e^4}{8\epsilon_0^2 h^3} = 3,29 \cdot 10^{15} \text{ s}^{-1}$$

folgt aus (1)

$$E_n = -R \cdot h (Z - \sigma)^2 \frac{1}{n^2} \quad (2)$$

Die Abschirmkonstante hängt vom Ort des angeregten Elektrons und von der Konfiguration der restlichen Elektronen ab. Durch den Übergang eines Elektrons von n_2 nach n_1 ($n_2 > n_1$) gilt für die Energie der freigesetzten Strahlung nach (1):

$$E = R \cdot h \left[\frac{(Z - \sigma_{n1})^2}{n_1^2} - \frac{(Z - \sigma_{n2})^2}{n_2^2} \right] \quad (3)$$

Anstelle von zwei Abschirmkonstanten für den Übergang von n_2 nach n_1 führt man eine mittlere Abschirmkonstante $\sigma_{2,1}$ ein. Somit vereinfacht sich (3) zu:

$$E = R \cdot h (Z - \sigma_{2,1})^2 \left(\frac{1}{n_1^2} - \frac{1}{n_2^2} \right) \quad (4)$$

Trägt man \sqrt{E} gegen Z auf, so ergibt sich das sog. Moseley- Diagramm. Mit $n_2 = 2$ und $n_1 = 1$ (charakteristische K_α -Röntgenlinie) folgt aus (4):

$$\sqrt{E} = \frac{\sqrt{3}}{2} \sqrt{Rh} \cdot Z - \frac{\sqrt{3}}{2} \sqrt{Rh} \cdot \sigma_{2,1} \quad (5)$$

Entsprechend gilt für den Übergang von n_3 nach n_1 mit einer mittleren Abschirmkonstanten $\sigma_{3,1}$ (charakteristische K_β -Röntgenlinie):

$$\sqrt{E} = \frac{\sqrt{8}}{3} \sqrt{Rh} \cdot Z - \frac{\sqrt{8}}{3} \sqrt{Rh} \cdot \sigma_{3,1} \quad (6)$$

Auswertung

Aufgabe 2: Registrieren Sie die Spektren der von den Metallproben erzeugten Fluoreszenzstrahlungen. Abb. 6 zeigt die Fluoreszenzspektren verschiedener Metalle.

Aufgabe 3: Bestimmen Sie die Energien der entsprechenden charakteristischen K_α - und K_β -Röntgenlinien.

Die Ergebnisse der Auswertung der Spektren gibt die Tabelle wieder. In den Spalten *C* und *D* sind die aus den Spektren der Abb. 6 erzielten Energien der charakteristischen K_α - und K_β -Röntgenlinien eingetragen. Die Spalten *E* und *F* zeigen zum Vergleich die entsprechenden Literaturwerte (aus „Handbook of Chemistry and Physics“- CRC-Press, Inc. USA), wobei für die Energie der K_α -Linie der Mittelwert aus den $K_{\alpha 1}$ - und $K_{\alpha 2}$ - Linien eingetragen ist.

Tabelle

<i>A</i>	<i>B</i>	<i>C</i>	<i>D</i>	<i>E</i>	<i>F</i>
Element	Z	$E(K_\alpha)$ exp. / keV	$E(K_\beta)$ exp. / keV	$E(K_\alpha)$ lit. / keV	$E(K_\beta)$ lit. / keV
Fe	26	6,39	7,03	6,397	7,056
Ni	28	7,47	8,26	7,474	8,265
Cu	29	8,04	8,90	8,039	8,905
Zn	30	8,63	9,57	8,627	9,572
Mo*	42	17,38	19,56	17,427	19,608
Ag	47	22,07	24,91	22,076	24,942
Sn	50	25,15	28,46		

* das Mo-Spektrum kann durch die Analyse des Primärstrahls der Mo-Röntgenröhre gewonnen werden und stammt somit nicht von einer Metallprobe

