

Physikalisches Praktikum für Fortgeschrittene, Teil B

Röntgenspektroskopie

Versuch 6

Betreuer Daiske Tornier

Gruppe 2

W.Bender (walter.bender@rwth-aachen.de), J.Luckas (c.hihiro@gmx.de)

Inhaltsverzeichnis

1	Ziel und Zweck des Versuchs	3
2	Kalibrierung des VKA-Analysators	4
2.1	Versuchsaufbau	4
2.2	Versuchsdurchführung	4
2.3	Versuchsauswertung	5
3	Analyse unbekannter Proben	11
3.1	Versuchsaufbau	11
3.2	Versuchsdurchführung	11
3.3	Neue und alte Wahrung im Vergleich	12
3.3.1	2 Pfennig	12
3.3.2	2 Cent	14
3.3.3	10 Pfennig	15
3.3.4	10 Cent	16
4	1 Euro Munze	18
5	Chip	19
6	Magnet	21

1 Ziel und Zweck des Versuchs

Der Versuch 6 gliedert sich in zwei Hauptteile. Der erste Teil stellt die Kalibrierung des Vielkanalanalysators (VKA) dar. Ist der Zusammenhang zwischen Kanalnummer und Energie der detektierten Teilchen bestimmt, wird das Energiespektrum unbekannter Proben aufgezeichnet. Anhand der Lage der charakteristischen Peaks kann auf die Bestandteile der Proben geschlossen werden.

2 Kalibrierung des VKA-Analysators

Wird ein Teilchen im Detektormaterial absorbiert, wird ein Spannungspuls ausgelöst. Dabei ist die Pulshöhe proportional zu seiner Energie. Der VKA ordnet die Signale nach ihrer Pulshöhe verschiedenen Kanälen zu. Je höher der Puls, desto größer ist auch die zugewiesene Kanalnummer. Dabei erwartet man zwischen Kanalnummer und Energie der detektierten Teilchen einen linearen Zusammenhang.

2.1 Versuchsaufbau

Als Detektor wird in diesem Versuch der Halbleiterdetektor XR100T verwendet. Es handelt sich hierbei um eine p-i-n-Kombination, d.h. zwischen p- und n-dotierter Schicht wird eine eigenleitende Zone erzeugt. Dadurch werden höhere Dicken der Verarmungszonen erreicht. Um thermische Einflüsse zu unterbinden, wird dieser Detektor von einem Peltierelement gekühlt. Zur Kalibrierung wird der Detektor durch die variable Röntgenstrahlquelle (0317LA) gespeist. Es handelt sich dabei um eine ringförmige ^{241}Am -Quelle, die die Strahlaustrittsöffnung von 4 mm Durchmesser umgibt. Mittels einer Drehscheibe können sechs unterschiedliche Quellen von den emittierten α -Teilchen bestrahlt werden. Die durch α -Strahlung erzeugten Photonen gelangen dann in den Detektor. Der Detektor ist über einen Verstärker an das vom PC gesteuerte VKA angeschlossen. Die Messung wird rechnergestützt aufgezeichnet. Zur Schutz der Person ist der Arbeitsplatz zusätzlich mit Blei abgeschirmt.

2.2 Versuchsdurchführung

Für die sechs Eichquellen Kupfer, Rubidium, Molybdän, Silber, Barium und Terbium wird vom VKA ein Energiespektrum aufgezeichnet. Damit alle zu erwartende charakteristischen Linien auch gemessen werden können, muss der Verstärkungsfaktor sinnvoll gewählt werden. Die Photonen geringster Energie $E = 8,04 \text{ keV}$ werden von Kupfer emittiert. Die höchste Energie erwartet man für die $K_{\beta 2}$ Linie von Terbium, $E = 51,73 \text{ KeV}$. Der Verstärkungsfaktor sollte so eingestellt werden, dass die Kanalbandbreite optimal genutzt wird. Man nimmt also über kurze Zeit ein Energiespektrum von Cu und Tb für verschiedene Verstärkungsfaktoren auf. Eine optimale Nutzung der Kanalbreite ergibt sich für die Verstärkereinstellung 1,75.

Um Rauschen zu unterdrücken wird der RiseTimeDiscrimination (RTD) genutzt. Diese unterdrückt alle Signale mit schwach ansteigender Pulsflanke, denn im allgemeinen erzeugt ein Teilchendurchgang Pulse mit sehr steilen Flanken. Leider können somit Röntgenquanten mit einer Energie $E < 2\text{keV}$ nicht mehr detektiert werden.

Nun wird für jedes Element ein Energiespektrum über 12 min aufgezeichnet. Die Lage der charakteristischen Linien K_{α} , K_{β} etc. sind für alle diese Materialien bekannt. Dadurch gelingt eine eindeutige Zuordnung von Kanalnummer und Energie.

2.3 Versuchsauswertung

Für die verschiedenen Eichquellen wurden die in Abb.2.1 - 2.6 gezeigten Spektren aufgenommen. Die Feinstrukturaufspaltung ($K\alpha_1$, $K\alpha_2$) erklärt sich aus der Spin-Bahnwechselwirkung.

