

Ausarbeitung Versuch 255 Röntgenspektrometer

Lucas Eekhof

Einleitung

Motivation

Bei Röntgenstrahlung handelt es sich um energetische Photonen, die aufgrund ihrer sehr kurzen Wellenlängen außerordentliche und nützliche Eigenschaften haben. Prinzipiell ist dies problematisch für gewöhnliche spektroskopische Verfahren, da Dispersion oder Brechung am Gitter nicht praktikabel umsetzbar sind, allerdings lassen sich andere Verfahren nutzen, um die Spektren in diesem Bereich auszuwerten - In diesem Fall über die Reflexion unter kleineren Winkeln an Kristallgittern. Zudem kann ihr spezielles Reflexionsverhalten genutzt werden, um Informationen über periodische Strukturen auf sehr kleinen Skalen, zum Beispiel wieder Kristallgitter und ihre Anordnung, zu gewinnen. Überdies ist die Wechselwirkung von Röntgenstrahlung mit Materie auch nützlich, um Informationen über das innere von Materieanordnungen zu gewinnen, dies findet beispielsweise in der Röntgendiagnostik häufige Anwendung.

Physikalischer Hintergrund

Röntgenröhren beschleunigen Elektronen innerhalb einer evakuierten Glasröhre von einer Kathode auf eine Anode zu, wobei die Elektronen beim Auftreffen auf die Anode durch das Coulombfeld ihrer Atome abgebremst werden, und Bremsstrahlung emittieren. Aufgrund der unterschiedlichen Energieverluste der Elektronen ist das sogenannte „Bremspektrum“ kontinuierlich verteilt. Bei kurzen Wellenlängen gibt es eine Obergrenze λ_{gr} , die sich aus der Energieerhaltung und der Beschleunigungsspannung U , die von den Elektronen durchlaufen wurde, ergibt nach

$$E = eU = h\nu_{gr} = h\frac{c}{\lambda_{gr}} \implies \lambda_{gr} = \frac{hc}{eU} \quad (1)$$

Zusätzlich können die Elektronen auch die Anodenatome ionisieren, welche dann ein charakteristisches Linienspektrum abstrahlen. Je nach dem aus welcher Schale die Elektronen herausgestoßen werden, und aus welcher Schale die Elektronen nachrücken, werden Photonen unterschiedlicher Wellenlängen emittiert. Es gilt das Moseleysche Gesetz für die abgestrahlte Energie $E_{n \rightarrow m}$ bei einem Rückfall eines Elektrons der n -ten auf die m -te Schale:

$$E_{n \rightarrow m} = hcR_{\infty}(Z - A)^2 \left(\frac{1}{m^2} - \frac{1}{n^2} \right) \quad (2)$$

Mit der Rydbergkonstanten R_{∞} und bei der Kernladungszahl Z , A bezeichnet die Abschirmungskonstante als Näherung der Abschwächung des Kernfeldes durch die Elektronen in den weiter innen liegenden Schalen. Bei den energetischen K_{α} -Übergängen von der L - auf die K -Schale wird der Kern effektiv nur noch von einem Elektron abgeschirmt, sodass gilt:

$$E_{1 \rightarrow 2} = \frac{3}{4}hcR_{\infty}(Z - 1)^2 \quad (3)$$

Verschiedene Effekte, zum Beispiel durch die Feinstrukturaufspaltung, führen zu leichten Abweichungen der Energien, jedoch bleibt die Formel eine gute Näherung. Für diesen Versuch relevant ist auch der K_{β} -Übergang von der M -Schale auf die K -Schale. Durch die leicht höhere Energiedifferenz führt dieser zur Emission von etwas kurzwelligerem Licht.

Bragg-Reflexion

Übliche Mittel zur Untersuchung von Spektren sind die Dispersion und die Beugung. Diese Effekte sind jedoch aufgrund der im Röntgenbereich für ihre Ausnutzung nötigen extrem kleinen Strukturen nicht mehr praktikabel,

weswegen die Bragg-Reflexion herangezogen wird. Bei einem Auftreffen von Röntgenstrahlung auf einen Kristall im Winkel θ findet auf seiner Oberfläche Reflexion statt, da Röntgenstrahlung aber relativ weit in den Kristall eindringen kann, auch an den tieferen Ebenen des Kristalls. Je nach Zahl der durchdrungenen Ebenen ergibt sich ein Gangunterschied Δs zwischen den reflektierten Strahlen, je nach Verhältnis zu einem Vielfachen der Strahlungswellenlänge λ , interferieren die reflektierten Strahlen konstruktiv oder destruktiv, und löschen sich so teilweise nach dem Prinzip der Vielstrahlinterferenz vollständig aus. Zur Herleitung der Gesetzmäßigkeit überlegt man sich zunächst leicht, dass bei einem Gitterabstand d zwischen den Kristallebenen für den Gangunterschied gilt:

$$\Delta s = 2d \sin(\theta) \quad (4)$$

Dies führt für den Fall konstruktiver Interferenz auf das Braggsche Gesetz:

$$2d \sin(\theta) = n\lambda \quad (5)$$

Es lassen sich also durch Bestrahlung eines Kristalls unter verschiedenen Winkeln bestimmte Wellenlängen der Strahlung gesondert betrachten, und so das Spektrum im Röntgenbereich untersuchen. Anders herum lassen sich bei einem bekannten Spektrum Rückschlüsse auf die Kristallstruktur ziehen.

Die periodische Gitterstruktur eines Kristalls wird im kleinsten Maßstab durch die Elementarzelle definiert, sie gibt an in welcher Konfiguration und in welchen Abständen, also mit welchen Gitterkonstanten, die aufbauenden Ionen im Kristall geordnet sind. Je nach Form der Elementarzelle ist es daher wichtig, die Orientierung der Kristallkante zur Gitterstruktur zu beachten. In diesem Versuch liegt der einfache Fall von parallelen Ebenen vor, weshalb der Netzebenenabstand der halben Gitterkonstante entspricht.