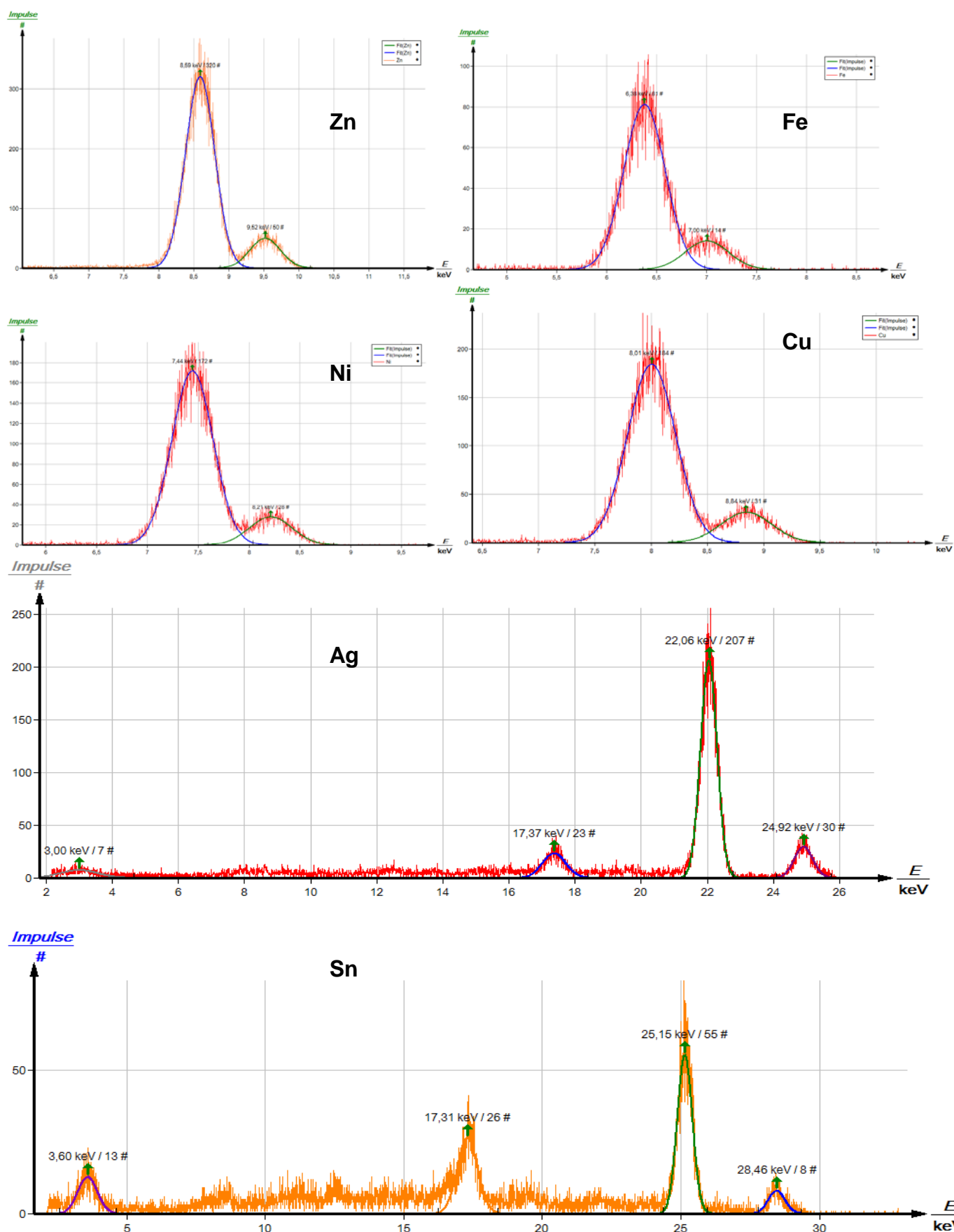


Abb. 6: Fluoreszenzspektren verschiedener Metalle

Aufgabe 4: Ermitteln Sie aus den resultierenden Moseley-Diagrammen jeweils die Rydbergfrequenz und die Abschirmkonstanten.

Abb. 7 zeigt für die charakteristischen K_{α} - und K_{β} - Linien die entsprechenden Mosley-Geraden. Aus den Steigungen der zugefügten Ausgleichsgeraden kann R berechnet werden. Für die Steigung der Geraden der K_{α} -Linie ergibt sich aus (5):

$$m = \frac{\sqrt{3 \cdot R \cdot h}}{2}$$

Quadriert man die Formel, so erhält man:

$$m^2 = \frac{3 \cdot R \cdot h}{4}$$

Setzt man die Werte ein (und rechnet in Joule um), erhält man:

$$\frac{3 \cdot R \cdot h}{4} = 0,0106 \text{ keV} = 1,698 \cdot 10^{-18} \text{ J}$$

Und für $R = 3,41 \cdot 10^{15} \text{ s}^{-1}$

Aus der Steigung für die K_{β} -Linie ergibt sich aus (6) analog

$$\frac{8 \cdot R \cdot h}{9} = 0,0123 \text{ keV} = 1,974 \cdot 10^{-18} \text{ J}$$

$R = 3,35 \cdot 10^{15} \text{ s}^{-1}$

Mit $Z = 0$ und $Rh = 13,6 \text{ eV}$ erhält man aus den Achsenabschnitten der entsprechenden Moseley-Geraden: $\sigma_{2,1} 1,5$ und $\sigma_{3,1} 2,2$.

Die hier mit Hilfe des Bohrschen Modells ermittelten Werte für die Abschirmkonstanten sind nur eingeschränkt aussagefähig, denn die ailliertere Berechnungen (Hartree) zeigen, dass die radiale Ladungsdichteverteilung einiger Elektronen – z.B. das 3p-Elektron – in Kernnähe Nebenmaxima besitzen. Dennoch ist plausibel, dass $\sigma_{2,1} > 1$ und $\sigma_{3,1} > \sigma_{2,1}$ ist, denn beim K_{α} -Prozess schirmen zum verbleibenden 1s-Elektron noch zusätzlich die unbeteiligten 2s-Elektronen die Kernladung ab, während beim K_{β} -Übergang alle Elektronen des L-Niveaus zusätzlich abschirmend wirken.

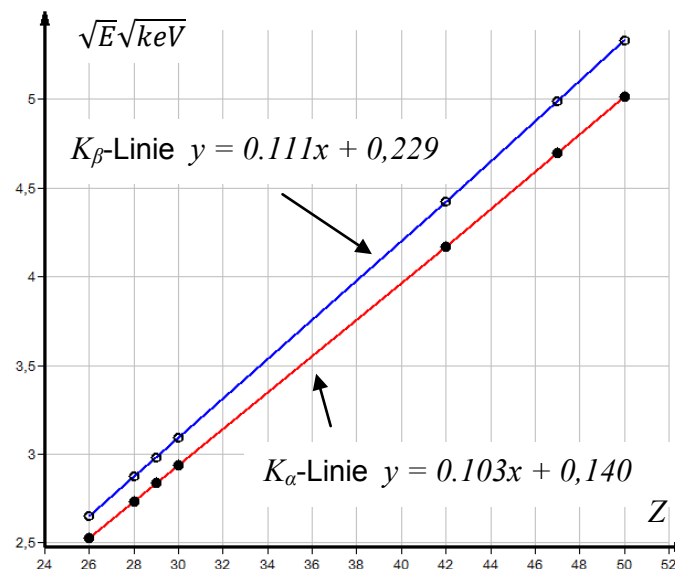


Abb. 7: Moseley-Geraden der K_{α} - und K_{β} -Linien

Theorie

Um mit Hilfe der Röntgenfluoreszenz die Konzentration von Elementen in einer Probe bestimmen zu können, muss zuerst eine qualitative Analyse durchgeführt werden. Dabei muss bei der Zuordnung von Fluoreszenzlinien in Betracht gezogen werden, dass die dem primären Ionisierungsprozess nachfolgenden Relaxationen nur stattfinden können, wenn sie den quantenmechanischen Auswahlregeln $\Delta j = 0, \pm 1$ und $\Delta l = \pm 1$ genügen (j = Gesamtdrehimpuls, l = Bahndrehimpuls). Außerdem gilt der Hinweis, dass jedes Element Gruppen von Röntgenlinien aufweist, die in einem bestimmten Intensitätsverhältnis stehen.

Wird beispielsweise eine Linie als K_α -Linie eines Elementes angenommen, so muss, sofern keine Überlagerung durch eine Linie eines anderen Elementes vorliegt, die entsprechende K_β -Linie im richtigen Intensitätsverhältnis zu detektieren sein. Sind die Linien den Elementen zugeordnet, so erlaubt die Linienintensität Rückschlüsse auf die Konzentration der Elemente.

In der Regel erschweren Matrixeffekte (s. Anhang) die direkte Konzentrationsbestimmungen.

Deshalb erfolgt in der praktischen Anwendung die quantitative Analyse durch Vergleich mit in Rechnern abgelegten Kalibrierfunktionen, die mit zum Teil zertifizierten Referenzproben erstellt worden sind.