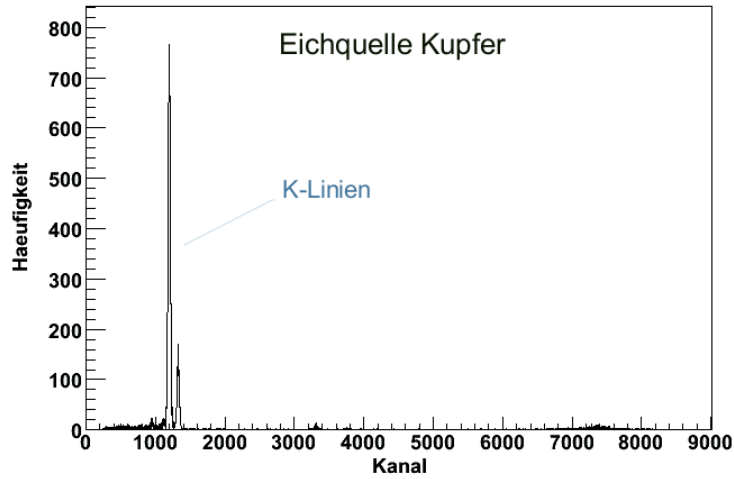


Abbildung 2.1: Spektralaufnahme von Kupfer (Cu)

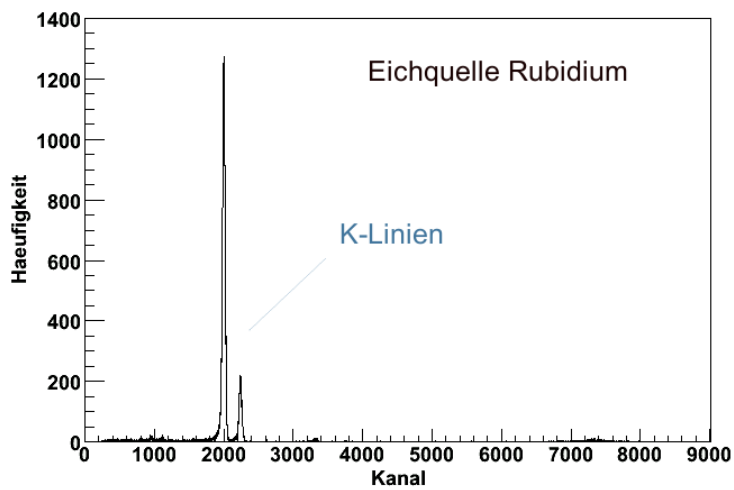


Abbildung 2.2: Spektralaufnahme von Rubidium (Rb)

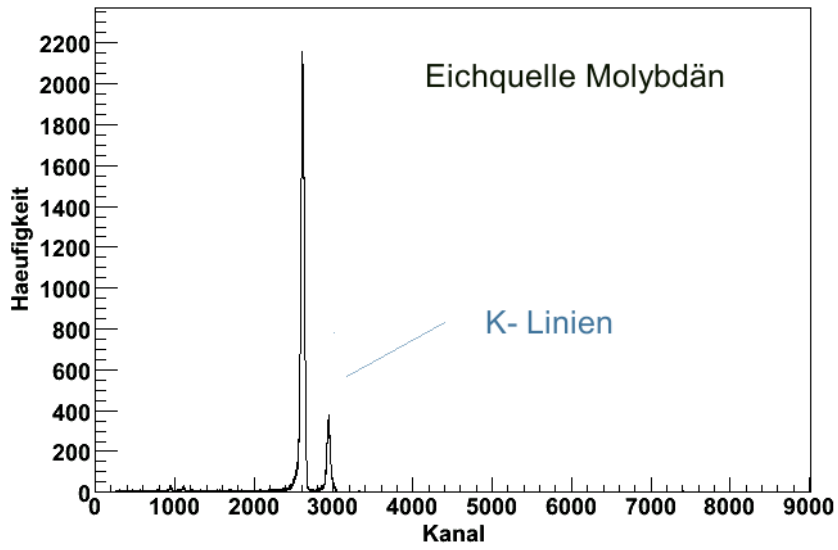


Abbildung 2.3: Spektralaufnahme von Molybdän (Mo)

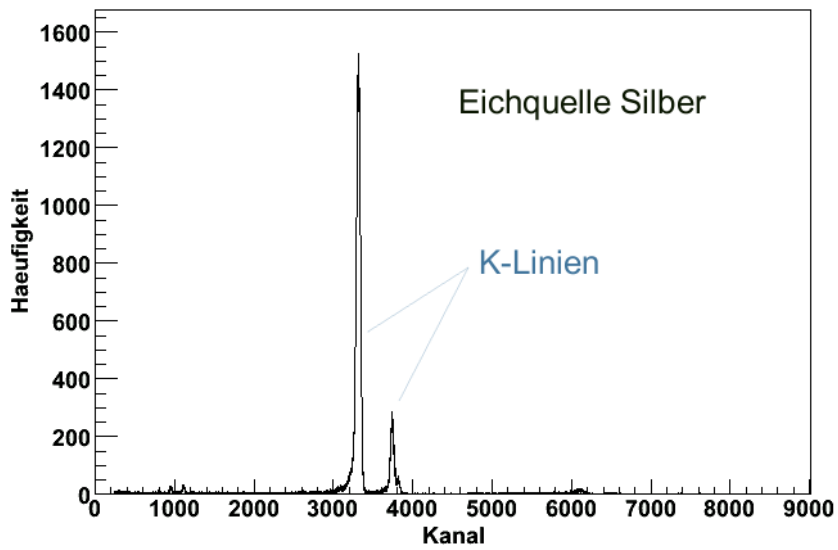


Abbildung 2.4: Spektralaufnahme von Silber (Ag)