Avogadro-Konstante

Bei Kenntnis über die Zahl der Ionenpaare/-gruppen in einer Elementarzelle n , und das Volumen V der letzteren lässt sich die Avogadrokonstante N_A berechnen. Kennt man das Molvolumen V_{mol} des Kristalls, sieht man leicht ein dass gelten muss:

$$N_A = n \frac{V_{mol}}{V} \quad (6)$$

Der Wert V lässt sich nämlich durch den nach den oben geschilderten Methoden ermittelbaren Netzaabstand gewinnen. Da er in diesem Fall der halben Gitterkonstante a entspricht, lässt sich mit der Molmasse M_{mol} und der Dichte ρ schreiben:

$$N_A = n \frac{V_{mol}}{a^3} = n \frac{M_{mol}}{\rho(2d)^3} = \frac{n}{8} \frac{M_{mol}}{\rho d^3} \quad (7)$$

Gerätebeschreibung

Es wird für diesen Versuch ein Zählrohr-Goniometer mit schwenkbarem Messarm und Probensträger in der Drehachse verwendet. Die Winkel der letzteren werden 2:1 gekoppelt, sodass die Probennormale stets die Winkelhalbierende zwischen Primär- und Reflexionsstrahl bildet. Die Steuerung des Goniometers erfolgt an der dafür vorgesehenen Schaltfläche am Röntgengerät.

¹Wagner, Jens: „Physikalisches Praktikum PAP 2.2 für Studierende der Physik“, 2019, S. 95

²Wagner, Jens: „Physikalisches Praktikum PAP 2.2 für Studierende der Physik“, 2019, S. 95

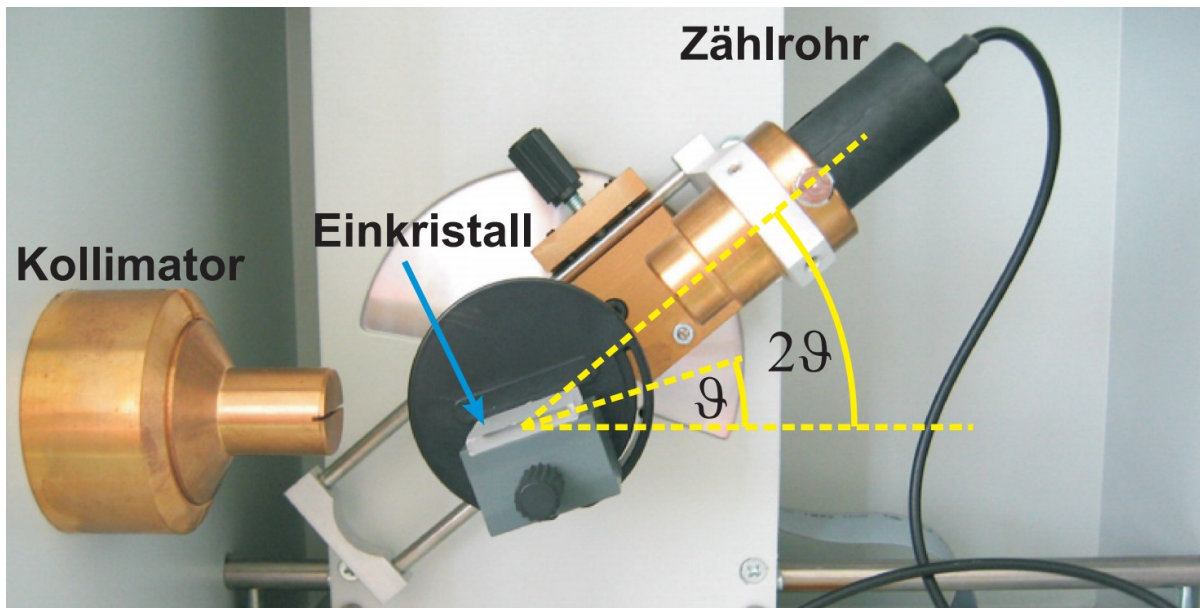


Abbildung 1: Aufbau eines Goniometers, entsprechende Winkelkopplung eingezeichnet, links vom Bild die Röntgenröhre²

Eine Röntgenröhre mit Molybdänanode mit maximaler Betriebsspannung/-strom von 35 kV und 1 mA wird in einem separaten Raum, wie auch das Goniometer, mit einer Bleiglasschiebetür isoliert. Ein Kollimator ist am Übergang von diesem zum Experimentierraum eingesetzt.

³Wagner, Jens: „Physikalisches Praktikum PAP 2.2 für Studierende der Physik“, 2019, S. 90

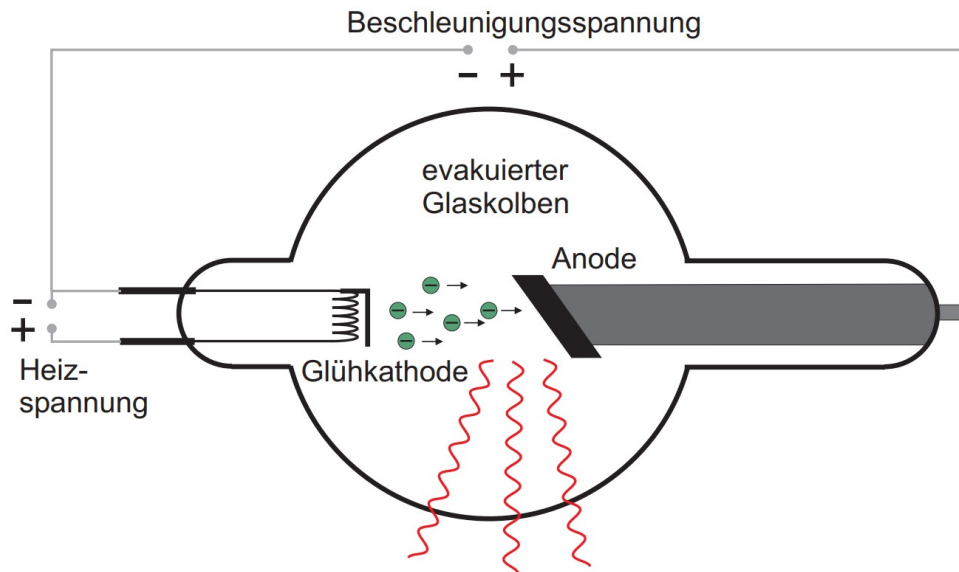


Abbildung 2: Aufbau einer Röntgenröhre³

Die Kristalle werden auf dem Probenträger mit einer Rändelschraube festgestellt. Das Goniometer wird für die Messungen der Bragg-Reflexion im gekoppelten Modus betrieben.