Bei fehlenden Matrixeffekten kann die Konzentration c_a eines Elementes a einer Probe aus dem Verhältnis der Intensität I_a einer Linie des Elementes und der Intensität I_e derselben Linie des reinen Elementes bestimmt werden, d.h.:

$$c_a = \frac{I_a}{I_e} \quad (1)$$

In erster Näherung kann die Intensität einer Fluoreszenzlinie durch ihren Scheitelwert wiedergegeben werden.

Auswertung

Untersuchung einer Konstantanprobe

Abb. 6 zeigt das Fluoreszenzspektrum der Konstantanprobe, sowie die entsprechenden Spektren der reinen Elemente. In Abb. 7 ist exemplarisch an den K_α -Linien die oben geschilderte Methode zur Aus-

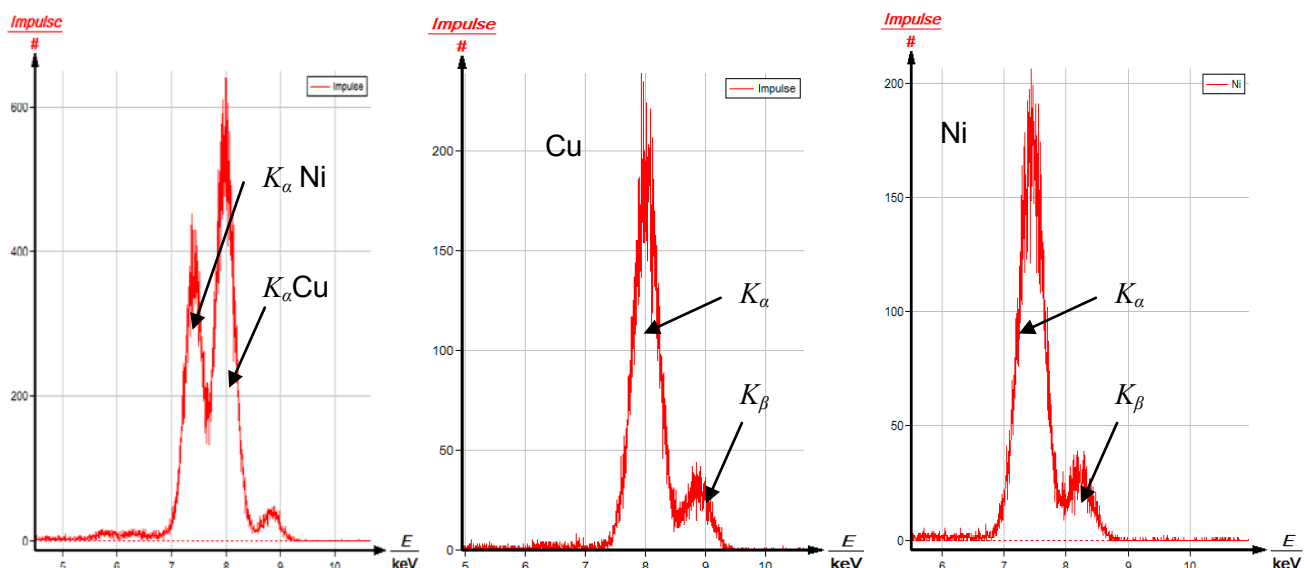


Abb. 6: Fluoreszenzlinien von Konstantan (Cu55Ni45), Kupfer und Nickel

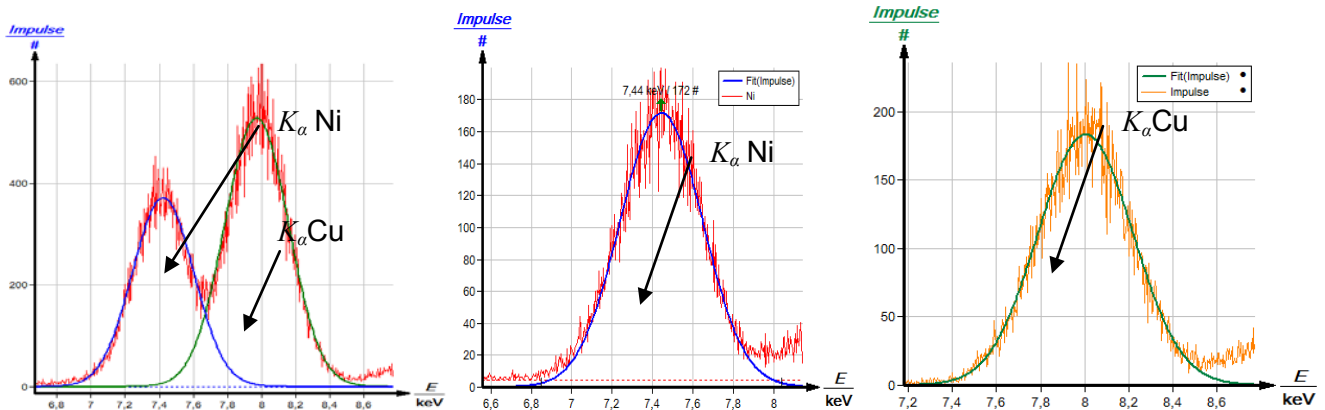


Abb. 7: Zur Methode der Spektrenauswertung: K_{α} -Linien von Konstantan, Nickel und Kupfer mit skaliert Normalverteilung

Tabelle 1: Konstantanprobe

reines Element				Probe	
A	B	C	D	E	F
	Linie	E /keV	I_e / Imp.	I_a / Imp.	c_a / %
Cu	K_{α}	8,0	974	533	54,7
Ni	K_{α}	7,4	825	369	44,7

wertung dieser Kurven dargestellt. Die entsprechenden Messwerte sind in der Tabelle 1 enthalten, wobei die dort angegebenen Impulszahlen um die Untergrundintensität (ca. 5 Imp.) bereinigt sind.

Die Spalte F der Tabelle enthält die experimentell ermittelten Konzentrationswerte der Konstantanprobe. Demnach besteht die Probe aus 54,7% ($\approx 55\%$) Kupfer und 44,7% ($\approx 45\%$) Nickel. (Herstellerangaben der Widerstandslegierung Konstantan: Cu55Ni45).

Untersuchung einer Messingprobe

Abb. 8 zeigt die Fluoreszenzspektren einer Messingprobe (CuZn39Pb3) und die der entsprechenden reinen Elemente. Zur Konzentrationsbestimmung werden wiederum nur die α -Linien benutzt. Die zugehörige Auswertung mit Berücksichtigung der Untergrundintensität enthält die Tabelle 2.