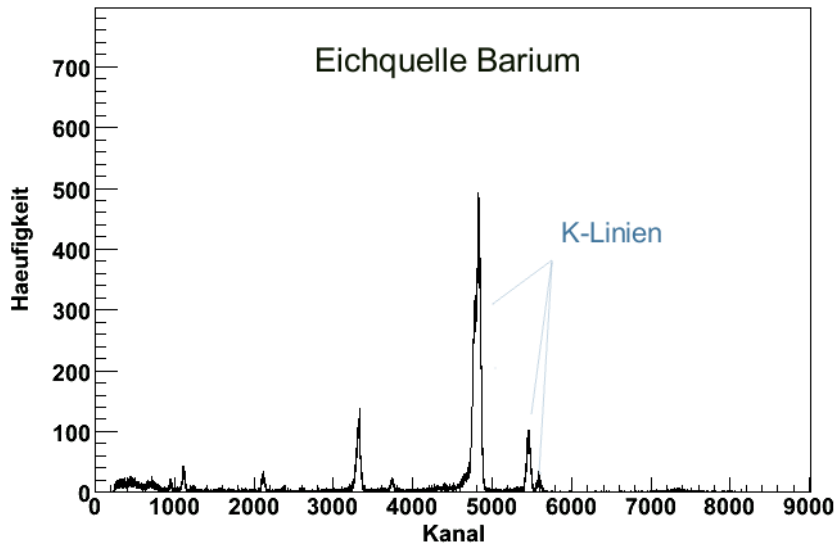


Abbildung 2.5: Spektralaufnahme von Barium (Ba)

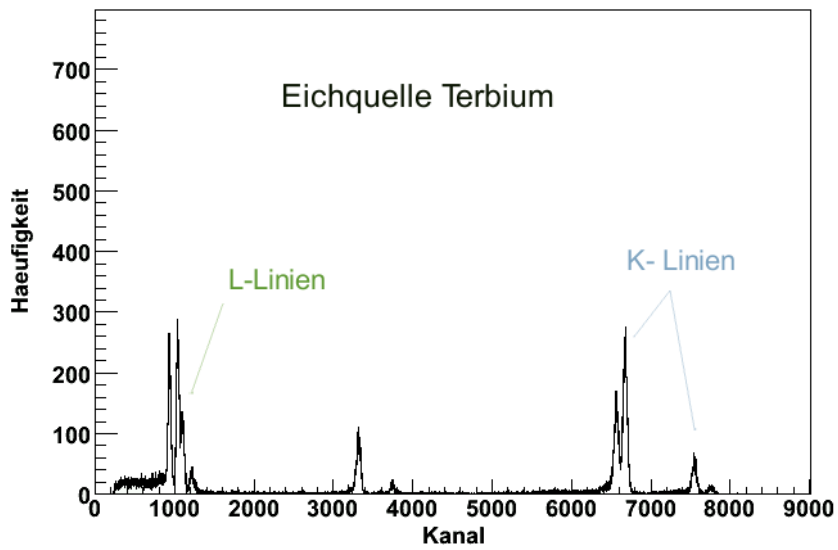


Abbildung 2.6: Spektralaufnahme von Terbium (Tb)

Zur Bestimmung der genauen Lage der Peaks wird mit ROOT ein Gaussfit auf die Peaks angewendet. Das Ergebnis für Kupfer ist in Abb. 2.7 exemplarisch gezeigt. Die angegebenen Daten beziehen sich auf die Anpassung des ersten Peaks.

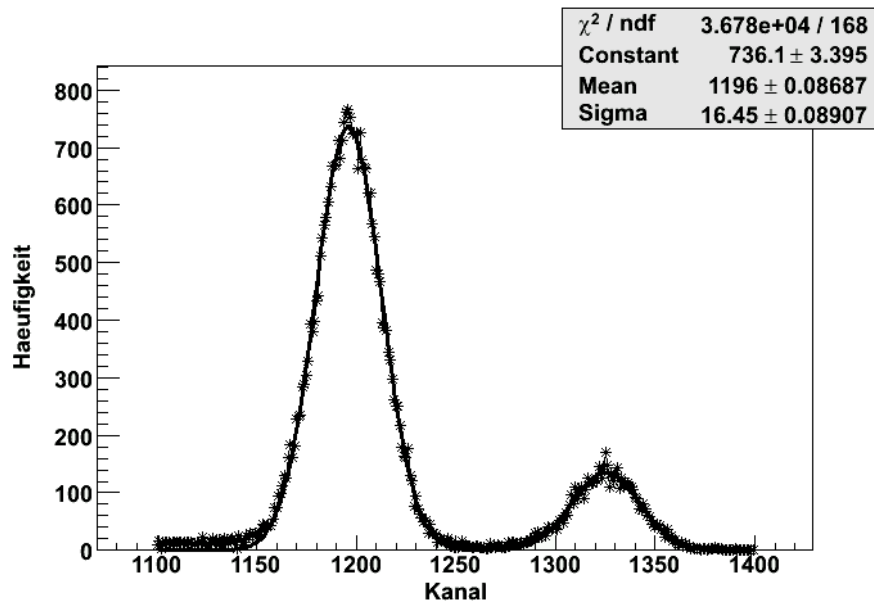


Abbildung 2.7: Gaussfit auf das gemessene Spektrum

Die somit bestimmten Kanalnummern werden nun mit Hilfe des von Günter Zschornack verfassten Buches „Atomdaten für die Röntgenspektroskopie“ ihren Übergangslinien zugeordnet. Diese Daten sind in folgender Tabelle 2.1 wiedergegeben.

