



Fortgeschrittenenpraktikum

WS 2003/04, SS 2004
Bearbeiter: Dr. K. Richter
Seitenzahl: 9

Versuch

RÖNTGENSPEKTREN (RS)

Einführung

Röntgenstrahlen machen gemeinsam mit der γ -Strahlung den kurzwelligen Teil des elektromagnetischen Spektrums aus ($0.01\text{nm} < \text{Wellenlänge } \lambda < 10\text{ nm}$). Je nach Art der Anregung entsteht ein **kontinuierliches** Spektrum (Bremsstrahlung, die durch Wechselwirkung ("Abbremsung") schneller Elektronen (Energie im keV-Bereich) mit dem Anodenmaterial einer Röntgenröhre entsteht oder Synchrotronstrahlung, die von einer elektrischen Ladung abgestrahlt wird, welche mit nahezu Lichtgeschwindigkeit (Energie im GeV-Bereich) auf einer gekrümmten Bahn geführt wird oder ein Linienspektrum (charakteristisches Spektrum), welches von Atomen (oder Ionen) nach Entfernung eines Elektrons aus einer inneren Schale (Teilchenstoß oder Photoabsorption) beim anschließenden Übergang in den Grundzustand emittiert wird.

Im Experiment vertieft der Student seine Kenntnisse über die Erzeugung der Röntgenstrahlung in einer Röntgenröhre, über die Eigenschaften der Röntgenstrahlung und über ihre Wechselwirkung mit Materie. Er wird mit verschiedenen Methoden der spektralen Zerlegung im Röntgenbereich vertraut gemacht, lernt verschiedene Detektoren zum Nachweis von Röntgenstrahlung kennen, beschäftigt sich mit den Gesetzmäßigkeiten und der Interpretation von Emissions- und Absorptionsspektren und ermittelt als praktische Anwendung der Spektralanalyse die Elementzusammensetzung einer unbekannten Probe (qualitative Röntgenfluoreszenzanalyse mit einem energieauflösenden Detektor ohne Kristallspektrometer).

Experimente

1. Spektralanalyse mit einem Kristallspektrometer

Mit einem **BRAGG-Spektrometer** (Bild 1) wird das Spektrum einer Röntgenröhre untersucht. Dabei wird ein schmal ausgeblendeter Strahl unter dem variablen Winkel θ (Glanzwinkel) auf einen Einkristall gerichtet. Der Kristall "reflektiert" bei dem Einstrahlwinkel θ nur die Komponenten des Spektrums, für welche die **BRAGG'sche Gleichung** erfüllt ist (konstruktive Interferenz der kohärent gestreuten Strahlung):

$$\sin \theta = n \lambda / 2 d$$

θ - Winkel zwischen Strahl und reflektierender Netzebenenschar (die hier parallel zur Kristalloberfläche liegt),

d - Netzebenenabstand,

n - Beugungsordnung

(s. auch Versuche Röntgeninterferenzen RI und Röntgenreflektometrie RR).

Mit den Primärblenden (vertikale und horizontale Schlitzblenden) wird die Divergenz und die Ausdehnung des Primärstrahlbündels eingestellt, welches von der Anode (Antikathode) der Röntgenröhre ausgeht und auf den Kristall trifft. Die Sekundärblenden begrenzen das reflektierte Strahlenbündel bezgl. des Winkelbereichs $\Delta\theta$, welchen der Detektor bei einem eingestellten Braggwinkel θ erfasst und unterdrücken die von dem Kristall und anderen im Strahlengang befindlichen Substanzen (z. B. Luft) ausgehende unerwünschte Streustrahlung. Die Blenden beeinflussen damit wesentlich das Auflösungsvermögen $\lambda/\Delta\lambda$, sie sind wichtige Bestandteile des Spektrometers.