Tabelle 2. Messingprobe (CuZn39Pb3)

reines Element				Probe	
A	B	C	D	E	F
	Linie	E /keV	I_e / Imp.	I_a / Imp.	c_a / %
Cu	K_{α}	8,0	974	546	56,0
Zn	K_{α}	8,6	1037	420	40,5
Pb	L_{α}	10,5	235	6	2,6

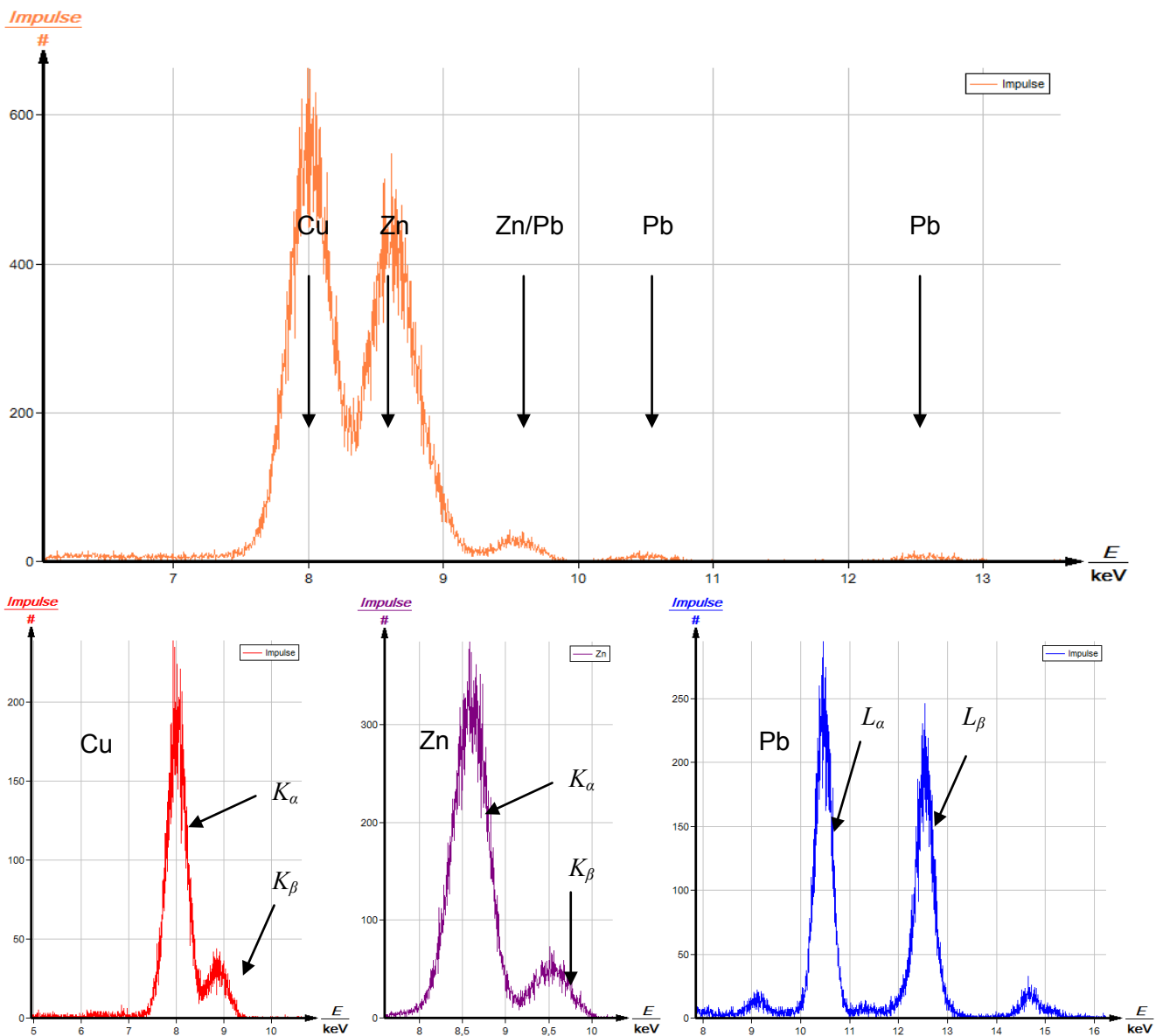


Abb. 8: Fluoreszenzlinien von Messing (CuZn39Pb3), Kupfer, Zink und Blei.

Anhang

Die Fluoreszenzintensität eines Elementes A mit gleicher Konzentration in Legierungen mit verschiedenen Legierungselementen ist in der Regel nicht gleich. Dies zeigt, dass die Fluoreszenzintensität eines Elementes nicht nur eine Funktion von dessen Konzentration, sondern auch eine Funktion der Kombination von Elementen ist, die die sog. Matrix des zu untersuchenden Elements bilden.

Ist die Energie der Fluoreszenzstrahlung eines Elementes A hinreichend groß, um im Element B Fluoreszenzstrahlung anzuregen, so ist die von B stammende Strahlung nicht nur eine Funktion der Primärintensität, sondern auch eine Funktion der Konzentration des Elementes A . Umgekehrt kann Element A auch Strahlung des Elementes B absorbieren. Diese zusätzlichen Effekte bezeichnet man u.a. als Matrixeffekte.

Durchführung

Aufgabe 1: Kalibrierung des VKA

- (wenn nicht auf eine bereits vorliegende Kalibrierung zurückgegriffen werden kann).
- Goniometerblock und Detektor werden jeweils in ihre rechten Endpositionen gebracht,
- Blendentubus mit 1-mm-Lochdurchmesser in den Austrittstubus der Röntgenröhre einsetzen,
- bei eingeschaltetem Röntgengerät den Detektor in die 0°-Stellung bringen. Zur Reduzierung der Gesamtrate den Detektor anschließend um einige 0,1° aus der Nulllage drehen.
- Betriebsdaten der Wolframröntgenröhre: Anodenspannung $U_A = 25$ kV und Anodenstrom $I_A = 0,02$ mA wählen und die Röntgenstrahlung aktivieren.
- Im MEASURE-Programm unter „Messgerät“ VKA-auswählen. Dann „Einstellungen und Kalibrieren“ wählen. Nach Anklicken der Schaltfläche „Kalibrieren“ kann nun ein Spektrum gemessen werden. Die Zählrate sollte dabei < 300 Imp./s betragen (evtl. Zählrohr weiter aus dem Strahl bewegen). Einstellungen zur Energiekalibrierung: – 2-Punkt Kalibrierung, – Einheit = keV, Verstärkungsfaktor = 4, – der Offset ist so zu wählen, dass niederenergetische Rauschsignale unterdrückt werden (in der Regel genügt ein Offset von einigen %) – siehe Abb. 5.
- Messdauer 5 Minuten, dazu Timer des Röntgengerätes benutzen,
- Die zwei farbigen Kalibrierlinien werden jeweils mit den Linienmitten der beiden intensivsten charakteristischen Röntgenlinien zur Deckung gebracht. Die zugehörigen Energiewerte (Zuordnung der Linien: siehe z. B. P2544701) $E(L_3M_5/L_3M_4) = 8,41$ keV und $E(L_2N_4) = 9,69$ keV werden farbenrichtig in die zugehörigen Felder eingetragen. (Da die L_3M_5/L_3M_4 -Linien nicht zu trennen sind, wird ein Mittelwert der beiden Energien genommen)
- Die Kalibrierung bezeichnen und speichern.

