

Inhaltsverzeichnis

1	Aufgabenstellung.....	2
2	Grundlagen.....	3
2.1	Strahlung und Strahlenschutz.....	3
2.2	Röntgenstrahlen.....	5
2.3	Szintillationszähler und x-y-Schreiber.....	8
2.4	Kristallographie.....	9
3	Versuchsdurchführung.....	11
3.1	Fluoreszenzanalyse.....	11
3.2	h/e – Bestimmung.....	12
4	Protokoll.....	13
4.1	Liste der aufgezeichneten Kurven.....	13
4.2	Anmerkungen zu den aufgezeichneten Kurven.....	14
5	Messdaten.....	15
6	Auswertung/Ergebnisse.....	28
6.1	Röntgenfluoreszenz.....	28
6.2	Primärstrahlungsmessung.....	30
	Literaturverzeichnis.....	31

1 Aufgabenstellung

1. Benutzung eines Horizontalgoniometer HZG1 im Θ .. 2Θ Betrieb
2. GaAs Fluoreszenzspektrum aufnehmen
Bragreflexionen vorher berechnen
3. Diskriminierung der Ga- K_{α} und As- K_{α} Linie überprüfen
4. qualitativ Linienverhältnisse diskutieren ($c(\text{Ga}) = c(\text{As}) = 50\%$)
5. Elemente einer unbekanntes Substanz anhand des Fluoreszenzspektrums bestimmen
6. h/e bestimmen

2 Grundlagen

2.1 Strahlung und Strahlenschutz

Röntgenstrahlen haben auf biologisches Gewebe eine schädigende Wirkung aufgrund der Energieabsorption durch die Zellen (vgl. Tabelle 2, siehe unten). Deshalb müssen beim Umgang mit Röntgenstrahlen besondere Vorsichtsmaßnahmen beachtet werden. Die Intensität der Röntgenstrahlen ist antiproportional zum Abstandsquadrat und die Absorption ist proportional zum Quadrat der Kernladungszahl des absorbierenden Elementes (siehe Kapitel 2.2.3). Somit sollten zur Abschirmung möglichst dicke Materialien mit hoher Kernladungszahl (z.B. Blei) benutzt werden¹ und die Personen, die mit Röntgenstrahlen arbeiten müssen, möglichst große Abstände zu den Strahlen einhalten. Man kann Röntgenstrahlen durch folgende Dosimetrie Größen quantifizieren:

<i>Name</i>	<i>Bedeutung</i>	<i>Formelzeichen</i>	<i>Einheit</i>
Aktivität	Kernzerfall pro Sekunde	A	1 Becquerel = 1 Bq
Ionendosis	Fähigkeit der Strahlen Ionen zu erzeugen	I	1 Röntgen (ältere) = 1R 1 C/kg
Energiedosis	auf Materie übertragen Energie	D _E	1 Gray = 1Gy
Äquivalentdosis Körperdosis	biologische Wirkung der Strahlungsmenge	D _A = Q _F D _E Q _F = Qualitätsfaktor, für Röntgenstrahlung ist Q _F = 1	1 Sievert = 1 Sv

Tabelle 1: Dosimetrie Größen (siehe auch [2], [3])

<i>Dosis in Sv</i>	<i>Wirkung</i>
< 0,5	geringe vorübergehende Blutbildveränderung
0,8-1,2	Übelkeit & Erbrechen in 10 % der Fälle
4 - 5	50 % Todesfälle innerhalb 30 Tagen, Erholung der Überlebenden nach 6 Monaten
5,5 – 7,5	lethale Dosis (100 % Todesfälle)
50	schwere Nervenschädigungen, Tod innerhalb einer Woche

Tabelle 2: Strahleneffekte nach kurzzeitiger ganzkörperbestrahlung des Menschen mit Gammastrahlung (gleicher Qualitätsfaktor wie Röntgenstrahlung) (Quelle: [4])

¹ Blei schirmt bei gleicher Schichtdicke 1580 mal besser als Aluminium.(siehe [1], Kap. 7.5.3)

Der Grenzwert ionisierender Strahlung beträgt für die allgemeine Bevölkerung 1 mSv/a und für beruflich strahlenexponierte Personen maximal 20 mSv/a . Um die Grenzwerte bei diesem Praktikumsversuch nicht zu überschreiten, werden an verschiedenen Stellen in und an der Röntgenkammer regelmäßig Messungen der Dosisleistung bei geschlossenem Fenster der Röntgenröhre durchgeführt. An sämtlichen Referenzpunkten, die den gesamten dem Experimentator zugänglichen Bereich abdecken, konnten nicht mehr als $1,5 \text{ } \mu\text{Gy/h}$ (untere Nachweisgrenze) gemessen werden, während im Primärstrahl für die Strahlung etwa 1 Gy/s erreichbar sind.

Aus diesem Grund sind unter anderem folgende Schutzmaßnahmen gesetzlich vorgeschrieben (in der Röntgenschutzverordnung und Strahlenschutzverordnung):

- Die Röntgeneinrichtung muss sich in einem abgeschlossenen Raum befinden, der von außen sichtbar gekennzeichnet ist.
- Unnötige Verwendung von Röntgenstrahlung ist zu vermeiden.
- Die Strahlenbelastung ist durch technische und bauliche Maßnahmen gering zu halten.
- Abweichungen vom normalen Betriebsablauf sind umgehend Einrichtungsleiter zu melden.
- Eine Einweisung ist notwendig, um an der Röntgeneinrichtung zu arbeiten.

2.2 Röntgenstrahlen

Die erstmals von Wilhelm Conrad Röntgen 1895 entdeckten „X-Strahlen“ sind heute aus der Forschung, Medizin und Materialprüfung nicht mehr wegzudenken. Im folgenden Kapitel soll eine kurze Einführung in die im Praktikum benötigte Theorie gegeben werden.

2.2.1 Entstehung und Erzeugung

Röntgenstrahlen entstehen, wenn energiereiche Elektronen auf einen Festkörper auftreffen und abgebremst werden. Dafür nötige Elektronenstrahlen erzeugt man im allgemeinen in Röntgenröhren, indem durch Glühemission aus einer Heizwendel ausgelöste Elektronen mittels Hochspannung beschleunigt werden. Beim Auftreffen der Elektronen auf das Anodenmaterial werden die Elektronen von den Kernen abgebremst, ihre kinetische Energie wird in Form von Strahlung abgegeben. Deren maximale Energie beträgt entsprechend der Beschleunigungsspannung $e \cdot U$. Die minimale benötigte Beschleunigungsspannung beträgt ca. 10 kV, im Praktikum wird mit 10 bis zu 50 kV gearbeitet. Da der Wirkungsgrad Röntgenerzeugung ca. 1 % beträgt, werden 99 % der aufgewendeten Energie in Form von Wärme abgegeben, entsprechend muss die Anode gekühlt werden, um ihre Zerstörung zu verhindern.