Die reflektierte Strahlung wird mit einem am Messarm befestigten Geiger-Müller-Zählrohr festgestellt. Seine Spannungseinstellung und Werteablesung erfolgen über das dafür vorgesehene Bedienfeld am Röntgengerät.

Bei der Bedienung ist der gekoppelte Modus zu wählen, und bei Anwendung der Befehle „SCAN“ und „HV ON“ sind die Bleiglasscheiben zu schließen. Die Messwerte werden an einen Computer übertragen und dort von einem Messprogramm in die später genutzten Dateien überführt.

Durchführung

Funktionstest

Die Sicherheitskreise werden überprüft, dafür ist das Gerät bei $I = 1 \text{ mA}$ und $U = 5 \text{ kV}$ anzuschalten. Die Bleiglasfenster werden geschlossen, und die Hochspannung eingeschaltet. Wenn die Kontrollleuchte über dem Taster blinkt, und die Röntgenröhre aufleuchtet, wird die Verriegelung der Bleiglasscheibe aufgehoben. Sofort sollten sich die Kathodenheizung sowie die Hochspannungskontrollleuchte abschalten.

Messung des Röntgenspektrums mit einem Lithiumfluoridkristall

Es wird der Lithiumfluoridkristall auf dem Targethalter fixiert, die Röhrenspannung U wird auf 35 kV , beziehungsweise der Röhrenstrom I auf 1 mA eingestellt, die Messzeit t auf 5 s , und der Einfallswinkel β in Schritten $\Delta\beta$ von $0,2^\circ$ zwischen 3° und 22° variiert. Die Messung erfolgt nach Eingabe all dieser Parameter in das Messprogramm am Computer.

Es wird die Messung für die groben Bereiche der K_α - und K_β -Linien in erster und zweiter Ordnung wiederholt, allerdings mit $\Delta\beta = 0,1^\circ$, und $t = 20 \text{ s}$.

Nun wird die Zählrate bei einem festen β von $7,5^\circ$ für verschiedene U im Bereich von 20 kV bis 35 kV in Schritten von 1 kV gemessen, die Messzeit beträgt hier wieder 20 s .

Messung des Röntgenspektrums mit einem Kochsalzkristall

Es wird die erste Messung am Lithiumfluoridkristall analog am Kochsalzkristall durchgeführt. Der β wird diesmal zwischen 3° und 18° variiert.

Messprotokoll

Alle verwendeten Messergebnisse wurden dem Archiv unter https://www.physi.uni-heidelberg.de/Einrichtungen/AP/info/Corona/Versuch_255.zip am 28.03.2021 entnommen. Die Messungen selbst wurden am 25.02.2020 von 14:00 Uhr bis 15:30 durchgeführt.

Messung des Röntgenspektrums mit einem Lithiumfluoridkristall

Es ergibt sich nach dem beschriebenen Prozedere für die Messung des Röntgenspektrums von Lithiumfluorid mit einer Röhrenspannung $U = 35 \text{ kV}$, einem Röhrenstrom $I = 1 \text{ mA}$, einem Scanbereich von 3° bis 22° bei einer Schrittweite von $0,2^\circ$ und einer Messzeit $t = 5 \text{ s}$:

Tabelle 1: Messparameter und Messwerte für das Lithiumspektrum

Winkel [°]	Zählrate [$\frac{1}{s}$]
3,000	19,800
3,200	19,200
3,400	19,800
3,600	19,400
3,800	23,200
4,000	23,600
4,200	25,000
4,400	25,000
4,600	28,200
4,800	40,200
5,000	103,000
5,200	245,600
5,400	323,600
5,600	417,600
5,800	501,200
6,000	550,200
6,200	575,000
6,400	617,800
6,600	650,200
6,800	624,800
7,000	649,600
7,200	674,800
7,400	642,400
7,600	655,800
7,800	621,200
8,000	602,000
8,200	597,800
8,400	577,200
8,600	589,800
8,800	964,400
9,000	1105,600
9,200	517,400
9,400	520,600
9,600	504,400
9,800	642,000
10,000	2370,000
10,200	1641,000
10,400	425,200
10,600	382,800
10,800	361,400
11,000	338,000
11,200	303,000
11,400	304,200
11,600	296,600
11,800	274,400
12,000	250,400
12,200	240,800

Tabelle 2: Fortsetzung Tabelle Lithiumspektrum

Winkel [°]	Zählrate [$\frac{1}{s}$]
12,400	229,600
12,600	215,600
12,800	194,800
13,000	196,000
13,200	171,600
13,400	167,000
13,600	157,200
13,800	137,800
14,000	133,600
14,200	131,000
14,400	126,800
14,600	117,200
14,800	116,400
15,000	116,600
15,200	116,800
15,400	104,200
15,600	108,800
15,800	110,800
16,000	111,000
16,200	92,000
16,400	96,200
16,600	94,800
16,800	92,800
17,000	89,800
17,200	89,000
17,400	87,800
17,600	92,600
17,800	111,000
18,000	123,600
18,200	194,000
18,400	107,600
18,600	90,800
18,800	78,600
19,000	84,000
19,200	80,400
19,400	78,000
19,600	77,800
19,800	71,000
20,000	80,400
20,200	107,000
20,400	281,400
20,600	394,000
20,800	108,400
21,000	62,200
21,200	71,600
21,400	73,400
21,600	65,800
21,800	63,000
22,000	60,200

Für die K -Linien der ersten Ordnung ergibt sich so mit $U = 35 \text{ kV}$, $I = 1 \text{ mA}$, einem Scanbereich von $8,4^\circ$ bis $10,8^\circ$ bei einer Schrittweite von $0,1^\circ$ und $t = 20 \text{ s}$:

Tabelle 3: Messparameter und Messwerte für das Lithiumspektrum auf den K -Linien erster Ordnung

Winkel [$^\circ$]	Zählrate [$\frac{1}{s}$]
8,400	556,400
8,500	550,750
8,600	598,300
8,700	722,950
8,800	963,850
8,900	1218,650
9,000	1083,700
9,100	642,400
9,200	540,650
9,300	521,250
9,400	502,100
9,500	495,550
9,600	505,500
9,700	527,100
9,800	648,050
9,900	1315,700
10,000	2390,600
10,100	2746,450
10,200	1674,350
10,300	609,050
10,400	434,700
10,500	392,250
10,600	386,250
10,700	374,950
10,800	362,650