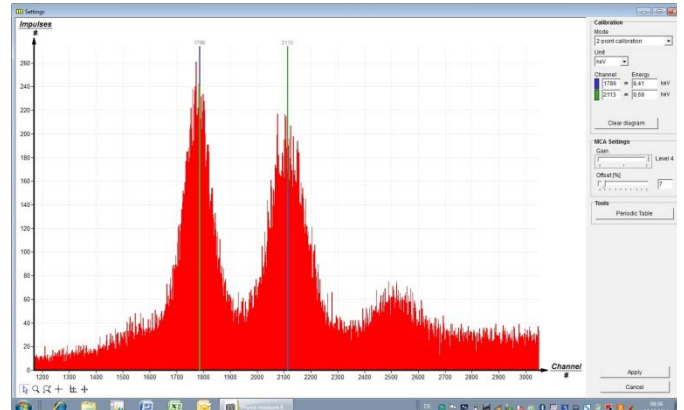


Abb. 5: Kalibrierung des VKA

Aufgabe 2: Messungen mit verschiedenen Lagen Aluminium-Folie auf einem Eisensubstrat.

Probenpräparation

- Mit Hilfe einer Schere schneidet man aus einer Aluminiumhaushaltsfolie ca. (1 x 2) cm große Folienstücke, die vor dem Einbau in den Universalkristallhalter mit einer Fingerkuppe glatt gestrichen werden.

Spektrenaufnahme

- Blendentubus mit 2-mm Lochdurchmesser einsetzen,
- Goniometerblock und Detektor jeweils in ihre linken Endpositionen bringen, im 2:1 Koppelmodus den Detektor auf 90° drehen,
- Universal-Kristallhalter mit Eisenprobe einsetzen (Probe steht bei 45°),
- Betriebsdaten der Wolframröntgenröhre: Anodenspannung $U_a = 35$ kV und Anodenstrom jeweils so einstellen, dass die Zählrate ≤ 200 Imp./s beträgt.
- Messdauer 10 Minuten (Timer des Röntgengerätes benutzen).
- Anschließend befestigt man im Kristallhalter über der Eisenprobe nacheinander die Folienstücke. Für jede neue Folienlage ist ein Spektrum aufzunehmen.

Aufgabe 2: Messungen mit verschiedenen Lagen Aluminium-Folie auf einem Eisensubstrat.




Probenpräparation

- Mit Hilfe einer Schere schneidet man aus der Kupferfolie (in 09058-34 enthalten) ca. (1 x 2) cm große Folienstücke, die vor dem Einbau in den Universalkristallhalter mit einer Fingerkuppe glatt gestrichen werden.

Spektrenaufnahme

- Zur Dickenbestimmung einer Kupferfolie wird als Substratelement Molybdän oder Zink verwendet. Ansonsten wird sie in Aufgabe 1 verfahren.

Auswertung der Messkurven

- Zur Bestimmung der Linienenergie geht man von der Balken- zur Kurvendarstellung über. Dazu „Darstellungsoptionen“, anschließend „Interpolation und Geraden“ anklicken,
- Dehnung des betreffenden Linienbereichs mit Hilfe der „Zoomfunktion“ ,
- Anschließend Kurvenbereich markieren „+“ Fenster „Kurvenfitting“  öffnen und „skalierte Normalverteilung“ aussuchen und übernehmen.
- Linienschwerpunkt der Normalverteilung mit „Extrema anzeigen“  aufsuchen.

Theorie und Auswertung

Wird ein Material mit Röntgenstrahlen durchstrahlt, so kann die Dicke des Materials aus der Intensitätsschwächung des durchgelassenen Röntgenstrahls bestimmt werden. Dieses Verfahren ist aber nicht geeignet, wenn z.B. die Dicke galvanischer Schichten, die auf massivem und die Strahlung komplett absorbierendem Trägermaterial aufgebracht sind, bestimmt werden soll. Für Probleme dieser Art eignet sich die Röntgenfluoreszenzmethode, bei der die von der Primärstrahlung angeregte Fluoreszenzstrahlung der aufgetragenen Schicht im Rückstreumodus registriert wird.

Allerdings müssen dann zur Berechnung der Dicke einer Schicht zahlreiche Faktoren (kohärente-inkohärente Streuung, Schwächung der in der Regel polychromatischen Primärstrahlung in der Schicht, Fluoreszenzausbeute, Schwächung der erzeugten Fluoreszenzstrahlung in der Schicht, Geometriefaktoren, Matrixeffekte) die z. T. nur ungenau quantifiziert werden können, berücksichtigt werden. In der Praxis werden daher computerunterstützte Auswerteverfahren eingesetzt, die bereits für jedes Messproblem kalibrierte Standardfunktionen hinterlegt haben.

Ist allerdings die zu untersuchende Schicht hinreichend dünn, sodass die Primärstrahlung wenig von dieser absorbiert wird, so kann das Substratmaterial zu Fluoreszenzstrahlung angeregt werden. Diese wird dann auf dem Weg zum Detektor nur von der darüber liegenden Schicht gemäß ihrer Dicke geschwächt.