Alternative Röntgenquellen sind Teilchenbeschleuniger (Linearbeschleuniger, Zyklotron), bei denen auch Röntgenenergien von über 1 MeV erreichbar sind, was mit Röntgenröhren aufgrund von Isolationsproblemen nicht möglich ist. Die Vorteile dieser Vielfachbeschleuniger sind neben der hohen Energie der zu erwartenden Strahlung auch der deutlich größere Wirkungsgrad (Röntgenröhre etwa 1 %, Zyklotron ca. 31 %) (vgl. [5], Kapitel 1.3). Weiterhin kann man zur Erzeugung monochromatischer Strahlung und zur Spektroskopie den Photoeffekt ausnutzen. Dabei tritt die sogenannte Röntgenfluoreszenz auf (siehe 2.2.4).

2.2.2 Emissionsspektrum

In der Röntgenröhre treffen die Elektronen nach der Beschleunigungsstrecke mit einer Kinetischen Energie von $e \cdot U$ auf das Anodenmaterial auf und werden dort abgebremst. Dabei geben sie ihre Energie in mehreren Stufen in Form von Röntgenquanten ab. Es ergibt sich ein kontinuierliches **Bremsspektrum**, dessen kleinste Wellenlänge $\lambda_0 = hc/eU$ auftritt, wenn die gesamte Energie eines Elektrons in ein einziges Röntgenquant umgewandelt wird.

Das Röntgenspektrum erreicht ein Intensitätsmaximum bei $\lambda_{\max} \approx 2 \cdot \lambda_0$ und fällt mit zunehmender Wellenlänge wieder ab, was man mit der Absorption in der Röntgenröhre erklären kann. Bei bestimmten Frequenzen treten außerdem noch deutlich zu erkennende Intensitätsspitzen auf. Man hat dafür die Bezeichnung **charakteristische Röntgenstrahlung** gewählt, da sie auf das Bohr'sche Atommodell zurückzuführen und deshalb charakteristisch für das Anodenmaterial ist.

Schlägt ein schnelles Elektron ein anderes aus einer inneren Schale heraus, wird der freie Platz von einem Elektron aus einer äußeren Schale besetzt. Dabei verliert das Elektron Energie, die es in Form eines Röntgenquants abgibt. Der Energiedifferenz des Elektrons vor und nach dem Sprung entspricht gerade die Wellenlänge der charakteristischen Röntgenstrahlung. Als Bezeichnung hat man vereinbart, dass diese Emissionslinien mit dem lateinischen Buchstaben der Schale niedrigerer Energie bezeichnet werden (z.B. K-Linie) und als Index einen griechischen Buchstaben erhalten, α , falls der Elektronenübergang von der nächsthöheren Schale stattfindet, β bei der übernächsten usw.

Da die Elektronen unterschiedliche Spins besitzen, können einzelnen Linien weiter aufgetrennt werden. So kann man z.B. die K_α auftrennen in $K_{\alpha 1}$ - und $K_{\alpha 2}$ -Linie. Mit der niedrigeren Zahl wird die Linie mit der höheren Intensität bezeichnet. Im Spektrum des jeweiligen Stoffes liegen diese Linien nicht weit auseinander z.B. bei Cu $\Delta\lambda(K_{\alpha 1}, K_{\alpha 2}) = 0,003 \text{ \AA}$.

2.2.3 Absorptionsspektrum

Beim Durchgang durch Materie werden Röntgenstrahlen in der Intensität I exponentiell geschwächt, wobei $I(x) = I_0 e^{-\mu x}$ mit Schwächungskoeffizienten μ . Dabei unterscheidet man:

1. Schwächung durch elastische Streuung (Bragg-Streuung)
2. Schwächung durch Absorption, wobei
 - a) Photoeffekt (überwiegt im langwelligeren Bereich bis ca. 500 keV),
 - b) unelastische Streuung (Compton-Streuung; überwiegt im Bereich von ca. 500 keV bis 5 MeV) und
 - c) Paarbildung (relevant für kurze Wellenlängen (Photonenenergie $> 1 \text{ MeV}$)

möglich sind.

Da im Praktikumsversuch mit Beschleunigungsspannungen von maximal 50 kV gearbeitet wurde, können die Punkte b) und c) vernachlässigt werden (Punkt 1 wird in Kapitel 2.4 genauer behandelt.).

In diesem Fall setzt sich der Schwächungskoeffizient aus $\mu = \tau + \sigma$ zusammen, mit τ als Absorptionskoeffizient und σ als Streukoeffizient. Für einen bekannten chemischen Stoff oder ein bekanntes Stoffgemisch kann man den Massenschwächungs- bzw. Massenabsorptionskoeffizienten τ/ρ (ρ ist die Dichte dieses Stoff(gemisch)es) definieren. Näherungsweise findet man für $\tau/\rho = C \cdot \lambda^3 \cdot Z^3$, mit streckenweise konstantem, jedoch sich bei bestimmten, stoffcharakteristischen λ_{ak} sprunghaft änderndem Proportionalitätsfaktor C . Diese Sprungstellen nennt man Absorptionskanten des jeweiligen Stoffes. Dort reicht die Energie der Röntgenquanten gerade aus, um Elektronen aus einer tieferen Schale herauszulösen. Für die Frequenzen ν_{ak} der Absorptionskanten hat Henry G.J. Moseley eine quadratische Proportionalität zur Kernladungszahl Z von $\nu = K_n(Z-S)^2$ gefunden ([1], Kap. 7.5), wobei K_n ein von der Hauptquantenzahl abhängiger Proportionalitätsfaktor ist. Die Abschirmzahl S korrigiert die Kernladungszahl Z auf die effektive, auf das entsprechende Elektron wirkende Kernladungszahl $Z_{eff} = Z - S$. Man kann weiterhin das Verhältnis aus Absorptionskoeffizi-

enten links und rechts der Linie als Größe des Absorptionssprungs v definieren.

Die Absorptionskanten lassen sich ausnutzen, um bestimmte Frequenzen einer Röntgenquelle zu unterdrücken und so eine hinreichend monochromatische Röntgenstrahlung erzeugen. Man benutzt bei Cu-Röhren meist einen Ni-Filter, der das Bremspektrum und die K_{β} – Linie stärker absorbiert als die K_{α} – Linie (vgl. Abbildung 1), wodurch man eine für die meisten Anwendungen ausreichende monochromatische Röntgenstrahlung erhält.

