
Röntgenspektren (RS)

Klaus Steiniger, Alexander Wagner, Gruppe 850

klaus.steiniger@physik.tu-dresden.de, alexander.wagner@physik.tu-dresden.de

Betreuer: Hartmut Stöcker

Protokoll vom 31. Mai 2009

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	2
1.1	Aufgabenstellung	2
1.2	Röntgenstrahlung	2
1.3	Kristallspektrometer	2
1.4	Absorption in Materie	3
1.5	Charakterisierung des Detektors	3
1.6	Energieauflösende Detektoren	3
2	Durchführung	4
2.1	Kristallspektrometer	4
2.2	Durchgang durch Materie	4
2.3	Charakterisieren des Detektors	4
2.4	Röntgenspektralanalyse mit energieauflösenden Detektoren	4
3	Messwerte	5
3.1	Kristallspektrometer	5
3.2	Durchgang durch Materie	5
4	Auswertung	6
4.1	Kristallspektrometer	6
4.2	Durchgang durch Materie	8
4.3	Charakterisierung des Detektors	9
4.4	Energieauflösende Detektoren	9

1 Einleitung

1.1 Aufgabenstellung

Ziel des Versuches ist es, typische Röntgenspektren zu analysieren und damit besser kennenzulernen. Dazu erhielten wir folgende Aufgaben:

1. Röntgenspektroanalyse mit einem Kristallspektrometer
2. Schwächung der Röntgenstrahlungsintensität beim Durchgang durch Materie
3. Charakterisierung des Detektors
4. Röntgenspektroanalyse mit energieauflösenden Detektoren

1.2 Röntgenstrahlung

Conrad Röntgen entdeckte 1895 diese nach ihm benannte Strahlung, die heute in zwei Typen unterschieden wird. Zum Einen die charakteristische Strahlung, die die Umkehrung des photoelektrischen Effekts darstellt: Hochenergetische Elektronen treffen auf ein Metall und schlagen andere Elektronen aus kernnahen Schalen heraus, denn bei steigender e^- -Energie wächst der Wirkungsquerschnitt mit abnehmender Entfernung der Schale zum Kern. So entsteht an dieser Stelle ein Loch, das durch ein Elektron einer höheren Schale unter Aussendung eines Photons besetzt wird. Dieses Photon besitzt dann eine wohldefinierte Energie, an Hand derer man das Emissionsmaterial identifizieren kann.

Zum Anderen existiert auch eine kontinuierliche Röntgenstrahlung, die Bremsstrahlung, welche bei der Bewegungsänderung der Elektronen auftritt. Logischerweise gibt es für ein dadurch entstandenes Photon eine maximale Energie $E_{max} = h\nu_{max}$, nämlich wenn das Elektron seine komplette Bewegungsenergie auf dieses ein Photon übertragen hat. Daraus lässt sich das Plancksche Wirkungsquantum h errechnen:

$$h = \frac{E_{max}}{\nu_{max}} = \frac{eU\lambda_{min}}{c} \quad (1.1)$$

1.3 Kristallspektrometer

Ein (perfekter) Einkristall ist dadurch gekennzeichnet, dass seine Atome auf Gitterplätzen liegen, die eine ausnahmslose Translationssymmetrie aufweisen. Dadurch existieren Kristallebenen, an denen Röntgenstrahlen reflektiert werden. Die reflektierten Quanten interferieren genau dann konstruktiv, wenn die folgende Bragg-Bedingung erfüllt ist:

$$2d \sin(\vartheta) = n\lambda \quad (1.2)$$

wobei d den Abstand der Kristallebenen, ϑ den Glanzwinkel und n die Beugungsordnung darstellt.

Richtet man den Röntgenstrahl also auf einen solchen Einkristall, kann man durch den Beugungswinkel $\delta = 2\vartheta$ den Detektor auf eine bestimmte Energie einstellen und somit das Spektrum der Röntgenstrahlung aufnehmen. U.A. lässt sich so von einem minimalen Winkel ϑ_{min} auf eine minimale Wellenlänge λ_{min} und damit auf das Plancksche Wirkungsquantum schließen (Formel (1.1) und (1.2)).