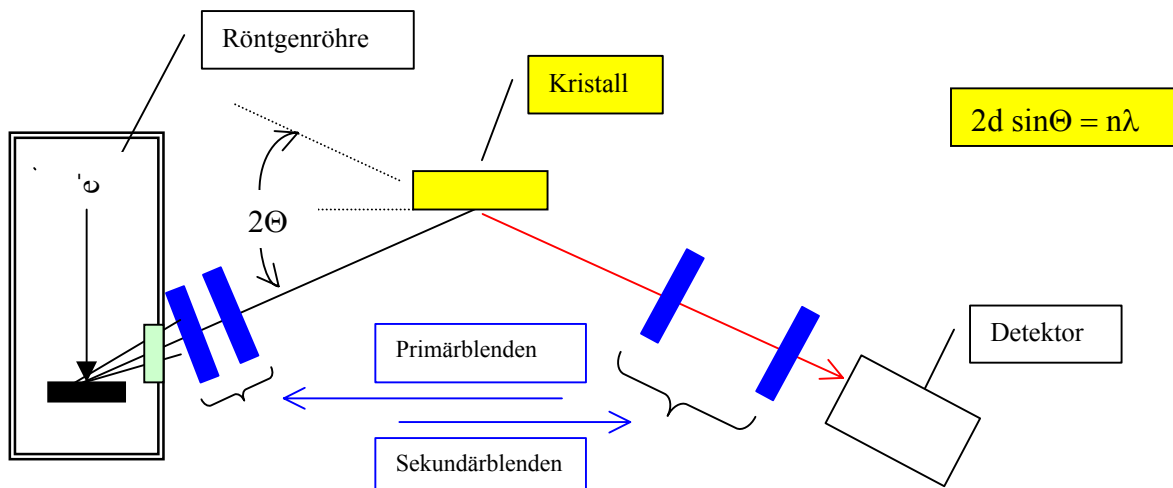


Bild 1 Bragg - Spektrometer

Für die Messung des Quantenflusses wird ein **photoelektrischer Detektor** eingesetzt (z.B. **Szintillationszähler, Proportionalzählrohr**), welcher in der Lage ist, einzelne Röntgenquanten nachzuweisen. Bild 2 zeigt das Schema des elektronischen Nachweiskanal. Bei der Auswahl der Detektoren für bestimmte Meßaufgaben ist sowohl ihr zeitliches als auch ihr energetisches Auflösungsvermögen zu beachten. Für die Spektralanalyse mit einem Kristallspektrometer ist ein Szintillationszähler mit einem NaJ(Tl)-Szintillator sehr gut geeignet. Er ist durch einen hohen Dynamikbereich (bis 10^5 cps keine wesentlichen Totzeitverluste) und eine Quantenzählausbeute $> 80\%$ im Wellenlängenbereich von 0,02 bis 0,25 nm gekennzeichnet. Die schlechte Energieauflösung des Szintillationszählers ist hier nicht von Bedeutung. Die Nachweiselektronik besteht aus einem Linearverstärker (Verstärkung variabel, hier ca. 100), einem Einkanalanalysator, welcher aus den Analogimpulsen ausgewählte Amplitude TTL-Impulse formt, die von einem Zähler registriert werden. Außerdem wird eine Hochspannungsversorgungseinheit für die Bereitstellung der SEV-Spannung benötigt. Der Kompaktkanal, eine PC – Steckkarte, enthält diese Baugruppen. Für die Einstellung der variablen Parameter und die Steuerung des Messablaufs steht im Versuch ein spezielles Programm zur Verfügung, welches Bestandteil des Softwarepakets "RAYFLEX" der Firma Rich. Seifert & Co. ist.

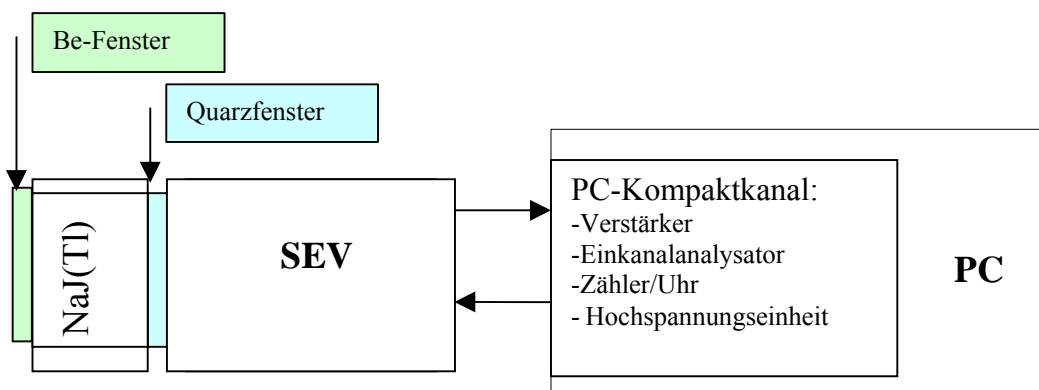


Bild 2 Elektronischer Nachweiskanal für Röntgenstrahlung mit einem Szintillationszähler (SZ)

Aus dem Intensitätsverlauf $I(\theta)$ erhält man folgende Informationen:

- **kurzwellige Grenze** des Röntgenbremsspektrums λ_{\min} : hieraus berechnet man das **PLANCK'sches Wirkungsquantum** $h = e U \lambda_{\min} / c$ mit U - Beschleunigungsspannung, e - Elementarladung, c – Lichtgeschwindigkeit im Vakuum,
- Winkellage der Intensitätsmaxima (Wellenlänge der **charakteristischen Linien**): man bestimmt damit die Ordnungszahl des **Anodenmaterials** der Röntgenröhre (sowie von Verunreinigungen desselben) $/4/$.

- Winkellagen, bei denen sich die Intensität sprunghaft ändert (**Absorptionskanten**): damit erhält man die Ordnungszahl von **Absorbern**, die sich im Strahlengang befinden /4/.

Das gemessene Spektrum ist ein modifiziertes Spektrum. Um daraus das wahre Spektrum der Röntgenröhre zu erhalten, müßten verschiedene energieabhängige Korrekturen ausgeführt werden: das Reflexionsvermögen des Analysatorkristalls, die Schwächung in der Luft und die Quantennachweiseffektivität des Detektors führen dazu, dass die gemessenen Intensitäten um mehrere Größenordnungen kleiner sein können als die wahren Intensitäten (die Korrekturen werden hier nicht ausgeführt).

Machen Sie sich mit der Systematik und Nomenklatur der Röntgenemissions- und -absorptionsspektren vertraut. Was besagt das Moseley'sche Gesetz? Was versteht man unter regulären und unter irregulären Dubletts? Welche Auswahlregeln gibt es für den Übergang der Elektronen zwischen verschiedenen Energieniveaus? Welcher Bruchteil der zugeführten elektrischen Leistung wird in einer Röntgenröhre in Röntgenstrahlung umgewandelt?