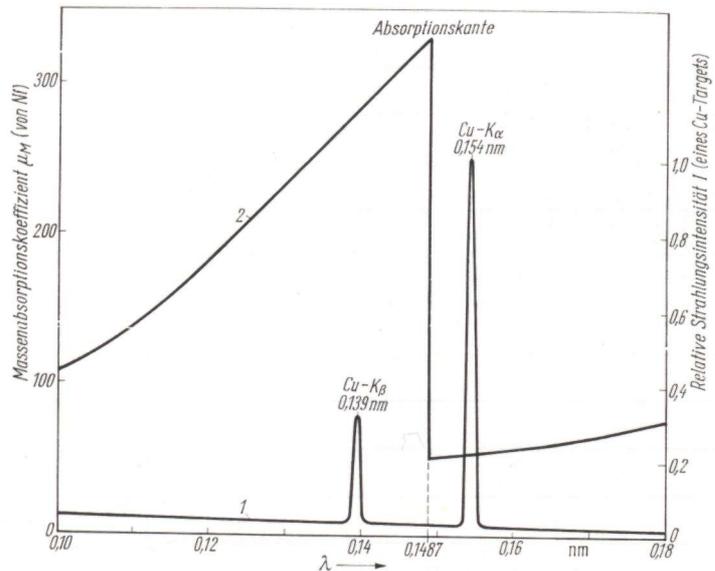


Abbildung 1: Absorptionskante: Absorption der K_{β} -Komponente der charakteristischen Röntgenstrahlung von einem Cu-Target durch einen Nickelfilter;

1. Emissionsspektrum von Kupfer
2. Absorptionsspektrum von Nickel

aus [6], Seite 335

2.2.4 Röntgenfluoreszenz

Treffen Röntgenstrahlen auf ein Probenmaterial, können sie Elektronen aus den inneren Schalen der Atome herausschlagen. Elektronen der höheren Schalen nehmen deren Plätze ein und emittieren dabei (analog Kapitel 2.2.2) die freiwerdende Energie in Form von Röntgenquanten, deren Energien den charakteristischen Emissionslinien entsprechen. Daher können über Röntgenfluoreszenz Probenzusammensetzungen festgestellt werden, indem man die charakteristischen Linien den zugehörigen Elementen zuordnet.

2.3 Szintillationszähler und x-y-Schreiber

2.3.1 Szintillationszähler

Zur Detektion der Röntgenstrahlung wird ein Szintillationszähler verwendet. Dabei handelt es sich um eine Kombination aus Szintillationsdetektor, Sekundärelektronenvervielfacher (SEV) und Impulszähler.

Die Funktionsweise des Szintillationsdetektors ist in Abbildung 2 skizziert: Ein auf den Szintillationskristall (1) (hier: NaJ) auftreffendes Röntgenphoton erzeugt durch Fluoreszenz (vgl. Kap. 2.2.4) Lichtquanten, die über einen Lichtleiter (2) auf die Fotokatode (3) treffen. Die dort durch Fotoeffekt entstehenden freien Elektronen erzeugen am Ausgang des SEVs einen meßbaren Spannungsimpuls, der vom Impulszähler registriert wird.

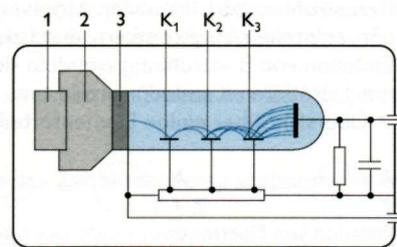


Abbildung 2: Szintillationsdetektor:
Aufbauskinne (aus [0] S. 328)

Zur Vermeidung von Störeinflüssen ist der Kristall von einer absorbierenden Schicht umgeben, die von einer Eintrittsöffnung für die zu messende Strahlung unterbrochen ist.

Am Impulszähler wird ein Energiefenster festgelegt, das durch Pegel und Kanalbreite charakterisiert wird. Dabei werden alle Impulse registriert, deren Energie im Intervall von Pegel – Kanalbreite/2 bis Pegel + Kanalbreite/2 liegen. Der Parameter „Verstärkung“ ist dabei so zu wählen, daß das gesamte Energiespektrum im o.g. Intervall enthalten ist. Sinnvollerweise sind die Parameter so zu wählen, daß beim Aufzeichnen der Messdaten das Rauschen möglichst klein ausfällt.

2.3.2 x-y-Schreiber

Der Impulszähler kann seine Zählergebnisse (z.B. Impulse/Sekunde) in ein Spannungssignal wandeln, das an die y-Ablenkung eines x-y-Schreibers angeschlossen wird. Für die x-Ablenkung können wahlweise eine Zeitrampe oder ein mit der Drehung des Braggkristalls (vgl. Kapitel 2.4) gekoppelter variabler Widerstand genutzt werden.

2.4 Kristallographie

2.4.1 Kristallgitter, Elementarzelle, Kristallkoordinatensystem

Ideale Kristalle lassen sich durch ein räumliches Gitter darstellen, auf dessen Gitterpunkten die Kristallbausteine (Atome) sitzen. Das kleinste Raumelement, das bei periodischer räumlicher Wiederholung dieses Kristallgitter erzeugt, bezeichnet man als **Elementarzelle**. Es handelt sich dabei im Allgemeinen um ein Parallelepiped, das durch die Längen seiner Kanten a , b , c und deren Winkel zueinander, α , β und γ , charakterisiert ist.

Definiert man ein „Kristallkoordinatensystem“ mit Ursprung in einer Ecke der Elementarzelle und den Einheitsvektoren mit Längen a , b und c auf 3 weitere Eckpunkte der Elementarzelle weisend, so können allen Gitterbausteinen innerhalb dieser Zelle eindeutige Koordinaten zugewiesen werden.

2.4.2 Netzebenen, Netzebenenabstand, Miller'sche Indizes

Ebenen, die durch (mindestens 3 nicht auf einer Geraden liegende) Gitterpunkte des Kristallgitters gegeben sind, bezeichnet man als Netzebenen. Der Abstand einer solchen Ebene zur nächsten parallelen Netzebene wird als Netzebenenabstand d bezeichnet. Man charakterisiert die Netzebenen üblicherweise durch die ganzzahligen, teilerfremden reziproken Werte der Achsenabschnitte im Kristallkoordinatensystem, die sogenannten Miller'schen Indizes h^m , k^m , l^m (m wie Miller).

Der Netzebenenabstand ergibt sich für orthogonale Gitter zu

$$d_{h,k,l} = \frac{1}{\sqrt{\left(\frac{h^m}{a}\right)^2 + \left(\frac{k^m}{b}\right)^2 + \left(\frac{l^m}{c}\right)^2}}$$

2.4.3 Beugung am Kristall, Bragggleichung, Strukturfaktor

Durch Beugung an den Gitterebenen ergibt sich nach Bragg folgende Bedingung für positive Interferenz:

$$n\lambda = 2d_{h,k,l} \sin \Theta$$

Wobei $d_{h,k,l}$ der Netzebenenabstand, h , k , l die Miller'schen Indizes, λ die Wellenlänge und Θ der Einfallswinkel am Bragg-Kristall ist.

Dabei ist die Intensität I proportional dem Betragsquadrat des Strukturfaktors F , der nur von der Elementarzelle abhängig ist. Es gilt:

$$F(h, k, l) = \sum_{n=1}^N f_n(h, k, l) e^{2\pi i(hx_n + ky_n + lz_n)}$$

dabei bezeichnet f_n den Atomformfaktor (winkelabhängiges Streuvermögen für n -tes Atom, auf Streuung des freien Elektrons bezogen), x_n , y_n , z_n die Koordinaten des n -ten Atoms im Elementarzellenkoordinatensystem und h , k , l die Laue-Indizes, die sich aus den Miller'schen Indizes durch Multiplikation mit der Beugungsordnung ergeben.