1.4 Absorption in Materie

Beim Durchgang durch Materie wird die Intensität der Strahlung nach dem exponentiellen Schwächungsgesetz beeinflusst. Die Photonen werden von den Atomen absorbiert, indem Elektronen herausgeschlagen werden. Je nach Energie des Photons können natürlich Elektronen aus verschiedenen Schalen gelöst werden, so kommt es vor, dass höherenergetische Photonen stärker absorbiert werden als niederenergetische. Im Absorptionsspektrum treten dann typische Kanten auf, denen man den Bindungsenergien in den jeweiligen Schalen zuordnen kann. Durch geschickte Wahl des Absorbermaterials kann man also bestimmte Photonenergien stärker absorbieren als andere.

1.5 Charakterisierung des Detektors

Man kann zur Charakterisierung eine Impulshöhenanalyse durchführen, wobei man bei konstanter Strahlenenergie, d.h. unter festem Winkel, für verschiedene Detektorspannungen verschieden viele Impulse messen kann. Die Halbwertsbreite FWHM gibt uns dann Auskunft über das Energieauflösungsvermögen des Detektors und man kann somit Aussagen für den möglichen Einsatz (Verwendungszweck) des Detektors treffen.

1.6 Energieauflösende Detektoren

Es gibt Detektoren, welche die Energie der Strahlung auch direkt messen und in entsprechende Kanäle einordnen kann. Im Versuch stehen uns hierzu zwei Halbleiter-Detektoren zur Verfügung, zum Einen ein Silizium-Detektor mit Lithium-Dotierung (denn Si ist allein nicht intrinsisch, d.h. ladungsträgerfrei), zum Anderen ein Silizium-Drift-Detektor (SDD). Erster ist im Wesentlichen eine in Sperrschicht betriebene Si-Diode. Ein Röntgenquant kann in der Verarmungszone ein Elektron-Loch-Paar (ELP) erzeugen, welches aufgrund des elektrischen Feldes aufgespalten und als Spannungspuls messbar wird. Der SDD besteht aus einem Si-Wafer, auf dessen Oberfläche sich ringförmige Elektroden befinden. Diese sind so geschaltet, dass das elektrische Potential zur Mitte des Wafers abnimmt und somit in der Verarmungsschicht erzeugte ELPs getrennt werden. Im Mittelpunkt befindet sich hier ein JFET, der den ankommenden Spannungspuls gleich verstärkt.

2 Durchführung

Grundeinstellungen der Versuchsanordnung:

1. Blenden im Strahlengang: horizontal auf 0,09 mm, vertikal auf 6 mm
2. Beschleunigungsspannung: 20 kV
3. Strom: 20 mA

2.1 Kristallspektrometer

Zuerst erstellen wir eine Übersicht über das gesamte Röntgenspektrum, um nachfolgend interessante Bereiche mit einer hohen Auflösung zu vermessen. Wir lassen dazu den Ablenkwinkel $\delta = 2\vartheta$ von 10 bis 70 Grad in 0,05-Grad-Schritten variieren und messen für jeden Winkel eine Sekunde lang die Zählrate. Anschließend nehmen wir die Spektren um die Peaks herum auf mit einer Schrittweite von $0,01^\circ$ und Zeiten von 1 bis 3 Sekunden pro Schritt (siehe Messwerte). Um λ_{min} zu bestimmen, messen wir zehn Sekunden lang 100 Werte zwischen 17° und 18° .

2.2 Durchgang durch Materie

Um die Schwächung der Röntgenstrahlung beim Durchgang durch Materie zu charakterisieren, nehmen wir das Spektrum um die Linien $K_{\alpha 1}$ und $K_{\beta 1}$ auf, und vergleichen es anschließend mit dem Spektrum ohne Absorbermaterial. Die Schwächung kann man durch ein exponentielles Gesetz beschreiben und mittels der experimentellen Daten die Parameter dieser Schwächung, wie z.B. die Dicke des Absorbers, bestimmen.