Ist I_{F0} die Intensität der charakteristischen Fluoreszenzstrahlung des reinen Substrats, so gilt für die von der darüber liegenden Schicht der Dicke x durchgelassene Strahlungsintensität I_{Fx} :

$$I_{Fx} = I_{F0} e^{-\mu_l x} \quad \mu_l = \text{linearer Absorptionskoeffizient} \quad (1)$$

Der lineare Absorptionskoeffizient μ_l (Dimension cm^{-1}) ist von der Energie der Strahlung und der Dichte ρ des absorbierenden Elements abhängig. Um von der Dichte des absorbierenden Elements (ob fest, flüssig oder gasförmig) unabhängig zu werden, benutzt man den sog. Massenabsorptionskoeffizienten μ_l/ρ (Dimension cm^2/g), der dann für ein Element nur noch von dessen Ordnungszahl und der Energie der Strahlung abhängig ist. Mit

$$\mu = \mu_l / \rho \quad (2)$$

folgt aus (1):

$$I_{Fx} = I_{F0} e^{-\mu_\rho x} \quad (3)$$

Auswertung Aluminiumfolie

Aufgabe 2

Abb. 6 zeigt die Intensitätsreduzierung der charakteristischen Fluoreszenzstrahlung eines Eisensubstrats für eine verschiedene Anzahl von darüber liegenden Aluminiumfolien gleicher Dicke d . Die Energie der charakteristische Fluoreszenzstrahlung der Aluminiumschichten ($E_{Al-K\alpha} \approx 1,5$ keV) liegt unterhalb der

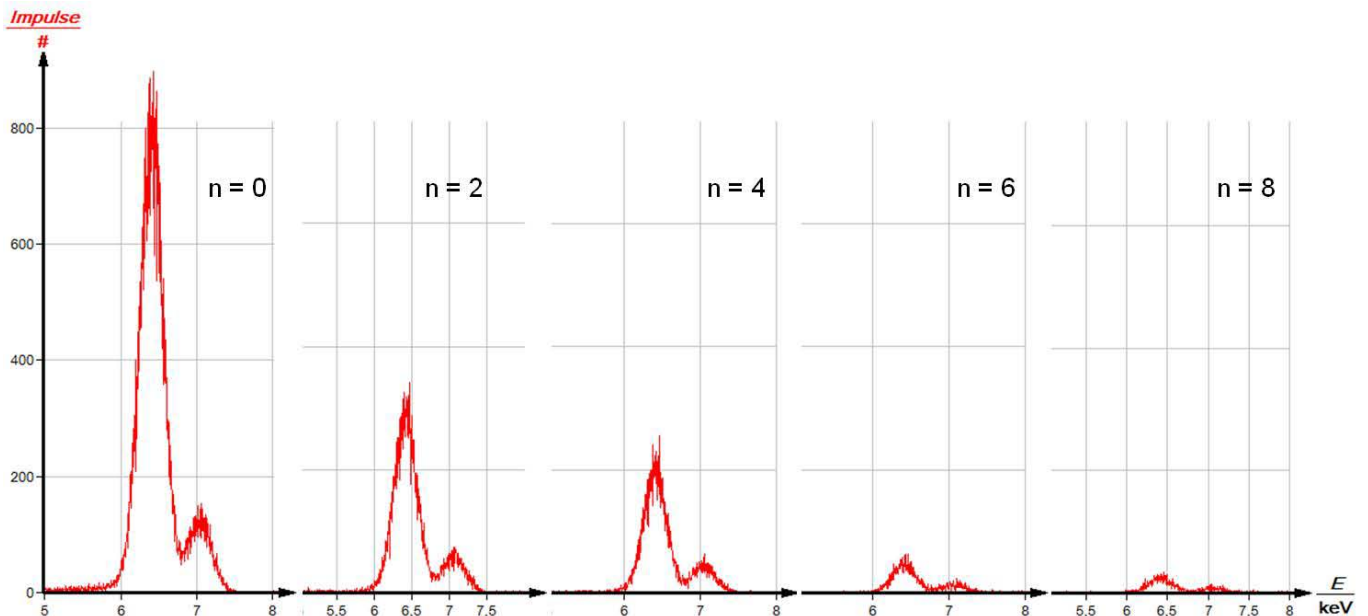


Abb. 6 : Fe-Fluoreszenzlinien in Abhängigkeit von der Anzahl n der aufgelegten Aluminiumfolien.

Nachweisempfindlichkeit des Halbleiterdetektors und ist somit nicht registrierbar.

Aufgabe 3

In Abb. 7 ist der exponentielle Intensitätsabfall der Fe- K_{α} -Linie in Abhängigkeit von der Anzahl der aufliegenden Aluminiumfolien dargestellt. Abb. 8 zeigt entsprechend den Verlauf der normierten Intensität in halblogarithmischer Darstellung.

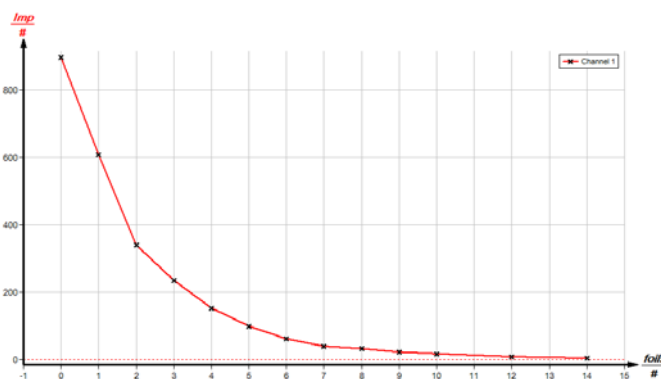


Abb. 7: Intensität der Fe- K_{α} -Fluoreszenzlinie in Abhängigkeit von der Anzahl n der aufgelegten Aluminiumfolien.

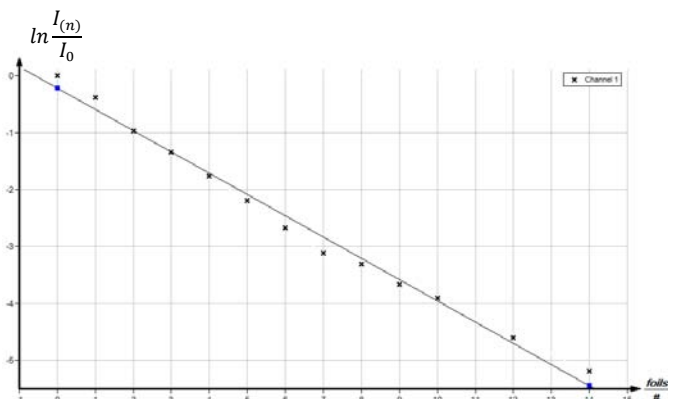


Abb. 8: Normierte Intensität der Fe- K_{α} -Fluoreszenzlinie in halblogarithmischer Darstellung in Abhängigkeit von der Anzahl n der aufgelegten Aluminiumfolien.