Insbesondere ergibt sich für kubisch-flächenzentrierte Kristalle wie den im Versuch verwendeten LiF-Einkristall durch Einsetzen von $(x,y,z) \in \{(0,0,0), (\frac{1}{2},\frac{1}{2},0), (0,\frac{1}{2},\frac{1}{2}), (\frac{1}{2},0,\frac{1}{2})\}$

$$F(h, k, l) = f(1 + e^{\pi i(h+k)} + e^{\pi i(k+l)} + e^{\pi i(l+h)})$$

und damit Auslöschung aller Röntgenreflexe, für die h, k, l sowohl gerade, als auch ungerade Zahlen enthalten. Für die Beugung an (1,0,0)-Ebenen folgt somit $(h, k, l) = (n, 0, 0)$, weshalb jede ungerade Beugungsordnung ausgelöscht wird.

3 Versuchsdurchführung

3.1 Fluoreszenzanalyse

Die aus einer Röntgenröhre mit Silberanode (1) austretende Röntgenstrahlung trifft auf die zu untersuchende Probe (2), wobei Fluoreszenzstrahlung entsteht. Diese wird mittels eines Sollerblenden-Kollimators (3) parallelisiert.

Ein automatisch (über einen Motor mit verschiedenen einstellbaren Geschwindigkeiten) wie auch manuell drehbarer Braggkristall aus Lithiumfluorid beugt die Röntgenstrahlung abhängig von der Wellenlänge (vgl. Kap. 2.4).

Da der Szintillationsdetektor (6) stets unter 2θ gegen den am Braggkristall einfallenden Strahl steht, wenn der Einfallswinkel am Kristall θ beträgt, registriert er jeweils die Photonen der Wellenlänge, die über die Bragg-Gleichung dem Winkel θ zugeordnet werden kann.

Am Szintillationsdetektor mit SEV ist ein Impulszähler mit x-y-Schreiber angeschlossen.

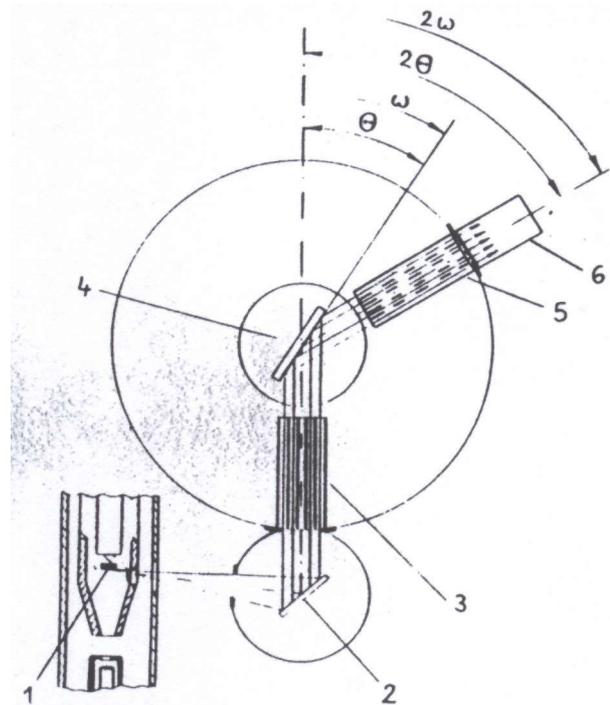


Abbildung 3: Versuchsanordnung: Aus [7]

3.1.1 Impulsspektrum

Um zu überprüfen, ob die am Impulszähler eingestellten Parameter den Bedingungen aus Kapitel 2.3.1 genügen, wird ein Impulsspektrum aufgenommen. Dabei wird der Winkel des Braggkristalls bei hoher Intensität festgehalten und der zusätzliche Betriebsmodus „Spektrometer“ aktiviert. Bei geringer Kanalbreite wird der Pegel automatisch in kleinen Schritten erhöht. Wird dabei an die x-Ablenkung des Schreibers die Zeitrampe angeschlossen, so erhält man eine Auftragung der Impulsdichte über den Energieintervallen für den eingestellten Winkel.

3.1.2 Energiespektrum

Zur Aufnahme des Energiespektrums der Fluoreszenzprobe wird mit Hilfe des Motors ein gewählter Winkelbereich durchlaufen und mittels der Zeitrampe eine entsprechende x-Ablenkung am x-y-Schreiber angelegt. Damit wird die Intensität über dem Winkel und damit der Wellenlänge aufgetragen.

3.2 h/e – Bestimmung

Zur h/e -Bestimmung werden folgende Veränderungen am Aufbau vorgenommen:

Anstelle der Fluoreszenzprobe und des Sollerblendenkollimators wird ein Blendensystem eingesetzt aus zwei Spaltblenden mit einer Spaltbreite von jeweils 0,1 mm und einer Lochblende mit einem Durchmesser der Öffnung von ca. 1 mm. Zusätzlich wird vor dem Detektor eine Spaltblende angebracht.

Nun wird bei verschiedenen Beschleunigungsspannungen das Energiespektrum aufgenommen. Es reicht aus, den Bereich um die minimale Wellenlänge des Bremsspektrums darzustellen, da durch den Zusammenhang $e \cdot U = h \cdot c / \lambda_0$ die Gleichung $h/e = U \cdot \lambda_0 / c$ gegeben ist.

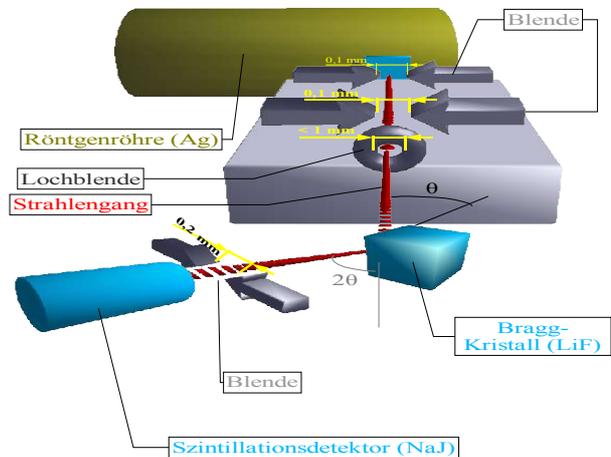


Abbildung 4: Aufbau zur h/e -Bestimmung

4 Protokoll

4.1 Liste der aufgezeichneten Kurven

1. 5.11. – GaAs – Spektrum 5° .. 70° - Probeaufzeichnung
2. 6.11. – 2. Ordnung GaAs 13° .. 21°
3. 6.11. – 4. Ordnung GaAs 31° .. 43°
4. 6.11. – 4. Ordnung Ga K_α $41,3^\circ$.. $42,3^\circ$
5. 12.11. – 6. Ordnung As K_α 61° .. $61,8^\circ$
6. 12.11. – Impulsspektrum GaAs bei 0°
7. 12.11. – Impulsspektrum Röntgenfilm bei 0°
8. 13.11. – Impulsspektrum Eisenoxyd bei 0° und K_α
9. 13.11. – Impulsspektrum 50 ct Münze bei 0°
10. 13.11. – Fluoreszenzspektrum 50 ct Münze 5° .. 40° (Rampenfehler)
11. 13.11. – Fluoreszenzspektrum 50 ct Münze 14° .. 32°
12. 19.11. – Fluoreszenzspektrum 50 ct Münze 5° .. 60°
13. 19.11. – h/e – Bestimmung; Primärstrahl, ohne Filter 4° .. 20°
14. 19.11. – Eichung Integrationszeit 1s/5s
15. 19.11. – Bremsspektrum der Röntgenröhre für verschiedene Spannungen
16. 20.11. – Silberspektrum der Röhre mit und ohne Zr-Filter zur Winkelkalibrierung

4.2 Anmerkungen zu den aufgezeichneten Kurven

5.11. – GaAs – Spektrum 5° .. 70° - Probeaufzeichnung

- Kurvenaufzeichnung als Probe, deshalb keine detaillierte Auswertung

13.11. – Fluoreszenzspektrum 50 ct Münze 5° .. 40° (Rampenfehler)

- Fehler bei der Kurvenaufzeichnung, Auswertung siehe 12.