	Amplitude	Mean	σ	Energie in eV	Übergang
Kupfer	736,09	1196,13	16,45	8040	K_{α}
	134,55	1325,2	17,24	8910	K_{β}
Rubidium	1225,19	1998,87	19,19	13370	K_{α}
	195,45	2238,65	20,95	14970	K_{β}
Molybdaen	2065,77	2611,78	21,77	17440	K_{α}
	328,99	2938,53	23,77	19630	K_{β}
Silber	1467	3314,04	25,94	21990	K_{α}
	249,74	3740,54	24,6	24990	K_{β}
Barium	405,29	4813,53	41,92	32060	K_{α}
	88,13	5457,29	26,57	36378	$K_{\beta 1}$
	19,16	5590,46	29,51	37257	$K_{\beta 2}$
Terbium	242,32	932,94	19,11	6273	L_{α}
	247,41	1042,87	23,39	7096	$K_{\beta 3}$
	31,26	1216	36,25	8423	$K_{\gamma 3}$
	139,2	6565,98	31,84	43744	$K_{\alpha 1}$
	227,72	6674,3	28,94	44482	$K_{\alpha 2}$
	48,78	7547,58	32,41	50229	$K_{\beta 1}$
	11,56	7752,45	34,72	51730	$K_{\beta 2}$

Tabelle 2.1: Messwerte zur Kalibrierung

Mit Hilfe dieser Daten wird nun eine lineare Energie-Kanal-Kalibration durchgeführt, siehe Abb. 2.8. Als Fehler auf die Peaklagen werden die Standardabweichungen σ des Gaussfits benutzt.

Die Geradenanpassung ergibt ein χ^2 / Freiheitsgrad von 0,12. Die Fehler wurden also leicht überschätzt. Zur Bestimmung der Energie aus der Kanalnummer des VKA gilt also Gl. 1.

$$E = (6,64 \cdot \text{Kanalnummer} + 112,7) \text{keV} \quad (1)$$

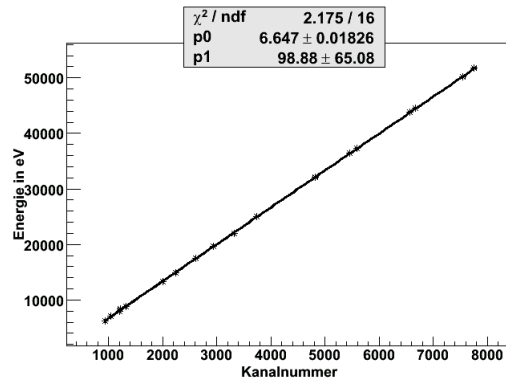


Abbildung 2.8: Energiekalibration des Detektors

Außerdem wird $\frac{\sigma_E}{E}$ gegen die Energie aufgetragen. Man erwartet einen Verlauf $\sim \frac{1}{\sqrt{E}}$. Der optimale Proportionalitätsfaktor wurde mittels ROOT ermittelt und die ideale Kurve an die Messpunkte gefittet.

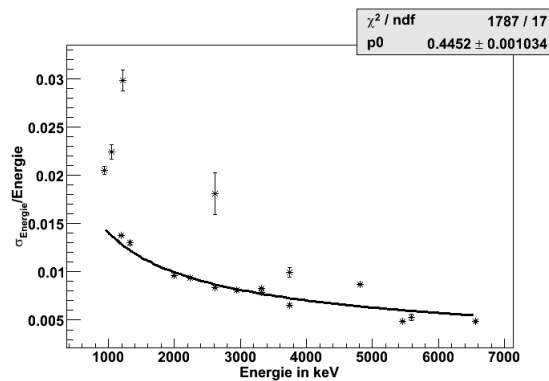


Abbildung 2.9: Relative Fehler $\frac{\sigma_E}{E}$ aufgetragen gegen die Energie

Die Anpassung beschreibt die Messdaten gut. Das χ^2 /Freiheitsgrad von 105 zeigt, dass die Fehler unterschätzt wurden.

3 Analyse unbekannter Proben

Nach Abschluss der Kalibration kann nun die Hauptmessung begonnen werden.

3.1 Versuchsaufbau

Die variable Röntgenquelle (0317LA) wird gegen einen Probenhalter ausgetauscht. In den Probenhalter ist ebenfalls eine ^{241}Am -Quelle integriert. Auf einem Pappträger können nun beliebige Proben in die Halterung eingebracht werden. Abgesehen von der Quelle ist dieser Versuchsaufbau identisch zum vorherigen Versuchsteil.