Aufgabe 4

Zur Bestimmung der Schichtdicke d der Folien muss Folgendes berücksichtigt werden:

1. Die Fluoreszenzstrahlung des Substrats wird unter einem Winkel von 45° zur Flächennormalen der Probe vom Detektor registriert (s. Abb. 9). Dies bedeutet, dass die absorbierende Dicke der darüber liegenden Folie $x = d \cdot \sqrt{2}$ ist.
2. Die Intensität I_F der erzeugten Fluoreszenzstrahlung ist der Intensität I_{p_0} des Primärstrahls proportional. Da aber der Primärstrahl auch von den aufgelegten Folien absorbiert wird, muss für die anschließenden Dickenberechnung mit einer intensitätsreduzierten Primärstrahlintensität $I_{p_0 r}$ gerechnet werden. Dazu wird eine verschiedene Anzahl von Folienstücken mit Hilfe von Tesastreifen vor das Austrittsloch des Blendentubus befestigt (s. Abb. 10). Anschließend ist das Fluoreszenzsignal des Substrats zu bestimmen. Aus den resultierenden, normierten Kurven der Abb. 9 kann unter Berücksichtigung des Faktors $\sqrt{2}$ die In-

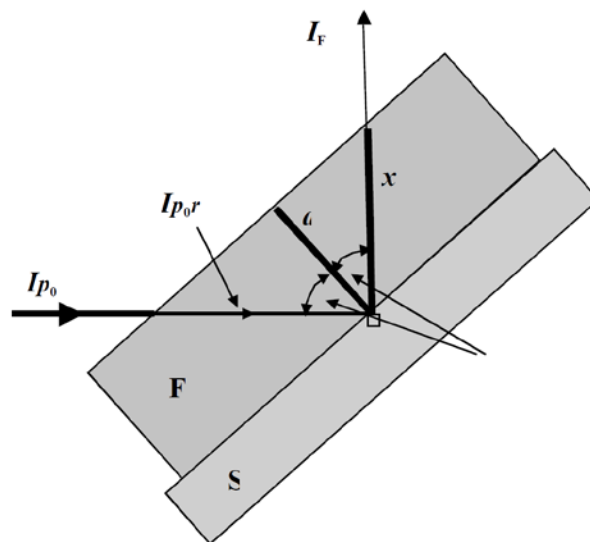


Abb. 9. Schematische Darstellung der Strahlungsgeometrie (S = Substrat, F = Folie, I_{p_0} = Primärstrahlintensität, $I_{p_0 r}$ = durch Absorption in der Folie reduzierte Primärstrahlintensität, I_F = Fluoreszenzintensität des Substrats).

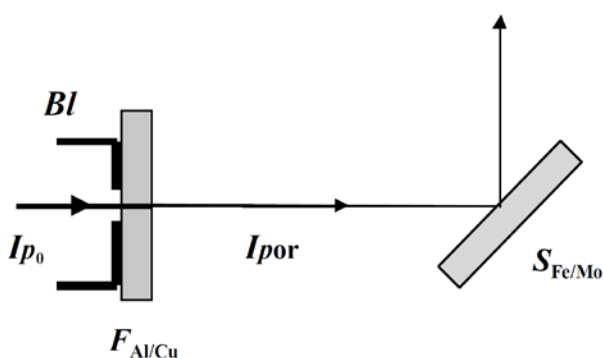


Abb. 10: Schematische Darstellung der Strahlungsgeometrie zur Bestimmung der Schwächung der Primärstrahlintensität (S = Substrat, F = Folie, BL = Blendentubus, I_{p_0} / I_{por} = Primärstrahlintensität vor/nach der Absorption, I_F = Intensität der Fluoreszenzstrahlung des Substrats).

Bei den in der Spalte B angegebenen Peakintensitäten wurde die Intensität des Untergrundes bereits abgezogen. Spalte E enthält die jeweilige effektive Gesamtdicke $x = n \cdot d \cdot \sqrt{2}$ der aufgelegten Aluminiumfolien. Dabei ist berücksichtigt, dass die Fe-Fluoreszenzstrahlung unter einem Winkel von 45° zur Flächennormalen vom Detektor registriert wird (s. Abb. 5).

tensitätsschwächung ermittelt werden. Beispielsweise folgt aus Abb. 11 für Aluminium bei 4 aufgelegten Folienstücken (Absorptionsdicke $x = 4d \cdot \sqrt{2}$) für die Reduzierung der Primärintensität $I_{p_0 r} = 0,87 I_{p_0}$. Um mit Hilfe von (3) die Schichtdicke der Folie bestimmen zu können, bedeutet das in diesem Fall, dass $I_{Fx} = I_F / 0,87$ ist, wobei I_F die gemessene Fluoreszenzintensität des Substrats ist. Zur Bestimmung der Dicke der Aluminiumfolie mit Hilfe von (3) wurde nur die Fe- K_{α} -Linie benutzt. Die Auswertung der Spektren enthält die Tabelle 1.

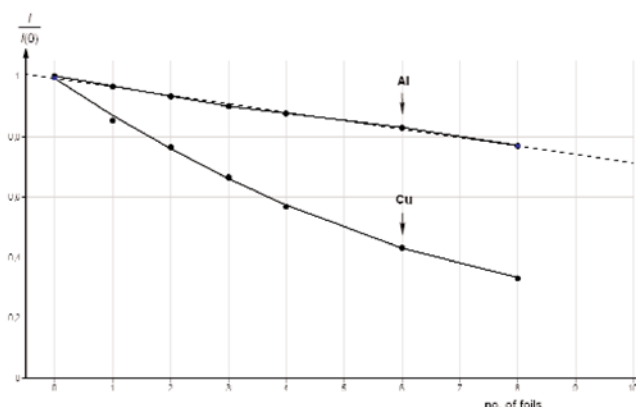


Abb. 11: Schwächung der Primärstrahlintensität durch eine verschiedene Anzahl n von Aluminium- bzw. Kupferfolien.

Tabelle 1: Bestimmung der Dicke der Aluminiumfolie (mit $\rho_{\text{Al}} = 2,7 \text{ gcm}^{-3}$ und $\mu_{\text{Al}} = 92,8 \text{ cm}^2\text{g}^{-1}$ für $E(\text{Fe})\text{-}K_{\alpha} = 6,4 \text{ keV}$).

A	B	C	D	E	F
Folienanzahl n	$I_F / \text{Imp.}$	$I_{p0} \cdot \sqrt{2} / I_{p0}(0)$	$I_{\text{Fe}} / \text{Imp.}$	$x = n \cdot d \cdot \sqrt{2} / \mu\text{m}$	$d = x / n \cdot \sqrt{2} / \mu\text{m}$
0	742	1			
1	459	0,97	473	18,0	12,7
2	286	0,93	308	35,1	12,4
3	178	0,90	198	52,7	12,4
4	103	0,87	118	73,4	13,0
5	64	0,84	76	90,9	12,9
6	41	0,80	51	106,9	12,6
7	24	0,77	31	126,7	12,8

Aufgabe 6

Die Werte für die Dicke d einer einzelnen Folie zeigt die Spalte F .