19.11. – Eichung Integrationszeit 1s/5s

- Integrationszeit von 5s ergab zu hohe Verzögerung, aber kleineren statistischen Fehler; daher verwendeten wir als Kompromiß 2s

19.11. – h/e Primärstrahlreflexion ohne Filter 4° .. 20°

- Aufzeichnung des Bremspektrum, Auswertung und Linienbestimmung siehe 16.

Vergleichswerte für Wellenlängen der charakteristischen Linien [8] und [9] entnommen.

5 Messdaten

2. 06.11. – 2. Ordnung GaAs 13° .. 21°

Gradzahlminimum: 13 ±2,0E-2 HB – Halbwertsbreite
 Gradzahlmaximum: 21 ±2,0E-2
 Differenz [cm] 31,55 ±1,0E-1
 1 cm ° 0,2536 ±2,1E-3

Linie	Länge [cm]	Winkel [°]	λ [Å]	$\lambda_{lit.}$ [Å]	Energie [keV]	Intensität [cm]	rel. Intensität	HB [cm]	HB [°]	HB [Å]
As K β	9,00	15,28	1,0611	1,0572	11,67	1,6	10,3%	0,6	0,15	0,0107
As K α	15,90	17,03	1,1792	1,1770	10,5	7,4	47,4%	0,7	0,18	0,0125
Ga K β	17,60	17,46	1,2081	1,2078	10,25	3,25	20,8%	0,6	0,15	0,0107
Ga K α	25,65	19,5	1,3442	1,3410	9,21	15,6	100,0%	0,6	0,15	0,0107

relative Fehler:				relative Abweich.			
As K β	3,3%	1,1%	1,0%	0,37%	1,03%	12,50%	13,8%
As K α	1,9%	0,9%	0,9%	0,19%	0,92%	2,70%	4,0%
Ga K β	1,7%	0,9%	0,9%	0,03%	0,90%	6,15%	7,4%
Ga K α	1,2%	0,8%	0,8%	0,24%	0,80%	1,28%	2,6%

Fehler:				absolute Abweich.			
As K β	0,30	±1,6E-1	±1,1E-2	0,0039	±1,2E-1	0,2	1,4%
As K α	0,30	±1,6E-1	±1,1E-2	0,0022	±9,7E-2	0,2	1,9%
Ga K β	0,30	±1,6E-1	±1,1E-2	0,0003	±9,2E-2	0,2	1,5%
Ga K α	0,30	±1,6E-1	±1,1E-2	0,0032	±7,3E-2	0,2	2,6%

Länge = x-Auslenkung, gemessen vom Gradzahlminimum

Differenz = Länge vom vermessenen Gradzahlminimum bis zum Gradzahlmaximum

3. 06.11. – 4. Ordnung GaAs 31° .. 43°

Gradzahlminimum: 31 ±2,0E-2 HB – Halbwertsbreite
 Gradzahlmaximum: 43 ±2,0E-2
 Differenz [cm] 36,5 ±1,0E-1
 1 cm ° 0,3288 ±2,0E-3

Linie	Länge [cm]	Winkel [°]	λ [Å]	λ_{lit} [Å]	Energie [keV]	Intensität [cm]	rel. Intensität	HB [cm]	HB [°]	HB [Å]
As K β	2,30	31,76	1,0595	1,0572	11,69	3,25	15,1%	0,4	0,13	0,0092
As K α_1	15,40	36,06	1,1850	1,1758	10,45	10,8	50,2%	0,4	0,13	0,0092
As K α_2	15,90	36,23	1,1897	1,1798	10,41	5,9	27,4%		0	0,0000
Ga K β	19,00	37,25	1,2184	1,2078	10,16	6,05	28,1%	0,4	0,13	0,0092
Ga K α_1	33,00	41,85	1,3430	1,3400	9,22	21,5	100,0%	0,4	0,13	0,0092
Ga K α_2	33,50	42,01	1,3473	1,3439	9,19	11,55	53,7%		0	0,0000

Intensität As K α_2 /As K α_1
 54,6%

relative Fehler:				relative Abweich.			
As K β	13,04%	0,60%	1,08%	0,21%	1,08%	6,15%	7,9%
As K α_1	1,95%	0,53%	0,92%	0,78%	0,92%	1,85%	3,6%
As K α_2	1,89%	0,53%	0,91%	0,84%	0,91%	3,39%	5,1%
Ga K β	1,58%	0,51%	0,88%	0,87%	0,88%	3,31%	5,0%
Ga K α_1	0,91%	0,46%	0,75%	0,23%	0,75%	0,93%	2,7%
Ga K α_2	0,90%	0,46%	0,74%	0,25%	0,74%	1,73%	3,5%

Fehler:				absolute Abweich.			
As K β	0,30	±1,9E-1	±1,1E-2	0,0023	±1,3E-1	0,2	1,2%
As K α_1	0,30	±1,9E-1	±1,1E-2	0,0092	±9,6E-2	0,2	1,8%
As K α_2	0,30	±1,9E-1	±1,1E-2	0,0099	±9,5E-2	0,2	1,4%
Ga K β	0,30	±1,9E-1	±1,1E-2	0,0106	±8,9E-2	0,2	1,4%
Ga K α_1	0,30	±1,9E-1	±1,0E-2	0,0030	±6,9E-2	0,2	2,7%
Ga K α_2	0,30	±1,9E-1	±1,0E-2	0,0034	±6,8E-2	0,2	1,9%

4. 06.11. – 4. Ordnung Ga K α 41,3° .. 42,3°

Gradzahlminimum: 41,3 $\pm 2,0E-2$ HB – Halbwertsbreite hier nicht messbar
 Gradzahlmaximum: 42,3 $\pm 2,0E-2$
 Differenz [cm] 33,9 $\pm 1,0E-1$
 1 cm $^{\circ}$ 0,02950 $\pm 1,3E-3$