Und in der zweiten Ordnung mit $U = 35 \text{ kV}$, $I = 1 \text{ mA}$, einem Scanbereich von $17,4^\circ$ bis $21,2^\circ$ bei einer Schrittweite von $0,1^\circ$ und $t = 20 \text{ s}$:

Tabelle 4: Messparameter und Messwerte für das Lithiumspektrum auf den K -Linien zweiter Ordnung

Winkel [°]	Zählrate [$\frac{1}{s}$]
17,400	87,700
17,500	87,900
17,600	90,300
17,700	97,050
17,800	109,600
17,900	122,200
18,000	129,600
18,100	165,650
18,200	188,200
18,300	147,250
18,400	101,600
18,500	90,150
18,600	88,900
18,700	85,200
18,800	81,050
18,900	84,750
19,000	83,700
19,100	80,800
19,200	78,900
19,300	80,550
19,400	75,000
19,500	79,400
19,600	74,850
19,700	78,450
19,800	80,500
19,900	78,600
20,000	81,500
20,100	90,450
20,200	107,050
20,300	155,750
20,400	268,300
20,500	421,300
20,600	402,050
20,700	229,550
20,800	114,500
20,900	75,850
21,000	71,550
21,100	67,650
21,200	67,300

Bei der oben geschilderten Messung mit festem Winkel und variiert Spannung ergeben sich die Zählraten:

Tabelle 5: Zählraten bei verschiedenen Röhrensparnungen

Spannung [kV]	Zählrate [$\frac{1}{s}$]
20	1,30
21	2,10
22	3,20
23	15,20
24	54,95
25	88,85
26	130,2
27	161,0
28	192,7
29	227,6
30	256,9
31	286,1
32	312,4
33	348,0
34	372,7
35	404,8

Messung des Röntgenspektrums mit einem Kochsalzkristall

Bei der Messung des Röntgenspektrums am Kochsalzkristall erhält man mit $U = 35 \text{ kV}$, $I = 1 \text{ mA}$, einem Scanbereich von 3° bis 18° bei einer Schrittweite von $0,2^\circ$ und $t = 5 \text{ s}$:

Tabelle 6: Messparameter und Messwerte für das Spektrum des Kochsalzkristalls

3,000	8,400
3,200	11,600
3,400	17,000
3,600	148,200
3,800	535,000
4,000	805,600
4,200	977,800
4,400	1115,200
4,600	1172,800
4,800	1217,000
5,000	1223,000
5,200	1183,400
5,400	1153,800
5,600	1095,800
5,800	1010,600
6,000	937,800
6,200	983,000
6,400	1732,600
6,600	1077,400
6,800	760,200
7,000	886,800
7,200	3050,200
7,400	1571,600
7,600	564,000
7,800	510,400
8,000	463,200
8,200	449,800
8,400	410,600
8,600	391,600
8,800	340,400
9,000	351,800
9,200	320,800
9,400	290,600
9,600	260,200
9,800	238,600
10,000	222,200
10,200	210,600
10,400	194,800
10,600	199,400
10,800	180,600

Tabelle 7: Fortsetzung Tabelle Kochsalzkristallspektrum

11,000	181,200
11,200	180,000
11,400	164,800
11,600	164,800
11,800	162,800
12,000	155,600
12,200	148,400
12,400	154,400
12,600	170,600
12,800	243,800
13,000	320,800
13,200	163,000
13,400	130,800
13,600	126,600
13,800	113,600
14,000	112,600
14,200	120,000
14,400	251,800
14,600	782,200
14,800	252,200
15,000	96,400
15,200	97,000
15,400	89,400
15,600	86,800
15,800	82,800
16,000	85,400
16,200	74,800
16,400	79,200
16,600	61,800
16,800	62,600
17,000	65,600
17,200	73,400
17,400	61,800
17,600	61,000
17,800	57,200
18,000	52,200

Auswertung

Die verwendeten Scripte sind der Ausarbeitung beigelegt.

Teil 1

Teil a)

Aus den Daten der ersten Messung wird über den geraden Anstieg der Kurve am kurzwelligen Ende die Grenzwellenlänge λ_{gr} extrapoliert. Dabei ergeben sich die statistischen Fehler als Wurzeln der Zählungen, dividiert durch die Messzeit. Es ergibt sich so das folgende Diagramm:

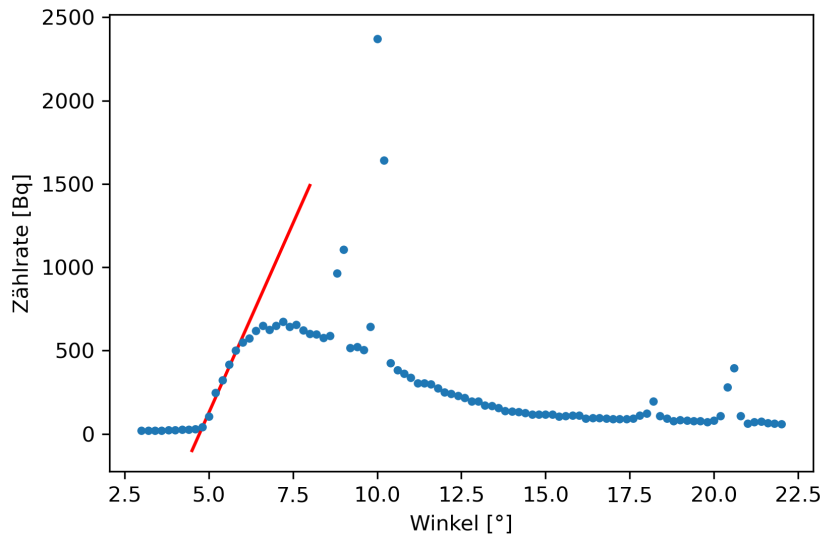


Abbildung 3: Das Röntgenspektrum als Winkelabhängigkeit der Zählrate, mit Extrapolationsgerade für die Grenzfrequenz

Man erhält mithilfe des Least-Squares-Fittingalgorithmus über Anlegung einer Gerade an das entsprechende Intervall den gesuchten Wert und seinen Fehler, es ergibt sich so für den Reflexionswinkel der Grenzwellenlänge bei einer Beschleunigungsspannung von 35 keV ($4,72 \pm 0,36$)°.