Die Abbildung eines Wellenlängenbereiches $\Delta\lambda$ auf einen Winkelbereich $\Delta\theta$ hängt stark von θ ab. Beweisen Sie das am Beispiel der Aufspaltung des Cu-K α -Dubletts (Cu-K α_1 : 1.54439 Å, Cu-K α_2 : 1.54056 Å) bei Verwendung eines LiF-Kristalls mit einem doppelten Netzebenenabstand $2d = 4.028$ Å. Welchen Winkelabstand $\Delta\theta$ haben die beiden Linien bei Verwendung der ersten bzw. zweiten Beugungsordnung? Leiten Sie eine Formel her für das Auflösungsvermögen $\lambda/\Delta\lambda$ eines Kristallspektrometers in Abhängigkeit vom Bragg-Winkel.

2. Schwächung der Röntgenstrahlungsintensität beim Durchgang durch Materie:

Messung des Röhrenspektrums unter Verwendung eines geeigneten Absorptionsfilters zur weitgehenden Unterdrückung der K β -Strahlung des Anodenmaterials. Aus den Intensitätsverhältnissen $V = I/I_0$ (I geschwächte Intensität und I_0 ungeschwächte Intensität) der intensivsten charakteristischen Linien und den Tabellenwerten der Schwächungskoeffizienten μ /5/ ist die Dicke des verwendeten Filtermaterials zu bestimmen. Die **Schwächung der Röntgenstrahlung** im Material der Ordnungszahl Z wird durch dessen **Schwächungskoeffizienten** $\mu(\lambda, Z)$ charakterisiert. Im Wellenlängenbereich $\lambda > 0,5$ Å (1 Angström = 0,1 nm) tragen hauptsächlich der Absorptionskoeffizient τ (Photoeffekt) und der Streukoeffizient σ (kohärente Thomsonstreuung und inkohärente Comptonstreuung) zum Schwächungskoeffizienten μ bei. Die geschwächte Intensität I , die einen Absorber der Dicke d verläßt, kann nach dem **Schwächungsgesetz** berechnet werden:

$$I = I_0 \exp(-\mu d).$$

In Tabellen (z. B. /3,5/) findet man den auf die Massendichte ρ bezogenen Massenschwächungskoeffizienten μ/ρ .

Weshalb wird Röntgenstrahlung beim Durchgang durch Materie geschwächt? Wovon hängt es ab, ob die Röntgenstrahlung beim Durchgang durch ein bestimmtes Material mehr oder weniger stark geschwächt wird? Prägen Sie sich den qualitativen Verlauf des Massenschwächungskoeffizienten in Abhängigkeit von der Wellenlänge der Strahlung ein.

Wieviel Impulse müssen registriert werden, damit das Intensitätsverhältnis $V = I/I_0$ (etwa 0,5 für die K α -Strahlung) mit einer Genauigkeit $|\Delta V/V| < 2\%$ gemessen wird? Für die Abschätzung genügt es, wenn nur der impulsstatistische Fehler (hier: $\Delta N = \sigma$) in Ansatz gebracht wird. Vergleichen Sie Absorptionsspektren im sichtbaren Bereich und im Röntgenbereich. Erklären Sie die Unterschiede mit Hilfe des Energieterm-Schemas des Atoms (von der Feinstruktur des Absorptionsspektrums von Festkörpern im Röntgenbereich wird hier abgesehen).

3. Charakterisierung der Detektoren

Ein energieauflösender Detektor liefert für jedes absorbierte Röntgenquant einen Spannungsimpuls, dessen Amplitude proportional zur Quantenenergie ist. Die Ausgangsimpulse des Detektors bzw. des nachfolgenden Linearverstärkers können mit einem Einkanal- oder Vielkanalimpulshöhenanalysator nach ihrer Amplitude geordnet werden. So entsteht eine Impulshöhenverteilung (Impulshöhenspektrum), welche der spektralen Intensitätsverteilung entspricht. Als energieauflösender Detektor wird im Versuch vorzugsweise ein Si-Drift-Detektor (Anhang: Bild 6) verwendet, dessen Energieauflösung für viele Spektren ausreicht. Zunächst erfolgt die Aufnahme der **Charakteristik** $I(U_D) - U_D$ ist die SEV-Spannung - und der **Impulshöhenverteilung** $I(U_A) - U_A$ ist die Analysatorspannung - eines Szintillationszählers vom Typ BDS-6 (NaJ(Tl)-Szintillator) mit der K α -Strahlung des Anodenmaterials der Röntgenröhre (Überprüfung der Arbeitsspannung und Berechnung der

relativen Halbwertsbreite der Impulshöhenverteilung ($RHWB = \text{Halbwertsbreite} / \text{mittlere Impulsamplitude}$) als Maß der Energieauflösung des Detektors). Vergleichen Sie die Energieauflösung des Detektors mit dem Energieabstand der charakteristischen Linien $K_{\alpha 1}$, $K_{\alpha 2}$ und K_{β} , welche mit Hilfe des Analysatorkristalls voneinander getrennt werden können. Vergleichen Sie auch mit dem Energieauflösungsvermögen des Elektrolumineszenzdetektors bzw. des Silizium – Drift - Detektors.