Linie	Länge [cm]	Winkel [°]	λ [Å]	λ_{lit} [Å]	Energie [keV]	Intensität [cm]	rel. Intensität
Ga K α 1	14,25	41,72	1,3396	1,3400	9,24	19,85	100,0%
Ga K α 2	19,35	41,87	1,3436	1,3439	9,21	11,65	58,7%

relative Fehler:				relative Abweich.			
Ga K α 1	4,2%	0,193%	0,3157%	-0,027%	0,3157%	1,01%	2,7%
Ga K α 2	3,1%	0,193%	0,3141%	-0,024%	0,3141%	1,72%	3,4%

Fehler:				absolute Abweich.			
Ga K α 1	0,60	$\pm 8,1E-2$	$\pm 4,2E-3$	-0,0004	$\pm 2,9E-2$	0,2	2,7%
Ga K α 2	0,60	$\pm 8,1E-2$	$\pm 4,2E-3$	-0,0003	$\pm 2,9E-2$	0,2	2,0%

0,5 cm Linienbreite
 0,1 cm Ablesefehler

5. 12.11. – 6. Ordnung As K α 61° .. 61,8°

Gradzahlminimum: 61 $\pm 2,0E-2$ HB – Halbwertsbreite
 Gradzahlmaximum: 61,8 $\pm 2,0E-2$
 Differenz [cm] 25,2 $\pm 1,0E-1$
 1 cm $^{\circ}$ 0,03175 $\pm 1,7E-3$

Linie	Länge [cm]	Winkel [°]	λ [Å]	λ_{lit} [Å]	Energie [keV]	Intensität [cm]	rel. Intensität	HB [cm]	HB [°]	HB [Å]
As K α 1	6,60	61,21	1,1761	1,1758	10,53	22	100,0%	4	0,13	0,0089
As K α 2	17,60	61,56	1,1800	1,1798	10,49	10,5	47,7%	4	0,13	0,0089

relative Fehler:				relative Abweich.			
As K α 1	9,1%	0,134%	0,2366%	0,026%	0,2366%	0,91%	2,8%
As K α 2	3,4%	0,134%	0,2332%	0,019%	0,2332%	1,90%	3,8%

Fehler:				absolute Abweich.			
As K α 1	0,60	$\pm 8,2E-2$	$\pm 2,8E-3$	0,0003	$\pm 2,5E-2$	0,2	2,8%
As K α 2	0,60	$\pm 8,2E-2$	$\pm 2,8E-3$	0,0002	$\pm 2,4E-2$	0,2	1,8%

0,5 cm Linienbreite
 0,1 cm Ablesefehler

6. 12.11. – Impulsspektrum 2. Ordnung Ga $K\alpha$ / As $K\alpha$ 17,02°

Ga

maximale Impulszahl bei ca. 45%
Impulsdichte größer als Rauschen von 20% - 70%
Halbwertsbreite 10%
somit erfassen eingestellter Pegel, Bandbreite und Verstärkung bei der Messung der Fluoreszenz, alle ankommenden Impulse

As

maximale Impulszahl bei ca. 50%
Impulsdichte größer als Rauschen von 20% - 80%
Halbwertsbreite 12%
somit erfassen eingestellter Pegel, Bandbreite und Verstärkung bei der Messung der Fluoreszenz, alle ankommenden Impulse

7. 12.11. – Impulsspektrum Röntgenfilm

Verstärkung 50

maximale Impulszahl bei ca. 55% und nochmal höher (von 80% bis 90% wieder ansteigend) eingestellter Pegel, Bandbreite und Verstärkung erfassen bei der Messung der Fluoreszenz nicht alle ankommenden Impulse

Verstärkung 30

maximale Impulszahl bei ca. 31% und 55%
Impulsdichte größer als Rauschen von 15% - 80%
misst man das Fluoreszenzspektrum eines Röntgenfilms (AgBr) so muss die Verstärkung auf 30 herabgesetzt werden um alle Impulse aufnehmen zu können

Br K α 15,02 °

maximale Impulszahl bei ca. 35%
Impulsdichte größer als Rauschen von 15% - 55%
Halbwertsbreite 7%

Ag K α 8,05 °

maximale Impulszahl bei ca. 62%
Impulsdichte größer als Rauschen von 30% - 85%
Halbwertsbreite 15%

8. 13.11. – Impulsspektrum Eisenoxid

Verstärkung 50

maximale Impulszahl bei ca. 28%
Impulsdichte größer als Rauschen von 10% - 50%
Halbwertsbreite 8%
eingestellter Pegel, Bandbreite und Verstärkung erfassen bei der Messung der Fluoreszenz alle ankommenden Impulse

Verstärkung 30

maximale Impulszahl bei ca. 15%
Impulsdichte größer als Rauschen von 5% - 25%
Halbwertsbreite 5%
bei Eisenoxid sollte man Verstärkung 30 nicht verwenden, da aufgrund der geringen Impulsbreite und des niedrigen Impulanfangs die Messung nicht genau ist

Fe K α

maximale Impulszahl bei ca. 30%
Impulsdichte größer als Rauschen von 10% - 50%
Halbwertsbreite 8%

9. 13.11. – Impulsspektrum 50 ct Münze

Verstärkung 50

maximale Impulszahl bei ca. 35%

Impulsdichte größer als Rauschen von 10% - 60%

Halbwertsbreite 10%

Verstärkung 50 kann für die Fluoreszenzmessung verwendet werden

Verstärkung 30

maximale Impulszahl bei ca. 20%

Impulsdichte größer als Rauschen von 5% - 35%

Halbwertsbreite 7%

Verstärkung 30 könnte verwendet werden, genauere Messung aber durch Verstärkung 50

11. 13.11. – 2. Ordnung 50 ct Münze 14° .. 32°

Gradzahlminimum: 14 ±0,02 HB – doppelte Halbwertsbreite
 Gradzahlmaximum: 32 ±0,02
 Differenz [cm] skalierung nicht linear
 1 cm ° skalierung nicht linear

Winkel [°]	λ [Å]	Energie [keV]	Intensität [cm]	relative Intensität	HB [°]	HB [Å]	Linie	λ_{lit} [Å]
22,54	1,5433	8,022	1,6	10,3%	?	0,0000	Cu K α (1)	1,5417
20,31	1,3974	8,859	7,4	47,4%	?	0,0000	Cu K β (1)	1,3921
21,00	1,4428	8,581	3,25	20,8%	0,16	0,0112	Zn K α (1)	1,4330
18,72	1,2921	9,581	15,6	100,0%	0,28	0,0197	Zn K β (1)	1,2934

rel. Fehler								rel. Abweich.
0,90%	0,92%	0,92%	12,50%	13,8%			Cu K α (1)	0,10%
1,01%	1,03%	1,03%	2,70%	4,0%			Cu K β (1)	0,38%
0,98%	1,00%	1,00%	6,15%	7,4%			Zn K α (1)	0,68%
1,10%	1,12%	1,12%	1,28%	2,6%			Zn K β (1)	-0,10%

abs. Fehler								abs. Abweich.
0,20	0,0142	0,074	0,2	1,4%			Cu K α (1)	0,0016
0,21	0,0144	0,091	0,2	1,9%			Cu K β (1)	0,0053
0,21	0,0144	0,086	0,2	1,5%			Zn K α (1)	0,0098
0,21	0,0144	0,107	0,2	2,6%			Zn K β (1)	-0,0013