2.3 Charakterisieren des Detektors

Bei festem Winkel nehmen wir unter Variation der Spannung die Anzahl der gemessenen Impulse auf. Der Winkel wird hierbei so eingestellt, dass wir uns genau am $K_{\alpha 1}$ bzw. $K_{\beta 1}$ -Peak befinden. Daraus können wir dann z.B. die FWHM als Maß für die Energieauflösung des Detektors ablesen.

2.4 Röntgenspektroanalyse mit energieauflösenden Detektoren

Den Bragg-Kristall entfernen wir hierzu aus dem Strahlengang, damit das gesamte Spektrum in den Detektoren gleichzeitig gemessen werden kann. Aus bestimmten Peaks und der Maximalenergie lässt sich der jeweilige Detektor eichen. Auch hier gibt die FWHM wieder Aufschluss über das Energieauflösungsvermögen des jeweiligen Detektors.

3 Messwerte

3.1 Kristallspektrometer

Nachfolgend sind in einer Tabelle unsere vermessenen Peaks mit den jeweiligen charakteristischen Werten aufgelistet und es wurde eine Zuordnung zu den von uns vermuteten vorliegenden Übergängen getroffen. Die Peaknummer soll hierbei nur die Messung bezeichnen, in welcher alle zugehörigen Peaks aufgenommen wurden. Die Messzeit gilt demnach für alle Peaks der selben Peaknummer, welche übrigens auch im Dateinamen verwendet wurde.

	F1(Y)	G1(Y)	A(X)	B(Y)	C(Y)	D(Y)	E(Y)
Langname	Peak	Messdauer	gemessene Energie	gemessene Intensität	Name	theoretische Energie	Wahrscheinlichkeit
Einheiten		s	keV			keV	
Kommentare							
1	1	2	12,04277	62,83			
2	29° - 32°		11,66208	236,01	W - Lg3	11,6764	0,1419
3			11,59555	149,08	W - Lg2	11,6096	0,0982
4			11,5209	42,16			
5			11,2746	1069,58	W - Lg1	11,2881	0,1568
6	2	3	9,94986	1915,34	W - Lb2	9,9511	0,1666
7	35,5° - 38°		9,80874	487,51	W - Lb3	9,819	0,4463
8			9,66143	4780,42	W - Lb1	9,672	0,8252
9			9,60185	65,46	W - Lb6	9,6129	0,0096
10			9,5152	281,86	W - Lb4	9,525	0,3137
11	3	1	8,967	250,00	Cu - Kb 5	8,974	8E-4
12	39,5° - 46°		8,89454	25875,81	Cu - Kb 1,3	8,9017 ; 8,9039	0,1275
13			8,715	120,00	W - Lnu	8,724	0,018
14			8,3869	16065,12	W - La1	8,398	0,7379
15			8,32515	1634,15	W - La2	8,335	0,0823
16			8,069	1160,00	Cu - Ka' (ionisiert)	8,071	
17			8,03767	140516,66	Cu - Ka1	8,0463	0,5771
18			8,01773	67485,87	Cu - Ka 2	8,0267	0,2943
19	4; 49° - 50°	2	7,37702	249,92	W - Li	7,387	0,0036
20		3	6,48063	80,22	Mn - Kb 1,3	6,4918	0,1237
21	56° - 58°		6,39415	170,75	Fe - Ka1	6,4052	0,5803
22			6,38159	70,09	Fe - Ka2	6,392	0,294
23	6	2	5,93712	259,07	Cr Kb1,3	5,9468	0,1228
24	62° - 64°		5,88942	323,84	Mn - Ka1	5,9003	0,5813
25			5,8791	140,78	Mn - Ka2	5,8891	0,2939
26			5,82861	44,18	W - Lg3 n=2	11,6764	0,1419
27	7; 65,5 - 67°	2	5,63506	225,75	W - Lg1 n=2	11,2881	0,1568
28	8	2	5,40597	830,82	Cr - Ka1	5,414	0,5824
29	69° - 70°		5,39725	383,83	Cr - Ka2	5,4052	0,2939
30							
31	Compton-Kante:		8,978				

Tabelle 1: Linien-Identifikation

Rot markierte Werte sollen darauf hinweisen, dass wir hier einen Beugungspeak der n-ten Stufe vermuten, d.h. dass in der Bragg-Bedingung (1.2) für n der jeweilige Wert eingesetzt wird. Diese Werte wurden beim späteren Fitten nicht berücksichtigt.