4. Röntgenfluoreszenzanalyse

Aufnahme des **Fluoreszenzspektrums** einer Probe zum Zwecke einer **qualitativen Elementanalyse**. Die Anregung erfolgt durch das Spektrum der Röntgenröhre. Das Fluoreszenzspektrum wird ohne Kristallspektrometer mit einem Elektrolumineszenzdetektor (ELD, Bild 5) bzw. einem Silizium Drift Detektor (SDD, Bild 6) analysiert. Die Meßanordnung ist in Bild 3 skizziert., die Nachweiselektronik in Bild 4.

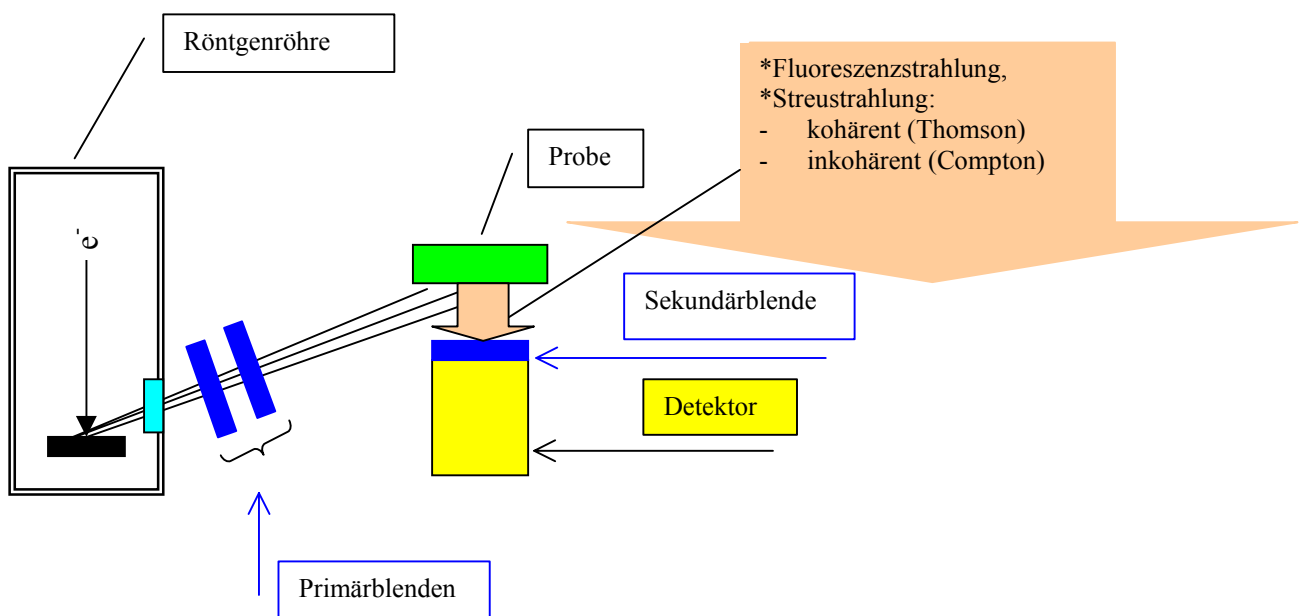


Bild 3 Fluoreszenzanordnung mit energieauflösendem Detektor

Voraussetzung ist eine Energiekalibrierung des Detektors unter Zuhilfenahme von bekannten Emissionslinien oder Absorptionskanten. Bei der Spektrenauswertung ist zu beachten, dass auch die kohärent und inkohärent gestreute Strahlung der Röntgenröhre im gemessenen Spektrum enthalten sind. Falls es sich um eine kristalline Probe handelt, können auch Bragg – Reflexe auftreten. *Wie kann man in dem gemessenen Spektrum Compton – Linien und Bragg – Reflexe von den charakteristischen Linien des Probenmaterials unterscheiden?*

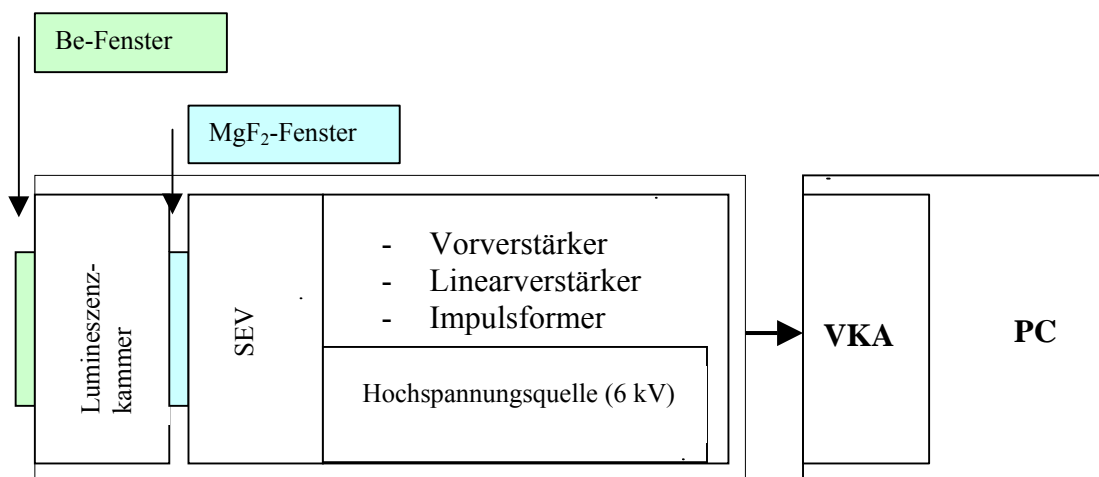


Bild 4 Elektronischer Nachweiskanal für Röntgenstrahlung mit einem Elektrolumineszenzdetektor (ELD)