3.2 Versuchsdurchführung

Zunächst wird eine Leermessung durchgeführt. Der Probenhalter ist selbst metallisch. Es existieren also stets die charakteristischen Linien des Probenhaltermaterials. Um auf die richtigen Bestandteile der Probe schließen zu können muss dieses schwache Leerspektrum vom gemessenen Energiespektrum abgezogen werden. Da die Proben auf einem Pappträger eingeführt werden sollen, wird der Pappträger für die Leermessung ebenfalls eingebaut.

Hiernach können Spektren beliebiger Proben aufgenommen werden. Es wurde über eine Zeit von 12 Min gemessen.

3.3 Neue und alte Wahrung im Vergleich

Mittels der Rontgenspektroskopie wird die Zusammensetzung der 2 Pfennig, 2 Cent, 10 Pfennig, 10 Cent und 1 Euro Munze bestimmt.

3.3.1 2 Pfennig

Das 2 Pfennig Stuck besteht nach Angaben der Bundeszentralbank aus einem Stahlkern und einer Kupferummantelung.



Abbildung 3.1: Eine 2 Pfennig Munze

Von uns wird folgendes Spektrum, Abb. 3.2, ausgewertet.

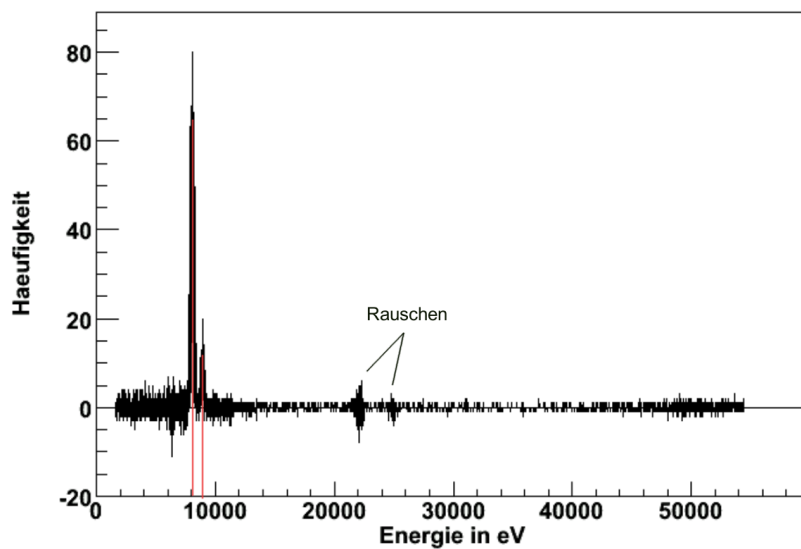


Abbildung 3.2: Rontgenspektrum der 2 Pfennig Munze

Auf die Peaks wird wieder ein Gaussfit angewendet. Die Peaks liegen demnach bei den Energien und 8046,56 eV und 8838,85 eV.

Amplitude	Energie [eV]	σ_E [keV]	Stoff	Übergang	Sollenergie [keV]
66,57	8,05	0,10	Kupfer	$K_{\alpha 1}$	8,05
11,66	8,91	0,10	Kupfer	$K_{\beta 1}$	8,91

Tabelle 3.1: Messung zum 2 Pfennig-Stueck

Die charakteristischen Linien können nun bestimmten Elementen zugordnet werden. Hierzu wird das Buch “Atomdaten für die Röntgenspektroskopie” von Günter Zschornack verwendet. Alle Ergebnisse sind in Tab. 3.1 zusammengefasst.

Es konnte lediglich Kupfer nachgewiesen werden, da die α -Teilchen aufgrund ihrer kurzen Reichweite nicht in den Kern der Münze eindringen können. Aus diesem Grund kann aus dem Spektrum kein Eisen nachgewiesen werden.

3.3.2 2 Cent

Das 2 Cent Stück soll nach der europäischen Zentralbank ebenfalls wie die 2 Pfennig Münze aus einem Stahlkern mit Kuperauflage bestehen.



Abbildung 3.3: Eine 2 Cent Münze

Wir nahmen für diese Münze das in Abb. 3.4 gezeigte Spektrum auf.

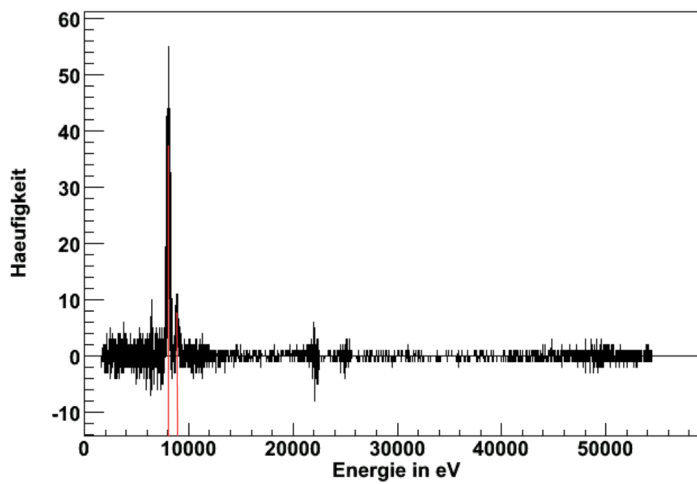


Abbildung 3.4: Röntgenspektrum der 2 Cent Münze

Es wurden von uns die charakteristischen Linien folgenden Elementen zugeordnet:

Amplitude	Energie [keV]	σ_E [keV]	Stoff	Übergang	Sollenergie [keV]
44,07	8,05	0,11	Kupfer	$K_{\alpha 1}$	8,05
6,64	8,90	0,12	Kupfer	$K_{\beta 1}$	8,91

Tabelle 3.2: Messung zum 2 Cent-Stueck

Wie beim 2 Pfennig Stück kann man aus dem Spektrum kein Eisen nachweisen.