3.2 Durchgang durch Materie

Mit N als Anzahl der gemessenen Impulse (jeweils ohne oder mit Absorber) ergibt sich folgende Tabelle:

Peak	Energie [keV]	N_0	N	x_0 [μm]	d [μm]
Cu - $K_{\beta 1}$	8,895	27641	626	3,99011	15,14
W - $L_{\alpha 1}$	8,387	17639	227	3,45530	15,03
Cu - $K_{\alpha 1}$	8,038	143590	90458	23,9325	11,06
Cu - $K_{\alpha 2}$	8,018	70908	44046	23,7621	11,31

Tabelle 2: Absorption in Materie

Die Materialdicke d wurde hierbei nach folgender Formel berechnet:

$$d = -x_0 \ln(N/N_0)$$

4 Auswertung

4.1 Kristallspektrometer

Im Nachfolgenden wird das Übersichtsspektrum, bereits über der Energie aufgetragen, dargestellt. Dabei berechnet sich die Energie über die Bragg-Gleichung (1.2) und $\lambda = \frac{hc}{E}$.

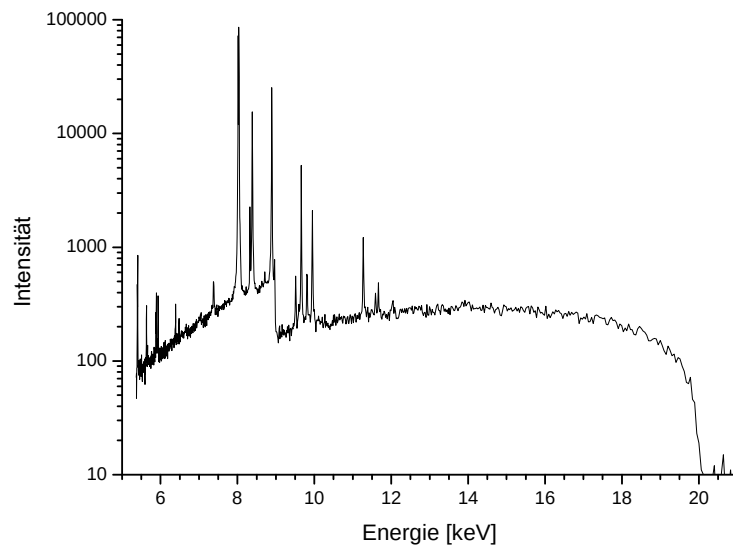


Abbildung 1: Übersichtsspektrum

Man erkennt deutlich die kurzwellige, bzw. hochenergetische Grenze, welche wir nochmal besser aufgelöst und hier dargestellt haben:

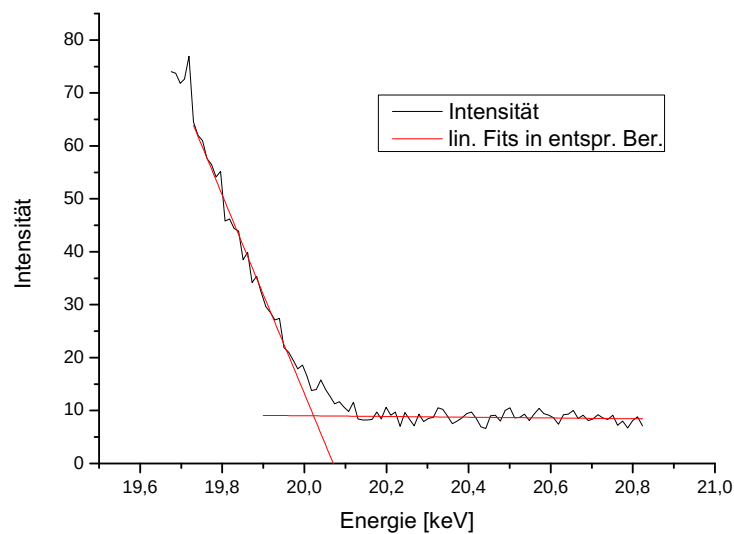


Abbildung 2: Hochenergetische Grenze, zwischen 17 und 18 Grad

Die Maximalenergie folgt als Schnittpunkt aus den Geraden:

$$I_1 = -187,66 \cdot E + 3766,46$$

$$I_2 = -0,70 \cdot E + 22,96$$

$$\Rightarrow E_{max} = 20,02 \text{ keV}$$

Theoretisch müsste die Maximalenergie den Wert der Beschleunigungsenergie von 20 keV besitzen, die Abweichungen von diesem Wert sind wahrscheinlich systematischen Fehlern (z.B. Spannungsquelle liefert nicht 100%-ig eingestellten Wert) zuzuschreiben.

Die Zuordnung der einzelnen Linien zu den entsprechenden Übergängen wurde bereits im Bereich Messwerte dargestellt. Außer oft treten Übergänge von Kupfer und Wolfram auf, was auf das Anodenmaterial (Kupfer) schließen lässt. Die Kathode, welche wahrscheinlich aus Wolfram besteht, emittiert die Elektronen, welche in der Anode abgebremst werden. Die anderen Elemente (Mangan, Eisen, Chrom) sind entweder Verunreinigungen des Kupfers oder des Wolframs oder dienen dort als Schutz (z.B. vor Korrosion, Oxidation).

Aufgrund der tendenziellen Abweichung der praktischen von den theoretischen Energiewerten, haben wir folgende zusätzliche Korrekturgerade erstellt. Die rot markierten Punkte entstehen durch Beugungspeaks höherer Ordnungen und wurden beim Fitten nicht berücksichtigt.