Im Unterschied zum Nachweiskanal mit dem Szintillationszähler sind hier Vorverstärker, Hauptverstärker, Impulsformer und Hochspannungsquelle im Detektorgehäuse untergebracht. Der Impulsformer erzeugt aus den Ausgangsimpulsen des Verstärkers trapezförmige Impulse, deren Amplitude (maximal 10 V) proportional zur Energie des jeweiligen Röntgenquants ist und deren Länge der Verarbeitung mit dem Vielkanalanalysator (VKA, engl. multi channel analyser (mca)) angepasst ist (einige μ s). Mit einem Vielkanalanalysator kann die Impulshöhenverteilung (das Energiespektrum) simultan gemessen werden. Eine Kanalzahl von 1024 ist z.B. der Energieauflösung des ELD (und des SDD) angemessen.

Literatur:

/1/ G.E.R. Schulze

Lehrbriefe Physik der Röntgenstrahlen (1. Lehrbrief)
TU Dresden 1991

/2/ B.K. Agarwal

X-Ray Spectroscopy
Springer Verlag, Berlin 1991

/3/ A.J.C. Wilson (ed.)

International Tables for Crystallography, Vol.C: Math., Phys. and Chem.
Tables
Kluwer Academic Publishers, Dordrecht/Boston/London 1995

/4/ J.A. Bearden

X-Ray Wavelength
U.S.Atomic Energy Commission, Contract AT(30-1) – 2543,
Final Report
Oak Ridge, Tennessee, 1964

/5/ N.I. Komjak

Tabellen der vollständigen Massenschwächungskoeffizienten
der charakteristischen Röntgenstrahlung
Leningrad 1978

/6/ Strueder, L.,et al.

High-Resolution X-ray Spectroscopy close to Room Temperature
Microscopy and Microanalysis 4, 622-631,1999

Fragen richten Sie sich bitte an den Betreuer (Dr. K. Richter, Raum PHY C 105, HA 35679, e-mail kurt.richter@physik.tu-dresden.de).

Ort: Physikgebäude, Raum C 119, Beginn: 7:30 Uhr Versuchsdauer: 8 h

Anhang

1. Der Elektrolumineszenzdetektor

Der Elektrolumineszenzdetektor besteht aus einem abgeschlossenen, zylindrischen Keramikkörper, der ein System von Elektroden enthält. Es können zwei Teilvolumina unterschieden werden. Das Teilvolumen I, die **Absorptionszone**, ist durch das Be-Strahleneintrittsfenster und das erste Gitter begrenzt. Der größte Teil der Strahlung wird in diesem Bereich absorbiert. Die Tiefe der Absorptionszone beträgt 30 mm. Das Teilvolumen II, die **Elektrolumineszenzzone**, wird durch die beiden Gitterelektroden begrenzt, die einen gegenseitigen Abstand von 10 mm haben. Die Keramikammer, die mit hochreinem Xe gefüllt ist ($p = 1,5 \text{ atm}$), wird durch ein im UV-Bereich gut lichtdurchlässiges Fenster abgeschlossen. Zwischen dem Be-Fenster und dem ersten Gitter liegt eine Hochspannung von $(1,5 - 2) \text{ kV}$, während die Potenzialdifferenz zwischen den beiden Gittern etwa $(4 - 5) \text{ kV}$ beträgt.

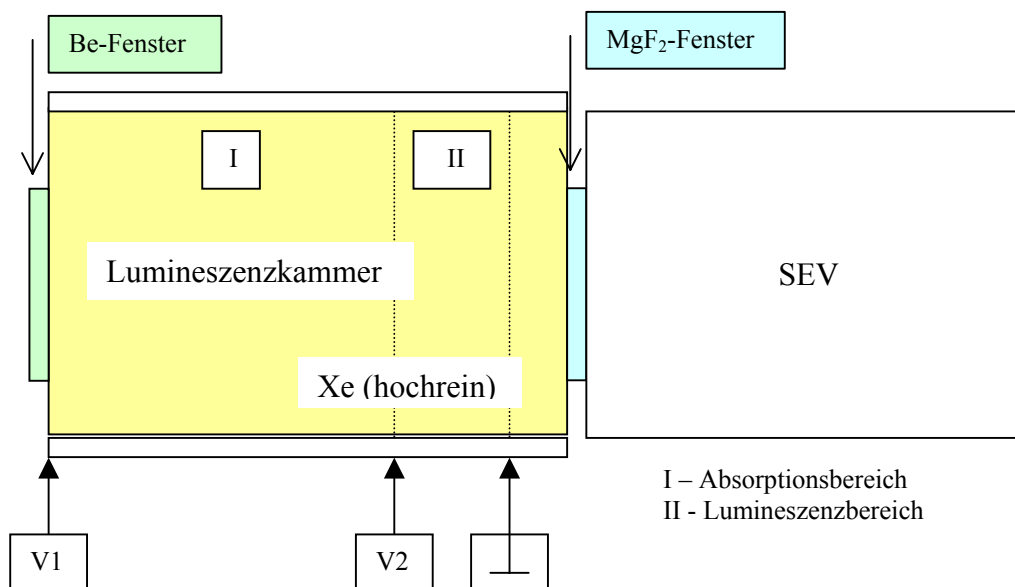


Bild 5 Schematische Darstellung des Elektrolumineszenzdetektors (ELD)