3.3.3 10 Pfennig

Das 10 Pfennig Stück besteht aus einem Stahlkern mit Messingauflage. Messing ist eine Kupfer-Zink Legierung.



Abbildung 3.5: 10 Pfennig Münze

Es wurde von uns das in Abb. 3.6 gezeigte Spektrum aufgenommen.

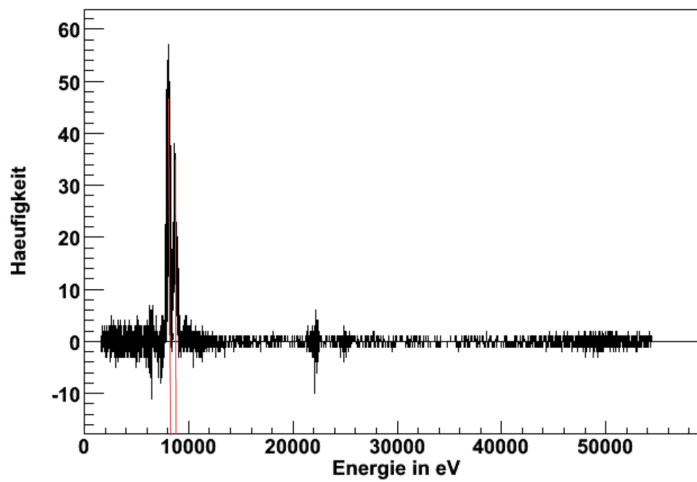


Abbildung 3.6: Röntgenspektrum der 10 Pfennig Münze

Amplitude	Energie [keV]	σ_E [keV]	Stoff	Übergang	Sollenergie [keV]
50,03	8,05	0,11	Kupfer	$K_{\alpha 1}$	8,05
22,77	8,68	0,18	Zink	$K_{\alpha 1}$	8,64

Tabelle 3.3: Messung am 10 Pfennig-Stück

Es konnten also beide Bestandteile nachgewiesen werden.

3.3.4 10 Cent

Das 10 Cent Stück ist aus nordischem Gold gefertigt. Es besteht zu 89 % Kupfer, 5 % Aluminium, 5 % Zink und 1 % Zinn.



Abbildung 3.7: Eine 10 Cent Münze

Für diese Münze ermittelten wir das in Abb 3.8 gezeigte Spektrum.

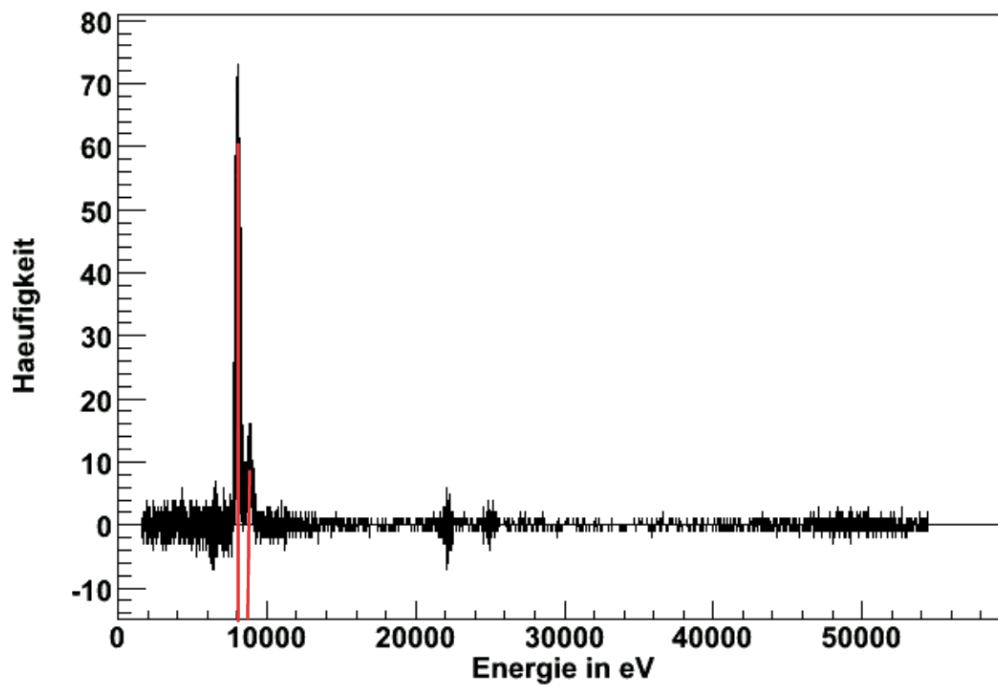


Abbildung 3.8: Röntgenspektrum der 10 Cent Münze

Amplitude	Energie [keV]	σ_E [keV]	Stoff	Übergang	Sollenergie [keV]
61,27	8,05	0,11	Kupfer	$K_{\alpha 1}$	8,05
10,24	8,84	0,18	Kupfer	$K_{\beta 1}$	8,91

Tabelle 3.4: Messung zum 10 Cent-Stück

Es konnten mit dieser kurzen Messung nur das hochanteilige Kupfer gefunden werden. Um die kleinen Anteile Kupfer und Zink zu messen, hätte man eine längere Messzeit verwenden müssen. Aluminium mit seiner K_{α} -Linie bei 1,49 keV ist mit Verwendung der RTD nicht nachweisbar.