Aus den Werten der Spalte F erhält man gemittelt für die Dicke der Aluminiumfolie:

$d = 12,7 \mu\text{m}$ (Angabe des Herstellers auf der Folienverpackung

$d = 13 \mu\text{m}$).

Auswertung der Kupferfolie

Hinweis: Dieser Versuchsteil kann in analoger Weise mit der Zink-Probe als Substrat durchgeführt werden.

Abb. 12 zeigt die Fluoreszenzspektren des Molybdänsubstrats mit aufgelegten Kupferfolien.

Hier ist nun auch die charakteristische Fluoreszenzstrahlung des Folienmaterials zu messen.

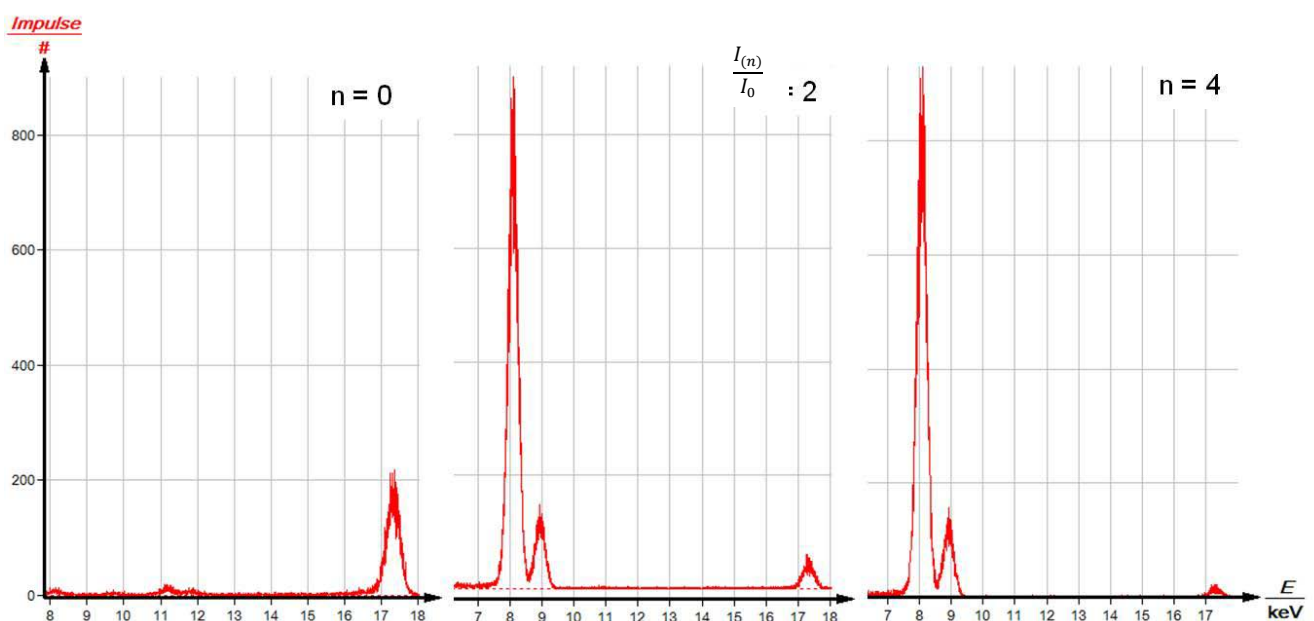


Abb. 12: Mo- und Cu-Fluoreszenzlinien in Abhängigkeit von der Anzahl n der aufgelegten Kupferfolien.

Tabelle 2. Bestimmung der Dicke der Kupferfolie (Intensitätsangaben ohne Untergrundsignal) (mit $\rho_{Cu} = 8,96 \text{ gcm}^{-3}$ und $\mu_{Cu} = 49,7 \text{ cm}^2\text{g}^{-1}$ für $E(\text{Mo})\text{-}K_{\alpha} = 17,4 \text{ keV}$).

A	B	C	D	E	F	G
	Cu- K_{α}	Mo- K_{α}				
Folienanzahl n	$I_F / \text{Imp.}$	$I_F / \text{Imp.}$	$I_{p0} r \sqrt{2} / I_{p0}(0)$	$I_{FX} / \text{Imp.}$	$x = n \cdot d \sqrt{2} / \mu\text{m}$	$d = x / n \sqrt{2} / \mu\text{m}$
0	0	330				
1	1202	155	0,83	187	12,8	9,0
2	1455	76	0,68	112	24,3	8,6
3	1546	40	0,56	71	34,5	8,1
4	1576	21	0,46	46	44,2	7,8
5	1569	15	0,38	40	47,4	6,7
6	1579	8	0,31	26	57,1	6,7

In Abb. 13 ist die normierte Intensität der K_{α} -Linien von Molybdän und Kupfer als Funktion der Kupferfolienanzahl dargestellt. Bereits nach 6-7 Cu-Folienlagen ist die Sättigungsdicke erreicht.

Die Auswertung der Spektren zur Bestimmung der Dicke der Kupferfolie enthält die Tabelle 2.

Als Mittelwert für die Dicke der Kupferfolie ergibt sich: $d = 7,8 \mu\text{m}$ (Herstellerangabe: $d = 7,6 \mu\text{m}$). Die Dickenwerte (Spalte G) zeigen hier mit steigender Folienanzahl eine fallende Tendenz. Dies ist ein Hinweis darauf, dass die Methode der direkten Dickenbestimmung nur eingeschränkt angewendet werden kann.

Belegt man jedoch in den Abb. 3 bzw. 7 die x-Achsen mit den wahren Dickenwerten, so eignen sich die Kurven in der praktischen Anwendung als Kalibrierfunktionen.

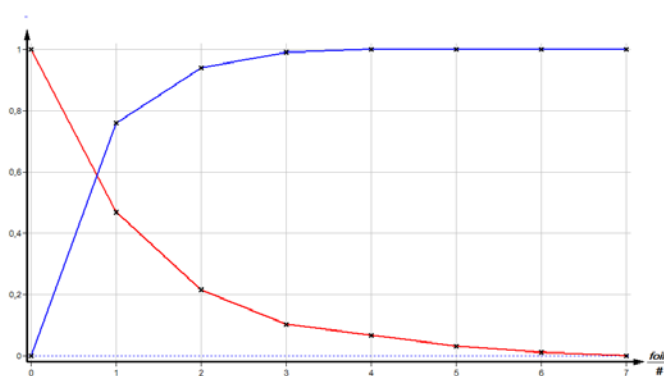


Abb. 11: Exponentieller Verlauf der Intensität der K_{α} -Fluoreszenzlinien von Molybdän und Kupfer in Abhängigkeit von der Anzahl n der aufgelegten Kupferfolien.