Die Wirkungsweise des ELD kann wie folgt beschrieben werden: Ein Röntgenquant gelangt durch das gut durchlässige Be – Fenster in die Lumineszenzkammer und wird durch Wechselwirkung mit einem Xe – Atom mit hoher Wahrscheinlichkeit innerhalb der Absorptionszone absorbiert.

Die Zahl der dabei entstehenden frei beweglichen Ladungsträger ist proportional zur Quantenenergie. Die Elektronen driften in dem elektrischen Feld zur Elektrolumineszenzzone. Das Feld ist so bemessen, dass es zu keinen weiteren sekundären Ionisationen kommt, dass die Elektronen auf einer mittleren freien Weglänge also nur soviel Energie aufnehmen, dass sie die Xe-Atome lediglich optisch anregen können. Beim Übergang in den Grundzustand emittieren die Xe – Atome sehr häufig UV – Photonen der Wellenlänge $\lambda = 173 \text{ nm}$ (Maximum des emittierten Spektrums). Die statistische Schwankung des Lichtvervielfachungsprozesses ist wesentlich kleiner als die der Ladungsvervielfachung in einem Xe - Proportionalzählrohr. Das ist die entscheidende Ursache für das bessere energetische Auflösungsvermögen des ELD. Das Licht gelangt durch das MgF₂ – Fenster in den Sekundärelektronenvervielfacher (SEV). In der Photokathode des SEV werden die Photonen absorbiert. Die dabei emittierten Photoelektronen werden im Dynodensystem des SEV vervielfacht. Am Ausgang des SEV

(Anode) kann für jedes absorbierte Röntgenquant ein Ladungs- bzw. Spannungsimpuls registriert werden, dessen Amplitude proportional der Energie des absorbierten Röntgenquants ist.

2. Der Silizium Drift Detektor (SDD)

Der Entwicklung des Silizium Drift Detektors (Bild 6) liegt die Idee zugrunde, durch Verringerung der Eingangskapazität des Vorverstärkers das energetische Auflösungsvermögen entscheidend zu verbessern (eine kleine Eingangskapazität ist mit einem geringen Rauschen und einem großen Signal-Rausch-Verhältnis verbunden). Dies ist gelungen, indem der Eingangs-Feldeffekttransistor (JFET) des Vorverstärkers ohne Bonddrähte direkt auf dem Detektor Chip integriert wurde. Bei angelegter Betriebsspannung sorgt eine spezielle Elektrodenkonfiguration mit dem damit verbundenen Potenzialverlauf dafür, dass alle Elektronen, welche infolge des Energieeintrags durch Absorption eines Röntgenquants in das Leitfähigkeitsband gehoben werden, rasch zur Anode driften und damit auf das Gate gelangen. Die Ladung auf dem Gate steuert den Signalstrom zwischen Source und Drain. Man erreicht für die Mn-K-Strahlung (5,9 keV) eine **Energieauflösung von 2,5 %** bei einer Temperatur von -15°C (Peltier-Kühlung). Einzelimpulsmessung ist bei Berücksichtigung der Totzeitverluste bis zu einer Impulsrate von $2,5 \times 10^5$ cps und höher möglich. Integrale Messungen sind sogar bis 10^9 cps möglich. Der Strahleneintritt erfolgt auf der Rückseite des Detektorchips.