4 1 Euro Münze

Nach der europäischen Zentralbank besteht der äußere Ring des 1 Euro Stücks aus einer Legierung der Metalle Nickel, Zink und Kupfer. Der silberfarbene Kern besteht aus Kupfer und Nickel.



Abbildung 4.1: Eine 1 Euro Münze

Für die 1 Euro Münze erhielten wir folgendes Spektrum.

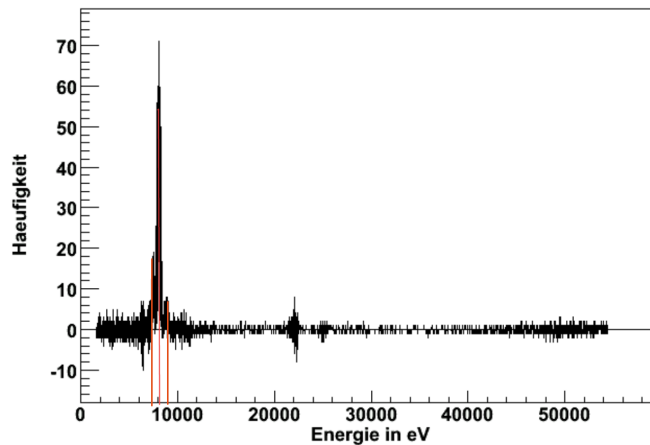


Abbildung 4.2: Röntgenspektrum der 1 Euro Münze

Amplitude	Energie [keV]	σ_E [keV]	Stoff	Übergang	Sollenergie [keV]
12,28	7,49	0,12	Nickel	$K_{\alpha 1}$	7,48
59,72	8,06	0,11	Kupfer	$K_{\alpha 1}$	8,05
4,1	8,81	0,22	Kupfer	$K_{\beta 1}$	8,91

Tabelle 4.1: Messung zum 1 Euro-Stück

Es konnten also beide Bestandteile mittels Röntgenspektroskopie nachgewiesen werden.

5 Chip

Als letzten Versuchsteil wird ein Chip auf seine Bestandteile überprüft.

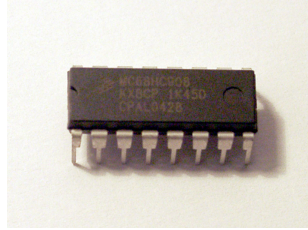


Abbildung 5.1: Chip

Für den Chip ergibt sich das in Abb. 5.2 gezeigte Spektrum.

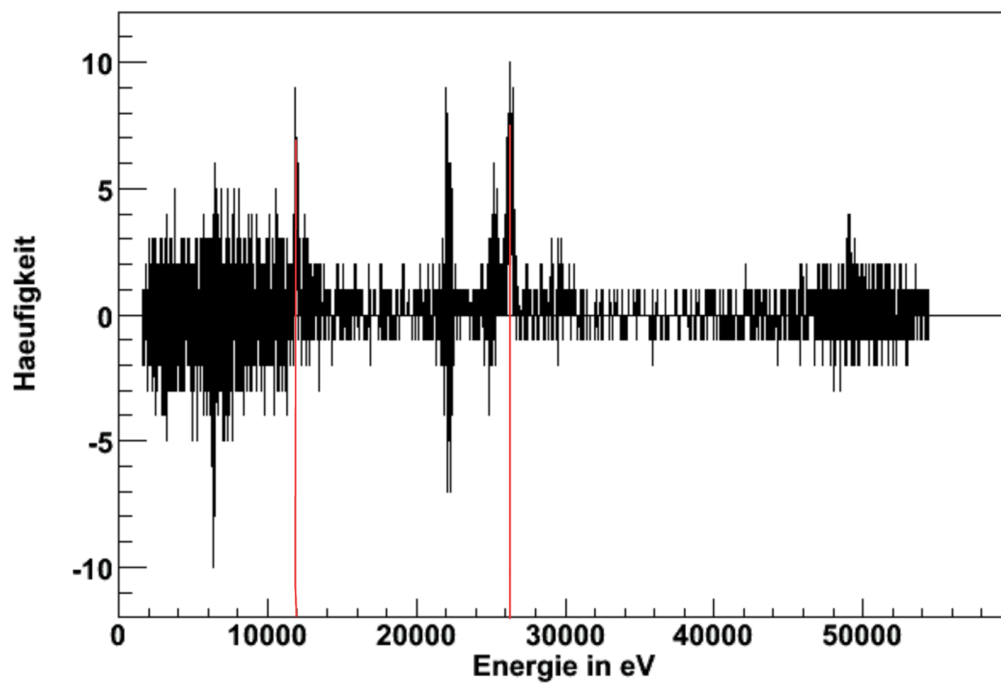


Abbildung 5.2: Röntgenspektrum des verwendeten Chips

Die Ergebnisse sind in Tabelle 5.1 wiedergegeben.