Um aus diesem Winkel die Grenzwellenlänge zu bestimmen, wird er in das Braggsche Gesetz (5) eingesetzt, der Netzebenenabstand von Lithiumfluorid ist dabei $201,4 \text{ pm}^4$. Da wir die erste Ordnung betrachten, gilt $n = 1$. Der Fehler ergibt sich nach:

$$\Delta \lambda_{gr} = \frac{\partial \lambda_{gr}}{\partial \theta} \Delta \theta \quad (8)$$

$$= 2d \cos(\theta) \Delta \theta \quad (9)$$

So erhält man $\lambda_{gr} = (33,2 \pm 1,3) \text{ pm}$.

Aus der Grenzwellenlänge lässt sich nun mithilfe von (3) der Wert des Planckschen Wirkungsquantums bestimmen. Dazu stellt man die maximale Energie der Elektronen E_{el} aus der Röhre, die gerade der maximal möglichen Strahlungsenergie E_γ entspricht, nach h um:

$$eU = E_{el} = E_\gamma = hf = h \frac{c}{\lambda} \iff h = \frac{eU\lambda}{c} \quad (10)$$

Nach dem Einsetzen der Grenzwellenlänge, sowie der genutzten Spannung von 35 kV und einfacher Skalierung des Fehlers erhält man $h = (6,20 \pm 0,25) \cdot 10^{-34} \text{ Js}$.

⁴Wagner, Jens: „Physikalisches Praktikum PAP 2.2 für Studierende der Physik“, 2019

Um den Beginn des Spektrums zweiter Ordnung θ_2 zu erhalten, stellt man das Braggsche Gesetz (5) nach θ um:

$$\theta = \arcsin\left(\frac{n\lambda}{2d}\right) \quad (11)$$

Setzt man nun für die gesuchte Ordnung $n = 2$, und verwendet die gefundene Grenzwellenlänge λ_{gr} , die ja die höchstmögliche Wellenlänge in jeder Ordnung ist, so findet man als Grenze der zweiten Ordnung, mit der Fehlerrechnung

$$\Delta\theta_2 = \sqrt{\left(\frac{\partial\theta_2}{\partial\lambda}\Delta\lambda\right)^2} \quad (12)$$

$$= \sqrt{\left(\frac{n}{d\sqrt{-\frac{\lambda^2 n^2}{d^2} + 4}}\Delta\lambda\right)^2} \quad (13)$$

$$= \theta_2 \sqrt{\left(\frac{\Delta\lambda n}{d\sqrt{-\frac{\lambda^2 n^2}{d^2} + 4} \sin\left(\frac{\lambda n}{2d}\right)}\right)^2} \quad (14)$$

Den Wert $\theta_2 = (9,49 \pm 0,38)^\circ$. Es fällt beim Blick in Diagramm 3 auf, dass der Beginn der zweiten Ordnung damit ungefähr in die beiden Peaks der ersten Ordnung fällt. Dies ist aber nicht verwunderlich: An den beiden sekundären Peaks erkennt man bereits, dass die zweite Ordnung etwas weiter über die Winkel gestreckt ist als die erste. Der Abfall in erster Ordnung hat bereits eine gewisse Entfernung zu den Peaks erster Ordnung, streckt man diese entsprechend, wird die Überlappung des Beginns der zweiten Ordnung mit den Peaks der ersten Ordnung plausibel.

Teil b)

Es werden nun die Messungen der K_α - und K_β -Linien betrachtet, in analoger Auftragung. Dabei werden zur genaueren Auswertung der Peaks Gaußkurven an diese gefittet. Es ist zu beachten, dass sich die Berechnung der Zählratenfehler entsprechend der neuen Messzeit von 20 s etwas ändert. Für die erste Ordnung ergibt sich:

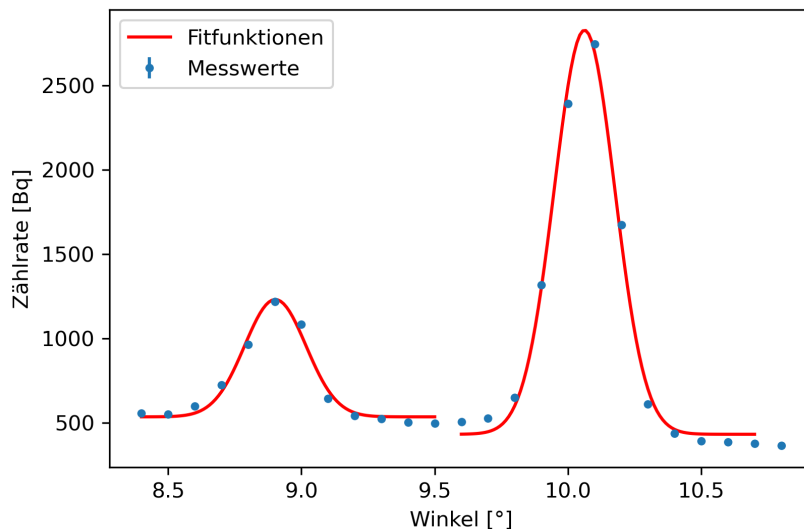


Abbildung 4: Genauere Messungen der Peaks in erster Ordnung mit gefitteten Gaußkurven

Man erhält als Fitparameter mit Fehler für die Position der K_α -Linie $(10,0621 \pm 0,0055)^\circ$, für die K_β -Linie $(8,9020 \pm 0,0081)^\circ$. Aus diesen Winkeln lassen sich nun analog zu oben die Wellenlängen für die beiden Linien λ_{K_α} und λ_{K_β} bestimmen, so erhält man $\lambda_{K_\alpha} = (70,375 \pm 0,038)$ pm und $\lambda_{K_\beta} = (62,331 \pm 0,056)$ pm.