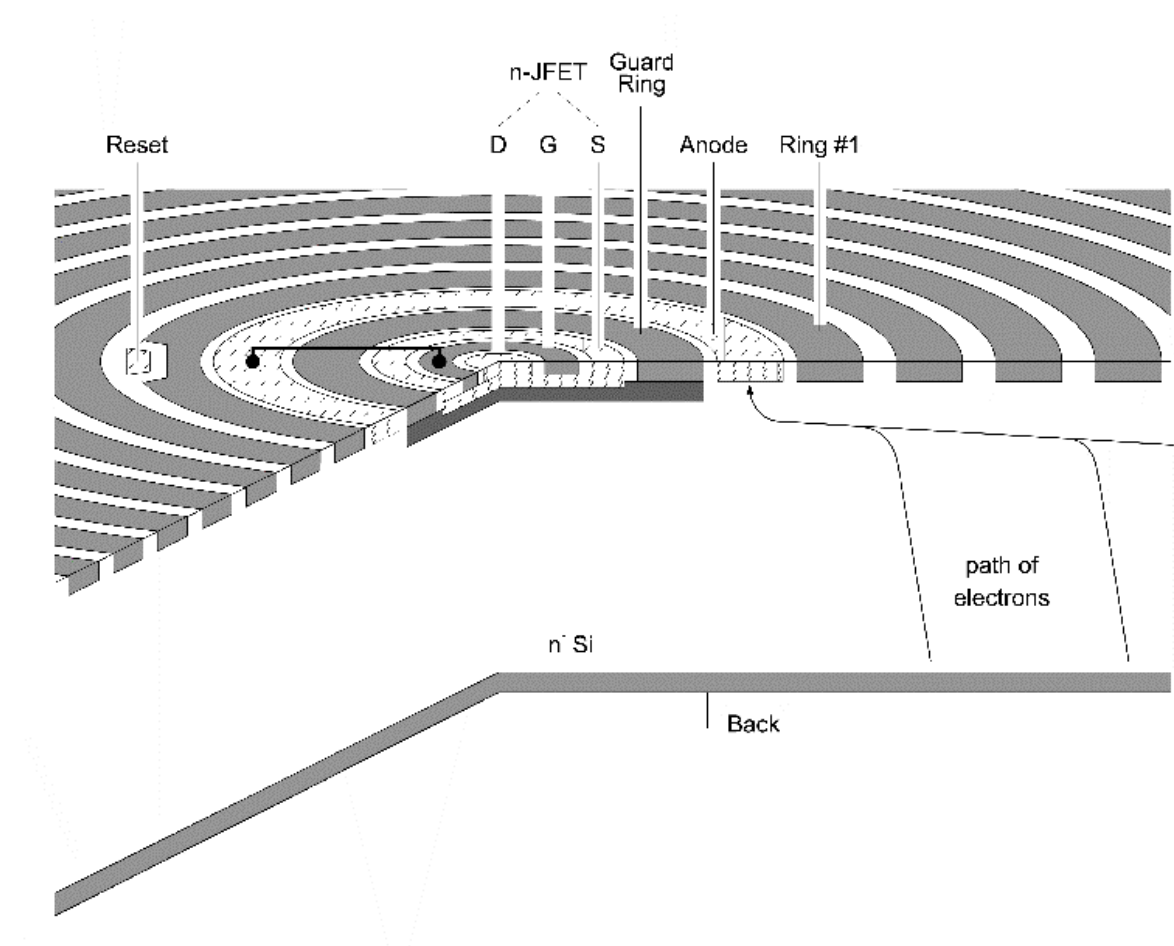


Bild 6 Silicon Drift Detector nach Strüder et al. /6/

Aufgabenstellung

1. Aufnahme und Interpretation des Spektrums ($I(E)$ bzw. $I(\lambda)$) einer Röntgenröhre

Aufnahmebedingungen:

Spektrometer:	BRAGG-Spektrometer auf Basis des Horizontal-Zählrohrgoniometers HZG-4 (Freiberger Präzisionsmechanik GmbH, Freiberg)
Betriebsart:	Schrittbetrieb mit 2:1-Kopplung ($2\theta/\omega$)

Übersichtsmessung

Startwinkel:	$2\theta = 8^\circ$
Stoppwinkel:	54°
Schrittweite:	$0,1^\circ$ in 2θ
Blenden:	B1 - 0,09 mm (horiz.), B2 - 0,09 mm (horiz.), B3 - 1,5 mm (Vert.), B4 - 0,35 mm (horiz.)

Analysatorkristall:	LiF 002; $2d = 4,028 \text{ \AA}$ ($1 \text{ \AA} = 0,1 \text{ nm}$) oder Si 111; $2d = 6,276 \text{ \AA}$
---------------------	---

Röntgengenerator:	ID 3003 (Rich. Seifert & Co., Ahrensburg) Absolutgenauigkeit für Röhrenspannung: 2 % Stabilität: 0,01 % bei 10% Netzspannungsschwankung Welligkeit: $< 1 \%$
-------------------	---

Röntgenröhre:	Feinstrukturrohre FK 60-10; $U = 40 \text{ kV}$, $i = 20 \text{ mA}$
Filter:	Leerfilter

Detektor:	Szintillationszähler BDS 6 (NaJ(Tl)-Szintillator) Arbeitsspannung $U = -700 \text{ V}$
-----------	---

Nachweiselektronik:	PC - Compact Channel (Freiberger Präzisionsmechanik GmbH, Freiberg) Einzustellende Parameter: Arbeitsspannung: $U = -700 \text{ V}$ Verstärkung: $V = 110$ Diskriminatorschwelle: $U_D = 0,8 \text{ V}$ Meßzeit: $t = 1 \text{ s}$
---------------------	---

Anhand des Übersichtsdiagramms sind interessierende Winkelbereiche festzulegen, die mit einer kleineren Winkelschrittweite ($\Delta(2\theta) = 0,01^\circ$) noch einmal zu messen sind, damit die Winkellage der Emissionslinien, der Absorptionskanten und der kurzwelligen Grenze des Bremsspektrums möglichst genau bestimmt werden können. Dabei ist zu beachten, dass die **Maximalintensität**, mit welcher der **Szintillationszähler** belastet werden kann, **10^5 Imp/s** beträgt. Falls die Maximalintensität überschritten wird, muß die Anregungsleistung der Röntgenröhre herabgesetzt werden ($I \sim U^2$, $I \sim i$).

Aus der Meßkurve $I(2\theta)$ ist die kurzwellige Grenze λ_{\min} des Bremsspektrums zu bestimmen und daraus das **Planck'sche Wirkungsquantum h** zu berechnen (Fehlerschätzung).