Daten aus:
 Kaye & Laby – Tables Of Physical And Chemical Constants

12. (10) 19.11. – Fluoreszenzspektrum 50 ct Münze 5° .. 60°

Gradzahlminimum: 5 ± 0,02 HB – doppelte Halbwertsbreite
 Gradzahlmaximum: 55 ± 0,02
 Differenz [cm] skalierung nicht linear
 1 cm ° skalierung nicht linear

Winkel [°]	λ [Å]	Energie [keV]	Intensität [#]	relative Intensität	HB [°]	HB [Å]	Linie	λ_{lit} [Å]
20,37	1,4014	8,834	530	28,1%	0,19	0,0134	Cu K β (1)	1,3921
21,02	1,4441	8,573	176	9,3%	0,19	0,0134	Zn K α (1)	1,4330
22,59	1,5465	8,005	1884	100,0%	0,19	0,0134	Cu K α (1)	1,5417
43,92	1,3963	8,866	59	3,1%	0,19	0,0134	Cu K β (1)	1,3921
50,11	1,5445	8,015	192	10,2%	0,29	0,0204	Cu K α (1)	1,5417

rel. Fehler								rel. Abweich.
1,01%	1,03%	1,03%	4,34%	6,6%			Cu K β (1)	0,67%
0,98%	1,00%	1,00%	7,54%	9,8%			Zn K α (1)	0,77%
0,91%	0,93%	0,93%	2,30%	4,6%			Cu K α (1)	0,31%
0,47%	1,03%	1,03%	13,02%	15,3%			Cu K β (1)	0,30%
0,41%	0,93%	0,93%	7,22%	9,5%			Cu K α (1)	0,18%

abs. Fehler								abs. Abweich.
0,21	0,0144	0,091	23	1,9%			Cu K β (1)	0,0093
0,21	0,0144	0,086	13	0,9%			Zn K α (1)	0,0111
0,21	0,0144	0,075	43	4,6%			Cu K α (1)	0,0048
0,21	0,0144	0,092	8	0,5%			Cu K β (1)	0,0042
0,21	0,0144	0,075	14	1,0%			Cu K α (1)	0,0028

Daten aus:
 Kaye & Laby – Tables Of Physical And Chemical Constants

13. 19.11. – Bremspektrum der Röntgenröhre 4° .. 20°

Gradzahlminimum: 4,00 ± 0,020
 Gradzahlmaximum: 12,00 ± 0,020
 Differenz [cm] 15,20 ± 0,100
 1 cm ° 0,53 ± 0,006

Theorie

Linie	Länge [cm]	Winkel [°]	Wellenlänge [Å]	Energie [keV]	Energie [keV]
Agβ1	5,60 ± 0,30	6,95 ± 0,27	0,4870 ± 0,0189	25,42 ± 0,99	24,943
Ag α1	7,30 ± 0,30	7,84 ± 0,27	0,5493 ± 0,0188	22,54 ± 0,77	22,163

Winkelkorrektur: -0,06 °

Linie	Länge [cm]	Winkel [°]	Wellenlänge [Å]	Energie [keV]	Energie [keV]
Agβ1	5,60 ± 0,30	6,89 ± 0,27	0,4828 ± 0,0189	25,64 ± 1,00	24,943
Agα1	7,30 ± 0,30	7,78 ± 0,27	0,5451 ± 0,0188	22,71 ± 0,78	22,163

Daten aus:
 Kaye & Laby – Tables Of Physical And Chemical Constants

1 cm ° 0,26087

Theorie

Linie	Länge [cm]	Winkel [°]	Wellenlänge [Å]	Energie [keV]	Energie [keV]	Winkel [°]
Zr K-Kante	23,80 ± 0,05	10,18 ± 0,01	0,7116 ± 0,0009	17,398 ± 0,02	17,997	9,84
Cd b1	12,30 ± 0,05	7,26 ± 0,01	0,5088 ± 0,0009	24,333 ± 0,04	26,095	6,77
Ag b1	13,20 ± 0,10	7,46 ± 0,03	0,5227 ± 0,0018	23,684 ± 0,08	24,943	7,08
cd a1	15,90 ± 0,10	8,15 ± 0,03	0,5706 ± 0,0018	21,697 ± 0,07	23,173	7,63
Ag a1	16,85 ± 0,10	8,41 ± 0,03	0,5888 ± 0,0018	21,025 ± 0,07	22,163	7,98

Winkelkorrektur: -0,42 °

Linie	Länge [cm]	Winkel [°]	Wellenlänge [Å]	Energie [keV]	Energie [keV]	Winkel [°]
Zr K-Kante	23,80 ± 0,10	10,18 ± 0,03	0,7116 ± 0,0018	17,398 ± 0,04	17,997	9,84
Cd b1	12,30 ± 0,10	7,26 ± 0,03	0,5088 ± 0,0018	24,333 ± 0,09	26,095	6,77
Ag b1	13,20 ± 0,10	7,46 ± 0,03	0,5227 ± 0,0018	23,684 ± 0,08	24,943	7,08
cd a1	15,90 ± 0,10	8,15 ± 0,03	0,5706 ± 0,0018	21,697 ± 0,07	23,173	7,63
Ag a1	16,85 ± 0,10	8,41 ± 0,03	0,5888 ± 0,0018	21,025 ± 0,07	22,163	7,98

Daten aus:
 Kaye & Laby – Tables Of Physical And Chemical Constants

6 Auswertung/Ergebnisse

6.1 Röntgenfluoreszenz

6.1.1 Gallium-Arsenid-Probe

Linie	λ in Å	$\Delta\lambda/\lambda$	$\lambda_{\text{theoretisch}}^2$	$ \lambda - \lambda_{\text{theo}} /\lambda_{\text{theo}}$
Ga – K α 1	1,3396	0,32%	0,3400	0,027%
Ga – K α 2	1,3436	0,32%	0,3439	0,024%
Ga – K β	1,2081	0,9%	1,2078	0,03%
As – K α 1	1,1761	0,24%	1,1798	0,026%
As – K α 2	1,1800	0,24%	1,1798	0,019%
As – K β	1,0595	1,1%	1,0572	0,21%

Die Intensität der As-K α betrug bei der Messung ca. 50 % der Intensität der Ga-K α Linie. Da das Konzentrationsverhältnis dieser Elemente in der Probe 1:1 beträgt, wäre eine gleiche Intensität der Linien zu erwarten. Da allerdings die As-K α -Linie wesentlich stärker von Gallium und Arsen absorbiert wird, als die Ga-K α -Linie (ca. 2,7:1), weil zwischen den beiden Linien die Absorptionskante von Gallium liegt, wird Arsen deutlich stärker geschwächt. Weiteren Einfluß auf die Intensität der Linien hat die wellenlängenabhängige Absorption im Braggkristall und im Detektor.

Die Überprüfung der Diskriminierung ergab, daß bei den verwendeten Parametern die Kanalbreite (50,8 %) deutlich über dem dreifachen der Halbwertsbreite (ca. 10 % Ga-K α , ca. 12 % As-K α) lag, der Pegel jedoch nicht in den Nulleffekt hineinreichte. Somit ist sichergestellt, daß nahezu alle Impulse registriert wurden, ohne durch den Nulleffekt gestört zu werden.