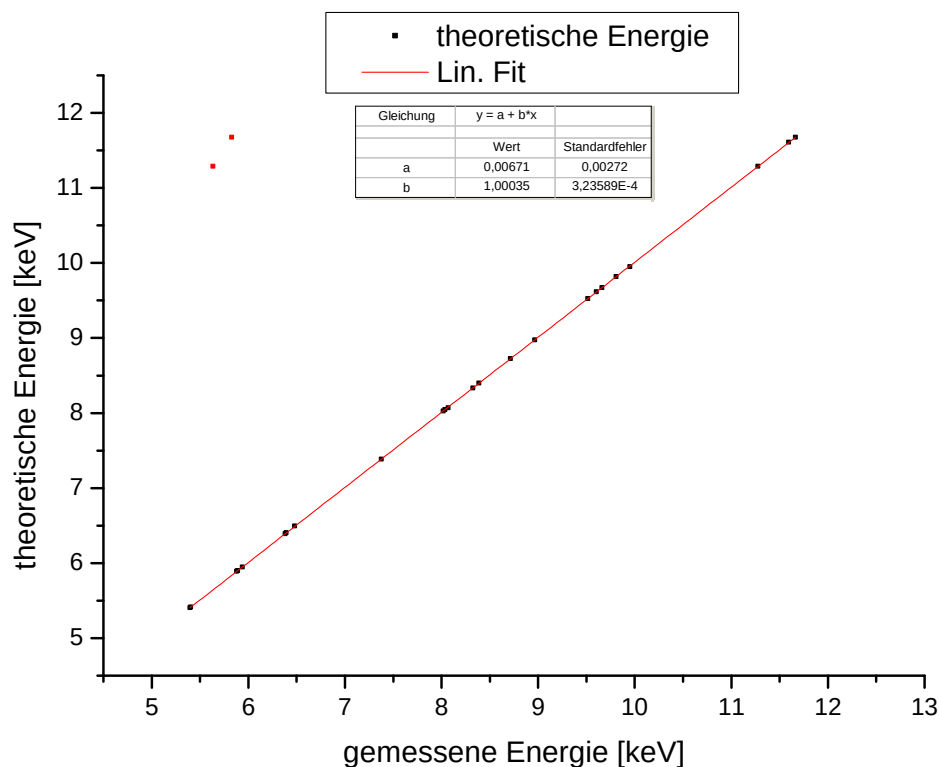


Abbildung 3: Korrekturgerade

Es ergibt sich ein sehr „schöner“ linearer Zusammenhang, was auf einen systematischen Fehler im Versuchsaufbau hindeutet, denn die gemessenen Werte weichen alle in die selbe Richtung von den theoretischen ab. Die korrigierte Energie berechnet sich demnach zu:

$$E_{kor} = 1,00035 \cdot E + 0,0067 \text{ keV}$$

4.2 Durchgang durch Materie

Dargestellt ist das Spektrum ohne (rot) und mit Absorber (schwarz):