Die charakteristischen Linien und die im Spektrum enthaltenen Absorptionskanten sind anhand einer Wellenlängentabelle zu identifizieren. **Aus welchem Material besteht die Anode (Antikathode) der Röntgenröhre?** Sind Verunreinigungen enthalten?

Aus welchem Material muß ein Filter bestehen, welches - in den Strahlengang gebracht - die K_{β} -Linien des Anodenmaterials viel stärker schwächt als die K_{α} -Linien. Eine Tabelle der Massenschwächungskoeffizienten μ/ρ (μ Schwächungskoeffizient, ρ Massendichte) liegt am Arbeitsplatz. Das Filter soll in Aufgabe 2 Verwendung finden.

2. Messen Sie das Intensitätsverhältnis $V = I/I_0$ (I - geschwächte Intensität, I_0 - ungeschwächte Intensität) für das ermittelte Absorbermaterial und bestimmen Sie die Dicke des verwendeten Absorptionsfilters. Verwenden Sie dafür die Peakintensitäten der $K_{\alpha 1}$ - und $K_{\beta 1}$ -Linien des Röhrenspektrums. Für die intensivere Linie besteht die Genauigkeitsforderung $\Delta V/V < 0,01$ (wählen Sie eine entsprechende Meßzeit).

3. Messen Sie das K_{α} -Dublett in zweiter oder höherer Beugungsordnung. Erklären Sie Ihre Beobachtung mit Hilfe der Abhängigkeit des Auflösungsvermögens $\lambda/\Delta\lambda$ vom Braggwinkel θ . Benutzen Sie dazu die Bragg'sche Gleichung.

4. Bei der Winkellage des Intensitätsmaximums einer der charakteristischen Linien sind eine Detektorcharakteristik $I(U_D)$ und eine Impulshöhenverteilung $I(U_A)$ aufzunehmen. Dafür nutzt man entsprechende Meßprogramme des PC Compact Channel (Menue-Punkt "check channel"), die Detektorspannung U_D bzw. die Analysatorspannung U_A werden dabei automatisch variiert

- Es ist zu prüfen, ob die Detektorspannung U_D und die Diskriminatorschwelle (U_1) "vernünftig" gewählt worden sind (Kriterium: die Grenze der Rauschspannungen des Verstärkers liegt unterhalb U_1 , die Impulshöhenverteilung des Detektors für die charakteristischen Linien liegt oberhalb U_1).

- Es ist die relative Halbwertsbreite $RHWB = HWB/U_{MAX}$ als Maß des Energieauflösungsvermögens des Detektors zu bestimmen (HWB-Halbwertsbreite der Impulshöhenverteilung (engl. FWHM – full width at half maximum), U_{MAX} -Impulsamplitude des Maximums der Impulshöhenverteilung).

- Vergleichen Sie die relative Halbwertsbreite der Impulshöhenverteilung des Szintillationszählers mit der des Elektrolumineszenzdetektors bzw. des Silizium Drift Detektors und mit der des Analysatorkristalls bei der gewählten Blendenanordnung (vergl. Pkt. 3). Geben Sie die Halbwertsbreite der gemessenen K_{α} -Linie in eV an und vergleichen Sie diese Werte mit dem Linienabstand des K_{α} -Dubletts.

5. Aufnahme von Fluoreszenzspektren verschiedener Proben mit einem **Elektrolumineszenzdetektor** (ELD der Firma Burevestnik, St. Petersburg) und einem Vielkanalanalysator bzw. mit einem **Silizium Drift Detektor** (SDD System XFlash der Firma Röntec, Berlin).

5.1 **Energiekalibrierung** mit den charakteristischen K-Linien geeigneter Elemente bzw. mit dem Mn-K-Spektrum, welches von einem radioaktiven ^{55}Fe -Präparat emittiert wird. Für die Kalibrierung kann natürlich auch das Kristallspektrometer von Aufgabe 1 genutzt werden. Hier sollen jedoch an die Stelle des Analysatorkristalls (s. Aufgabe 1) die Proben gebracht werden, welche die gewünschten Elemente enthalten. Sie werden durch die Primärstrahlung der Röntgenröhre zur Emission ihres charakteristischen Spektrums angeregt (Fluoreszenz). Je nach Beschaffenheit der Probe (Elementzusammensetzung) muß auch damit gerechnet werden, dass die elastisch gestreute Primärstrahlung, d.h. auch die Bremsstrahlung, im gemessenen Energiespektrum mehr oder weniger intensiv enthalten ist. Machen Sie sich klar, dass bei kristallinem Material damit zu rechnen ist, dass Bragg-Reflexe beobachtet werden können. Beachten Sie auch die **Comptonstreuung**. Wie kann man entscheiden, um welche Linien es sich handelt – Fluoreszenzlinien des Probenmaterials, Spektrallinien des Anodenmaterials (elastische und inelastischer Streuung in der Probe), Bragg-Reflexe (elastische Streuung in der kristallinen Probe unter Einhaltung der Bragg-Bedingung)?

5.2 Aufnahme des **Fluoreszenzspektrums einer "unbekannten" Probe** und Identifizierung der in der Probe enthaltenen Elemente und ihrer Linien (qualitative Röntgenfluoreszenzanalyse mit einem energieauflösenden Detektor).