Das Prozedere lässt sich völlig analog für die Daten der zweiten Ordnung wiederholen:

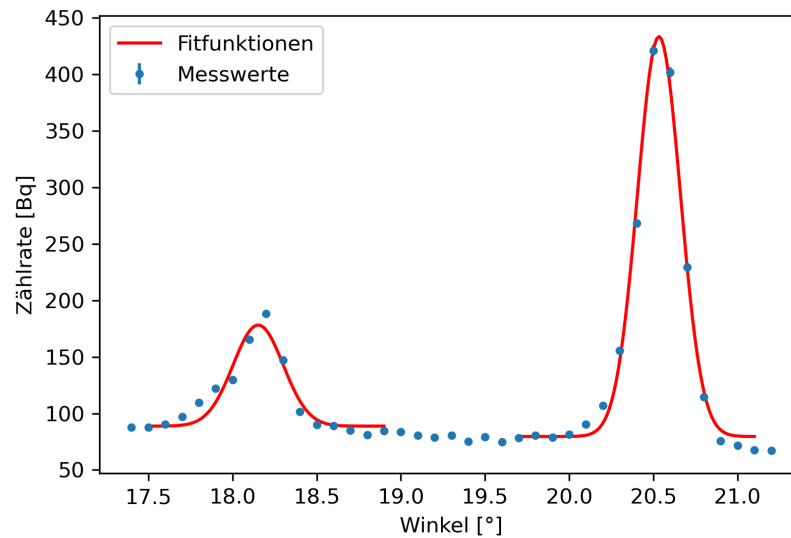


Abbildung 5: Genauere Messungen der Peaks in zweiter Ordnung mit gefitteten Gaußkurven

So erhält man für die Wellenlängen die Werte $\lambda_{K_{\alpha 2}} = (70,641 \pm 0,016) \text{ pm}$; $\lambda_{K_{\beta 2}} = (62,746 \pm 0,052) \text{ pm}$.

Bildet man nun aus den Messungen in den beiden Ordnungen die Mittelwerte der Wellenlängen, so erhält man mit Fehler nach Gauß: $\lambda_{K_{\alpha}} = (70,508 \pm 0,021) \text{ pm}$; $\lambda_{K_{\beta}} = (62,539 \pm 0,039) \text{ pm}$.

Es wird des Weiteren noch die volle Halbwertsbreite $FWHM$ des K_{α} -Linie in erster Ordnung bestimmt, diese ergibt sich aus dem Fitparameter für die Standardabweichung σ nach

$$FWHM = 2\sqrt{2\ln(2)}\sigma \quad (15)$$

Skaliert man den Wert und seine Unsicherheit aus dem Fit, erhält man $FWHM = (0,268 \pm 0,013)^{\circ}$.

Teil c)

Schlussendlich wird aus den Messungen bei festem Winkel und variiertes Spannung die Einsatzspannung, also jene Spannung, bei der die Detektion einsetzt, extrapoliert:

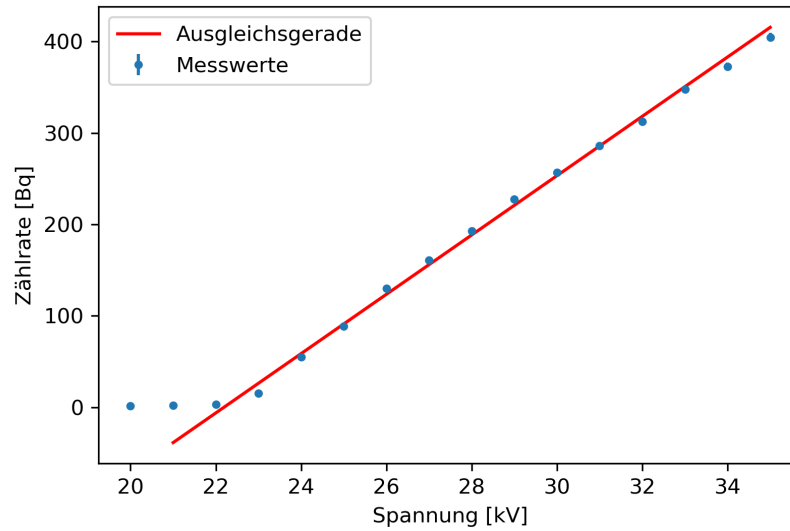


Abbildung 6: Die Zählraten bei verschiedenen Spannungen und festem Einfallswinkel von $7,5^\circ$

Als Spannungsachsenabschnitt, also als Einsatzspannung erhält man $(22,190 \pm 0,026)$ kV.

Aus diesem Wert lässt sich nun ebenso das Plancksche Wirkungsquantum bestimmen, dazu wird wieder die Gleichung (10) herangezogen. Für den eingestellten Winkel von $7,5^\circ$ erhält man nach dem Bragg'schen Gesetz (5) eine Wellenlänge von $52,756$ pm, damit ergibt sich unter Erhaltung des Relativfehlers der Spannung der Wert

$$h = (6,2563 \pm 0,0074) \cdot 10^{-34} \text{ J s}.$$

Teil 2

Das Spektrum aus der Bestrahlung des Kochsalzkristalls wird analog zu den vorherigen aufgetragen, um hier ebenfalls die Lage der K_α - und K_β -Linien zu bestimmen. Das Vorgehen ist wieder analog, hier ist für die Bestimmung des Zählratenfehlers wieder die Messzeit von 5 s zu beachten. Es ergibt sich:

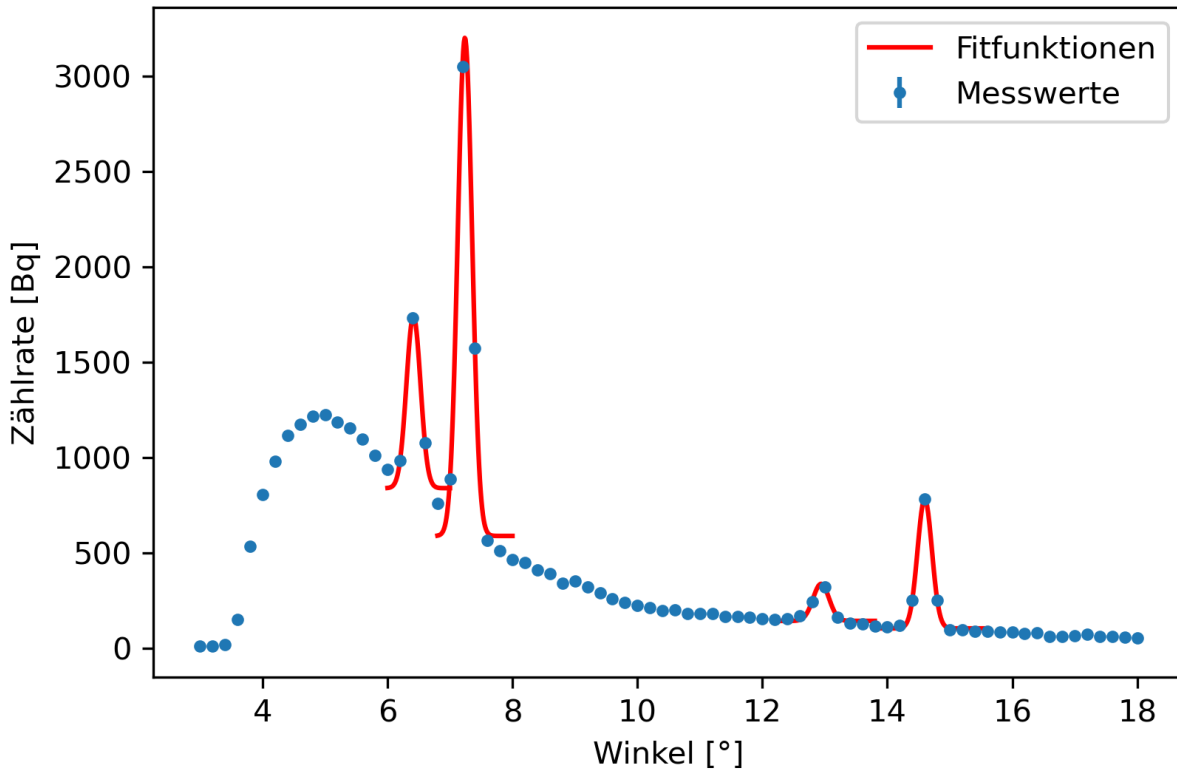


Abbildung 7: Das Röntgenspektrum am Kochsalzkristall, Gaußkurven zur Analyse der K -Linien-Peaks angelegt

Analog zu den Berechnungen in Teil 1 b) ergeben sich in erster Ordnung die Winkel zu $(7,239 \pm 0,015)^\circ$ für K_α und $(6,415 \pm 0,034)^\circ$ für K_β , sowie in zweiter Ordnung zu $(14,5998 \pm 0,0059)^\circ$ für K_α und $(12,940 \pm 0,019)^\circ$ für K_β .

Zieht man nun die Ergebnisse für die K -Linien bei Lithiumfluorid heran, lässt sich die Gitterkonstante von Kochsalz bestimmen. Dazu wird das Braggsche Gesetz nach dem Netzebenenabstand d umgestellt:

$$d = \frac{n\lambda}{2 \sin(\theta)} \quad (16)$$

Dabei ergibt sich der Fehler nach:

$$\Delta d = \sqrt{\left(\frac{\partial d}{\partial \lambda} \Delta \lambda\right)^2 + \left(\frac{\partial d}{\partial \theta} \Delta \theta\right)^2} \quad (17)$$

$$= \sqrt{\left(\frac{n}{2 \sin(\theta)} \Delta \lambda\right)^2 + \left(\frac{\lambda n \cos(\theta)}{2 \sin^2(\theta)} \Delta \theta\right)^2} \quad (18)$$

$$= d \sqrt{\left(\frac{\Delta \lambda}{\lambda}\right)^2 + \left(\frac{\Delta \theta}{\tan(\theta)}\right)^2} \quad (19)$$

Die soeben ermittelten Winkel werden, beim entsprechenden Wert für die Ordnung n für θ eingesetzt, zusammen mit den korrespondierenden Linienwellenlängen, die bereits im ersten Versuchsteil bestimmt wurden. So erhält man unter Verwendung der Werte der ersten Ordnung für K_α ($279,77 \pm 0,57$) pm, und für K_β ($279,9 \pm 1,5$) pm, in zweiter Ordnung für K_α ($279,72 \pm 0,14$) pm, und für K_β ($279,27 \pm 0,44$) pm. Als Mittelwert ergibt sich, mit Fehler nach Gauß ($279,67 \pm 0,42$) pm. Schlussendlich wird dieser Wert für den Netzebenenabstand verdoppelt, um die Gitterkonstante a zu erhalten. Man erhält $a = (559,44 \pm 0,28)$ pm.

Abschließend wird die Avogadrokonstante N_A bestimmt. Dazu wird der berechnete Mittelwert für d zusammen mit der molaren Masse von Kochsalz $M_{mol} = 52,44 \text{ g}$ und seiner Dichte $\rho = 2,164 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$ ⁵ in Gleichung (7) eingesetzt. Der Fehler ergibt sich nach:

$$\Delta N_A = \sqrt{\left(\frac{\partial N_A}{\partial d} \Delta d\right)^2} \quad (20)$$

$$= \sqrt{\left(\frac{3M_{mol}}{2\rho d^4} \Delta d\right)^2} \quad (21)$$

$$= N_A \sqrt{\left(\frac{3\Delta d}{d}\right)^2} \quad (22)$$

Somit erhält man den Wert $N_A = (5,534 \pm 0,025) \cdot 10^{23} \frac{1}{\text{mol}}$.

Diskussion

Teil 1

Teil a)

Vergleicht man den erhaltenen Wert für das Plancksche Wirkungsquantum mit dem auf drei Nachkommastellen der Mantisse gerundeten Wert seiner SI-Definition⁶ von $6,626 \cdot 10^{-34} \text{ Js}$, so stellt man eine Abweichung von 6,43 % fest, die Werte sind innerhalb des Fehlerbereiches leider nicht ganz kompatibel. Die Sigmaabweichung des Wertes beträgt jedoch nur 1,70. Die Abweichung liegt zwar nicht über der Signifikanzschwelle von 3σ , allerdings könnten mögliche Verbesserungen der Genauigkeit wahrscheinlich durch genauere Messungen erzielt werden, die Ergebnisse deuten auf eine ungenaue Messung hin. Durch eine bessere Auswahl des relevanten Bereiches für das Anlegen der Geraden könnten dann auch noch bessere Ergebnisse erzielt werden.