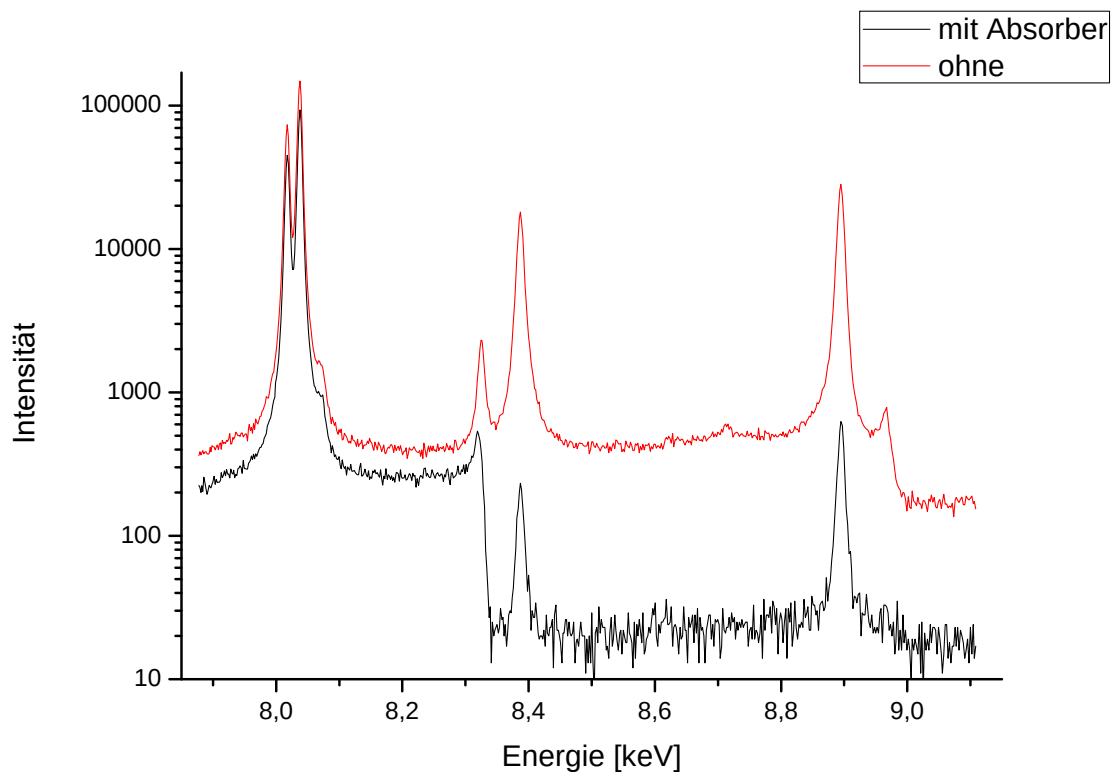


Abbildung 4: Absorption in Materie

Deutlich zu erkennen: Die Absorptionskante bei etwas über 8,3 keV, was einen typischen Wert für das Absorbermaterial darstellt. Die Materialdicke ergibt erstaunlicherweise für verschiedene Linien verschiedene Werte (s. Tabelle 2). Für die $\text{Cu-K}_{\alpha 1,2}$ -Linien ergibt sich eine Dicke von rund (11,0 bis 11,3) μm , für die $\text{Cu-K}_{\beta 1}$ - und die $\text{W-L}_{\alpha 1}$ -Linie ergibt sich rund (15,0 bis 15,1) μm . Selbst erneutes, besser aufgelöstes Messen ergab ein ähnliches Ergebnis, weshalb wir einen groben Messfehler ausschließen können. Jedoch fällt uns keine sinnvolle Begründung für dieses widersprüchliche Ergebnis ein.

4.3 Charakterisierung des Detektors

Hier ist die Detektorcharakteristik für die Cu-K $_{\alpha 1}$ und Cu-K $_{\beta 1}$ - Linie dargestellt:

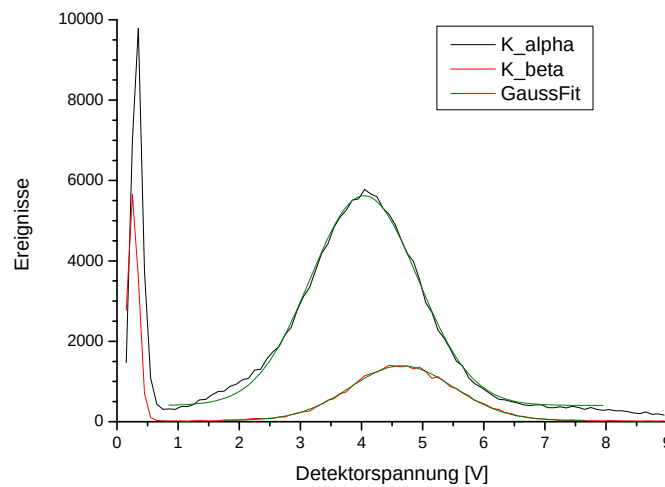


Abbildung 5: Pulshöhen von entsprechenden Cu-Linien

Die FWHM betragen je: 2,07 V (α) und 1,99 V (β), obwohl die Maxima nur 0,62 V Differenz aufweisen. Man könnte die beiden Peaks also nicht mehr auflösen, würde man sie gleichzeitig messen.

4.4 Energieauflösende Detektoren

Zuerst haben wir den SiLi-Halbleiterdetektor eingesetzt und damit gemessen. An bekannten Linien (Cu-K $_{\alpha 1}$ und Cu-K $_{\beta 1}$, Maximalenergie) haben wir den Detektor kalibriert. Es entstand folgende Grafik:

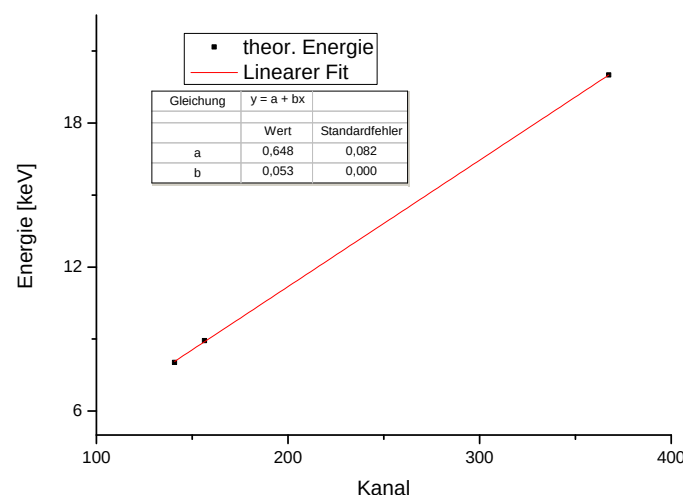


Abbildung 6: Kalibriergerade

Die gemessene Energie berechnet sich aus der Kanalnummer K also wie folgt:

$$E = 0,053 \cdot K + 0,648 \text{ keV}$$

Den Silizium-Drift-Detektor SDD brauchten wir nicht zu kalibrieren. Insgesamt stellten sich folgende Spektren ein:

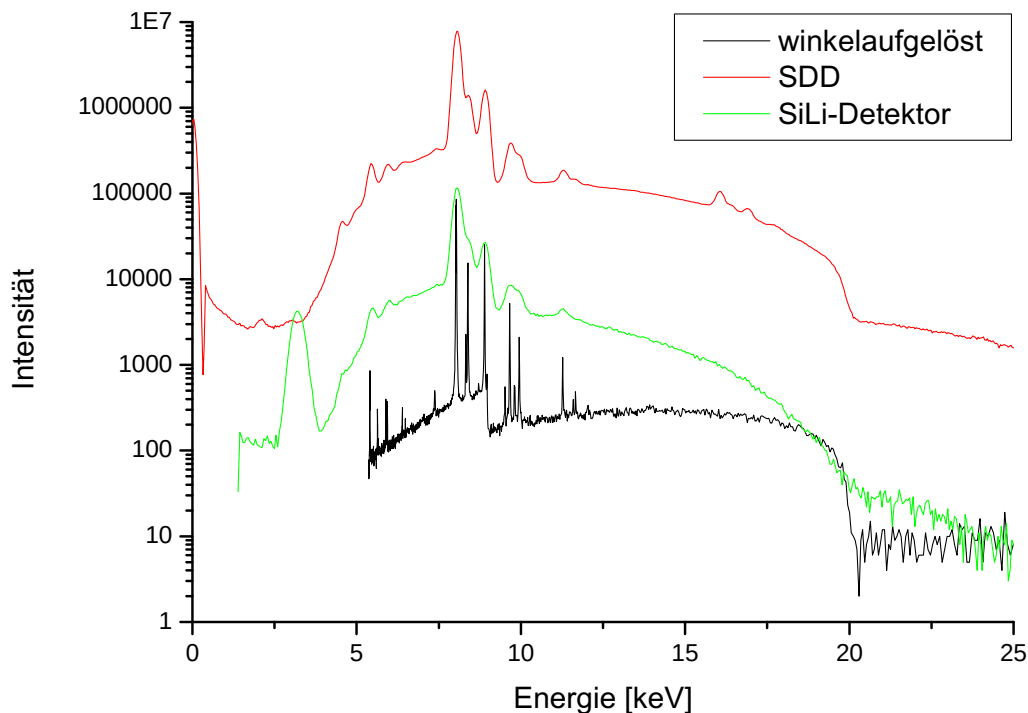


Abbildung 7: Vergleich der verschiedenen Detektoren

Dabei erreicht der SDD eine FWHM der $K_{\alpha 1}$ - Linie von 0,246 keV und der SiLi-Detektor eine von 0,300 keV. Im Gegensatz dazu lag bei der in 1.) verwendeten Methode unser FWHM bei 0,008 keV, bzw. um die 2 keV wenn man diesen Detektor im energieaufgelösten Modus betreibt.

Der SDD liefert eine bessere Energieauflösung und zählt deutlich mehr Ereignisse als der SiLiD, was auf eine höhere Empfindlichkeit schließen lässt. Dass dieser Detektor ein höheres Auflösungsvermögen besitzt erkennt man bereits mit bloßem Auge, genaues Vermessen bestätigt dies.

Man beachte weiterhin die Peaks am Ende des SDD-Spektrums, welche in keinem der andern Spektren auftauchen. Zurückzuführen ist das auf die Totzeit des Detektors, in welcher dieser keine Signale separat messen kann und mehrere auftretende Ereignisse als einen Impuls zählt. Diese zusätzlichen Peaks nennt man dann Summationspeaks, und können als Linearkombination aus den wirklich existierenden Peaks gebildet werden.

Außerdem am SiLi-Spektrum ist der Peak bei niedrigen Energien, welcher jedoch keine besondere Aussage macht, denn das ist eine Art Nullpeak, welcher einen weiteren Nachteil dieses Detektors darstellt.