6.1.2 Weitere Proben

Zur Verdeutlichung der Einflüsse der Parameter wurden Impulsspektren zu weiteren Proben aufgenommen. Untersucht wurden Eisenoxypulver und Röntgenfilmplättchen. Dabei ergab sich beim Untersuchen des Röntgenfilms, daß der Verstärkungsfaktor 50 zu groß war, um alle signifikanten Impulse zu erfassen; Für die Eisenoxyprobe konnte hingegen eine Verstärkung von 50 genutzt werden. Bei einer Aufnahme des Fluoreszenzspektrums ist somit zu Berücksichtigen, daß im Allgemeinen die Parameter bei jeder Probe neu überprüft werden müssen.

2 aus [8]

6.1.3 50-Cent-Münze



Abbildung 5: 50 Cent-Münze, aus [10]

Linie	λ in Å	$\Delta\lambda/\lambda$	$\lambda_{\text{theoretisch}}^3$	$ \lambda - \lambda_{\text{theo}} /\lambda_{\text{theo}}$
Cu – K α	1,5433	0,92%	1,5417	0,10%
Cu – K β	1,3974	1,1%	1,3921	0,38%
Zn – K α	1,4428	1,0%	1,4330	0,68%
Zn – K β	1,2921	1,2%	1,2934	0,10%

Die theoretische Zusammensetzung der untersuchten Münze beträgt nach [11] ca. 89 % Cu, 5 % Al, 5 % Zn, 1 % Sn („Nordisches Gold“). Mittels Röntgenfluoreszenz konnten wir Kupfer und Zink nachweisen, wobei das Intensitätsverhältnis der Linien ca. 100 zu 9 betrug. Unter Berücksichtigung der unterschiedlichen Massenabsorptionskoeffizienten ergibt sich eine korrigiertes Verhältnis von 100 zu 7. Für eine genauere Bestimmung des Konzentrationsverhältnisses wäre der Vergleich mit exakten Eichkurven nötig.

Aluminium konnte aufgrund der hohen Wellenlänge der K α -Linie (8,325 Å) nicht nachgewiesen werden, da der Braggkristall eine deutlich kleinere Gitterkonstante besitzt (4,026 Å). Der Nachweis von Zinn war ebenfalls nicht möglich, da der relative Anteil nur 1 % beträgt.

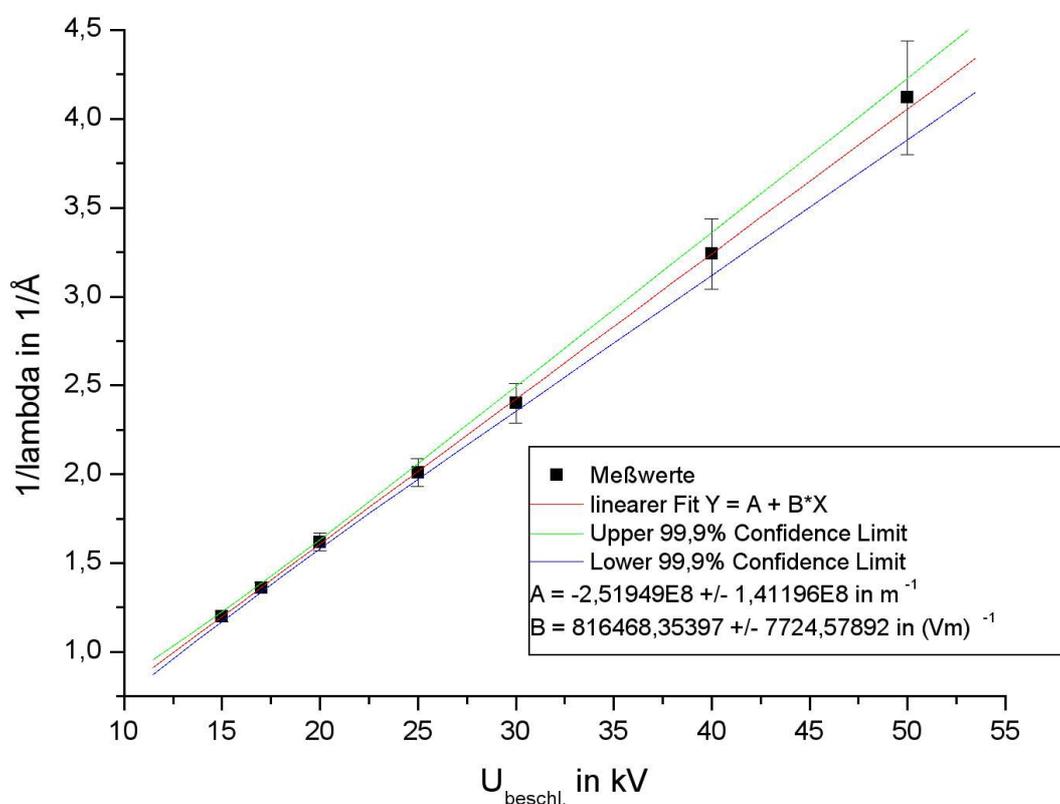
3 aus [8]

6.2 Primärstrahlungsmessung

6.2.1 Röhrenspektrum

6.2.2 h/e-Bestimmung

Aus den minimalen Wellenlängen der gemessenen Kurven ergab sich folgende lineare Regression:



Aus dem Anstieg B ergibt sich $h/e = (B \cdot c)^{-1}$ zu

h/e in Vs	$\Delta(h/e)/(h/e)$	$(h/e)_{theor.}$ in Vs	rel. Abweichung
$4,085 \cdot 10^{-15}$	1,9 %	$4,136 \cdot 10^{-15}$	1,2 %

Damit stimmt der aus der Messung bestimmte Wert unter Berücksichtigung der Fehlergrenzen mit dem theoretischen Wert überein.

Literaturverzeichnis

- [1] - W. Demtröder, Experimentalphysik 3, 2000, Springer-Verlag
- [2] - www.physik.fu-berlin.de/~brewer/vm_kern2.html
- [3] - www.imp.uni-erlangen.de/lehre/Handout_Demonstrationspraktikum_Strahlenschutz_und_Dosimetrie.pdf
- [4] - C. Gerthsen, Gerthsen Physik, 2002, Springer-Verlag
- [5] - R. Glocker, Materialprüfung mit Röntgenstrahlen, 1985, Springer-Verlag
- [6] - Kleber, Bausch, Bohm, Einführung in die Kristallographie, 1990, Verlag Technik Berlin
- [0] - Autorenkollektiv, Wissensspeicher Physik, 1995, Cornelsen Scriptor
- [7] - , Versuchsanleitung, ,
- [8] - G.W.C. Kaye, T.H. Laby, Tables Of Physical And Chemical Constants, 1995, Longman Group Ltd.
- [9] - Zschornack, Atomdaten für die Röntgenspektalanalyse, ,
- [10] - section/euro0/coins.html
- [11] - http://www.numis-lexikon.de/numis_n.html