Teil b)

Auffällig bei der Linienposition sind die sehr kleinen Fehler, die sich aus dem Fit ergeben, besonders in erster Ordnung. Obwohl in beiden Fällen die Fehler bemerkenswert klein sind, werden sie durch die erhöhte Zahl an Counts, und damit geringere Größe der relativen Fehler in erster Ordnung dort noch kleiner. Diese zu geringen Fehler setzen sich in die Wellenlängen fort, und sorgen dort für eine Inkompatibilität mit den Literaturwerten von 71,1 pm für K_α und 63,1 pm für K_β ⁷. Alle vier erhaltenen Einzelwerte weichen jeweils nach unten ab, was auf einen systematischen Fehler hindeuten könnte. Diese Problematik wäre allerdings nicht gegeben, wenn die Fehlerbereiche in plausiblen Größenordnungen vorlägen. Die relativen Abweichungen der erhaltenen Mittelwerte betragen nur 0,83 % für K_α und 0,89 % für K_β , allerdings sind die Sigawerte mit 28,19 für K_α und 14,38 für K_β extrem hoch. Dies deutet ebenso auf eine Unterschätzung der Fehler hin.

Der Grund für diese Unterschätzung ist schwierig festzustellen. Selbst wenn man die Fehlerbereiche für den Datensatz probeweise vergrößert, etwa um den Faktor fünf, bleiben die Werte fast gleich, ihre Änderungen sind innerhalb der Rundungen völlig vernachlässigbar.

Die Halbwertsbreite und ihr Fehler scheint beim Blick auf das Diagramm plausibel.

Teil c)

Auch hier fällt wieder ein sehr kleiner Fehler auf. Der kleine Fehler der extrapolierten Einsatzspannung setzt sich über die Wellenlängenrechnung bis zur Berechnung des Planckschen Wirkungsquantums fort, und sorgt für eine starke Inkompatibilität des Fehlerbereiches. Obwohl der mit diesem Verfahren bestimmte Wert für h nur um 5,58 % vom tatsächlichen Wert abweicht, beträgt die Sigmaabweichung 49,96. Dieses Verhalten deutet wieder auf eine starke Unterschätzung des Fehlers hin, die schon bei der Anlegung des Fits geschehen sein muss.

⁵Wagner, Jens: „Physikalisches Praktikum PAP 2.2 für Studierende der Physik“, 2019

⁶Bezogen von <https://physics.nist.gov/cgi-bin/cuu/Category?view=html&Adopted+values.x=98&Adopted+values.y=12> am 03.04.2021

⁷Wagner, Jens: „Physikalisches Praktikum PAP 2.2 für Studierende der Physik“, 2019

Vergleicht man den neuen Wert für h mit dem zuvor berechneten, so fällt der wesentlich kleinere Fehlerbereich des neuen Wertes auf. Diese höhere Genauigkeit ist aufgrund der Methode auch zu erwarten gewesen, da sie im Gegensatz zur ersten nicht anfällig gegenüber diversen Störeffekten, wie beispielsweise dem unterschiedlichen Reflexionsvermögen des Kristalls auf verschiedenen Wellenlängen ist. In diesem Fall ist der extrem kleine Fehler jedoch auf bereits angesprochene Problematik bei der Fitauswertung zurückzuführen. Man stellt im Vergleich zudem fest, dass der Wert aus der Einsatzspannung eine geringere Abweichung vom tatsächlichen Wert hat, als jener aus der Winkelextrapolation. Dies entspricht prinzipiell der eben geschilderten Erwartung. Interessant ist aber, dass beide Werte jeweils nach unten vom exakten Wert abweichen - Dies könnte auf einen systematischen Fehler hindeuten, es wären jedoch für eine genauere Aussage weitere Messungen, und vor allem eine vorhergehende Behebung der Fehlerproblematik nötig.

Teil 2

Auch bei der Bestimmung der Peakwinkel für Kochsalz fallen wieder sehr kleine Fehler auf. Eine Vergrößerung des Fehlers kann allerdings nicht etwa durch großzügigere Abschätzungen herbeigeführt werden - Alle Werte wurden durch Anwendung strikter Algorithmen gewonnen. Die einzige mögliche Inkonsistenz wird hier durch die Wahl der Intervalle für die Fits provoziert, allerdings führt auch eine leichte Variation dieser innerhalb eines sinnvollen Bereiches zu keiner nennenswerten Verbesserung des Ergebnisses. Die kleinen Fehler wirken sich auch auf die erhaltenen Werte für den Netzebenenabstand aus: Zwar sind die einzelnen Werte noch wie erwartet in ihren Fehlerbereichen übereinstimmend, allerdings sind ihre Fehler sehr klein. So wird auch der Fehler ihres Mittelwerts sehr klein, was schlussendlich zu einer Inkompatibilität des Ergebnisses für die Gitterkonstante von Kochsalz mit dem Literaturwert von 564 pm ⁸ führt. Die relative Abweichung ist zwar auch hier wieder mit $0,81\%$ sehr gering, doch beträgt die Sigmaabweichung $16,29$. Der berechnete Wert weicht wie bereits alle anderen Werte zuvor nach unten vom erwarteten Wert ab - Dies könnte wieder auf einen systematischen Fehler hindeuten, wenn auch in der Rechnung ein Verhältnis gebildet wurde, was diesen Aussage abschwächt. Prinzipiell lässt sich auch hier das Problem der Fehlerbildung wahrscheinlich auf den Fit zurückführen.

Der errechnete Wert der Avogadrokonstante ist in seinem Fehlerbereich nicht mehr mit dem tatsächlichen Wert von etwa $6,022 \cdot 10^{23} \frac{1}{\text{mol}}$ ⁹ kompatibel, er weicht um $8,10\%$ nach unten ab. Die Sigmaabweichung beträgt $19,52$, dieser hohe Wert ist allerdings ebenfalls auf die schon anfänglich zu niedrig ausgefallenen Fehler durch den Fit zurückzuführen.

Abschließendes Fazit

Insgesamt weichen die Ergebnisse nicht weit von den Erwartungen ab, doch sind ab Teil 1 b) die Fehlerintervalle unplausibel klein, was trotz der geringen relativen Abweichungen zur Inkompatibilität der Ergebnisse mit den Literaturwerten führt. Die Ursache für diese geringen Fehler liegt wohl in allen Fällen schon in der Kovarianzmatrix der Fitkurve, hier werden stets äußerst kleine Werte ausgegeben. Eine Anpassung der Fits könnte hier die Fehlerbereiche auf sinnvolle Größen anheben, und zur Verträglichkeit mit der Erwartung führen.

⁸Bezogen von <https://de.wikipedia.org/wiki/Natriumchlorid> am 03.04.2021

⁹Bezogen von <https://physics.nist.gov/cgi-bin/cuu/Category?view=html&Adopted+values.x=98&Adopted+values.y=12> am 03.04.2021