Amplitude	Energie [keV]	σE [keV]	Stoff	Uebergang	Sollenergie [keV]
3,6	11,92	0,12	Brom	K_α	11,92
5,43	26,29	0,21	Antimon	K_α	26,36

Tabelle 5.1: Messung zum Chip

Mit unserer Röntgenspektroskopie können wir Antimon und Brom nachweisen. Antimon kommt als 5 wertiges Element in der Halbleitertechnik zum Einsatz. Brom wird als Flammschutzmittel für Elektronikplatinen verwendet.

6 Magnet

Es wird die Zusammensetzung eines Magneten bestimmt.

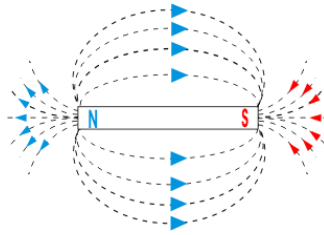


Abbildung 6.1: Dipolcharakteristik des verwendeten Magneten

Für den Magneten erhalten wir das folgende Spektrum (Abb. 6.2)

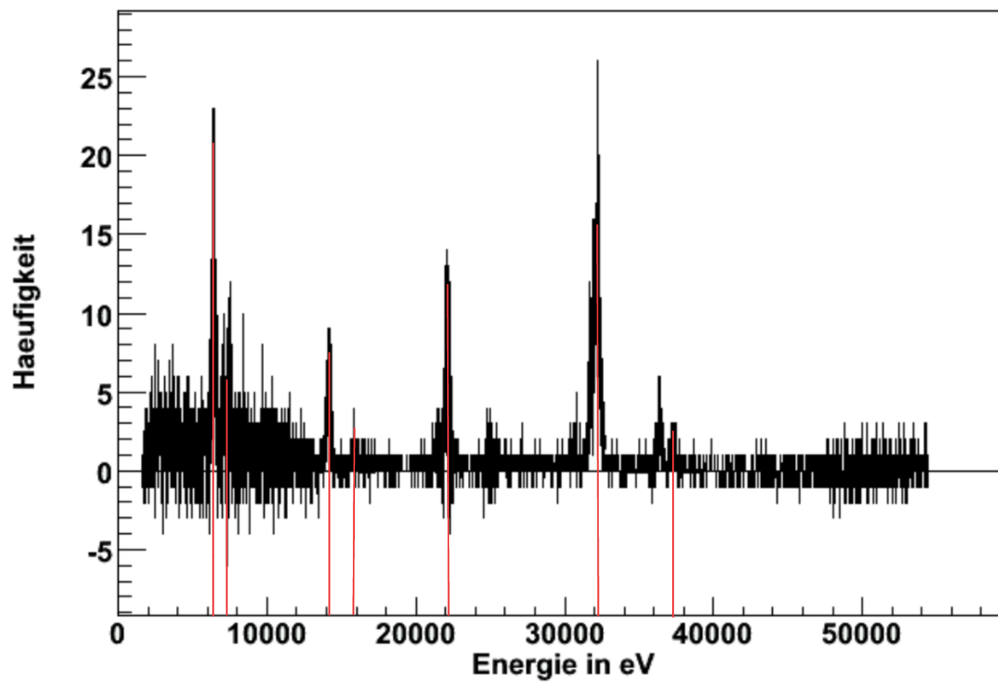


Abbildung 6.2: Röntgenspektrum des verwendeten Magneten

Amplitude	Energie [keV]	σ_E [keV]	Stoff	Übergang	Sollenergie [keV]
13,39	6,41	0,12	Eisen	$K_{\alpha 1}$	6,4
3,36	7,34	0,38	Ytterbium	$L_{\alpha 1}$	7,42
5,83	14,14	142,66	Strontium	$K_{\alpha 1}$	14,17
1,15	15,87	0,18	Strontium	$K_{\beta 1}$	15,84
7,87	22,12	0,16	Silber	$K_{\alpha 1}$	22,16
11,92	32,09	0,27	Barium	$K_{\alpha 1}$	32,19
2,68	36,27	0,18	Barium	K_{β}	36,34
0,71	37,27	0,22	Neodym	$K_{\alpha 1}$	36,85

Tabelle 6.1: Messung am Magnet

Wir können also nachweisen, dass sich im Magneten Eisen, Ytterbium, Strontium, Silber, Barium und Neodym befindet. Strontium und Barium sind häufige Bestandteile von Ferritmagneten. Ytterbium verbessert die Kornfeinung und mechanischen Eigenschaften von rostfreien Stählen. NeodymEisenBor (Nd₂Fe₁₄B) ist z.Z. der stärkste Werkstoff für Dauermagnete. Sie erreichen eine Remanenz von bis zu 1,4 Tesla. Bor konnte mit unserer Apparatur nicht nachgewiesen werden, da seine charakteristische Linie bei $K_{\alpha 1} = 0,183\text{keV}$ liegt. Die benutzte Einstellung RTD führt jedoch dazu, dass nur Röntgenquanten der Energien $E > 2\text{keV}$ messbar sind. Unverständlich erscheint uns der Silberanteil.