

Untersuchung der charakteristischen Spektren in Abhängigkeit von der Ordnungszahl des Elements: K-Linien

Versuchsziele

- Demonstration der Röntgenfluoreszenz.
- Aufnahme von Röntgenfluoreszenz-Spektren mehrerer Elemente und Überprüfung des Moseleyschen Gesetzes für die K-Linien des charakteristischen Spektrums.
- Bestimmung der Abschirmkonstanten für die Elektronen der K-Schalen.

Grundlagen

Beim Betrieb einer Röntgenröhre wird neben dem Bremsstrahlungskontinuum auch die charakteristische Strahlung ausgesendet (siehe auch z.B. LD Handblatt Physik P6.3.3.2). Im Gegensatz zur Bremsstrahlung weist die charakteristische Strahlung keine kontinuierliche Verteilung der Strahlungsstärke im Spektrum auf — ihr Spektrum setzt sich aus scharfen Linien zusammen.

Die charakteristische Strahlung entsteht, wenn die Elektronen, die in der Röntgenröhre zur Anode beschleunigt werden, andere Elektronen aus den inneren Schalen der Atome des Anodenmaterials herausschlagen. Das dabei ionisierte Atom hat dann eine Vakanz (Elektronenloch) in einer zuvor abgeschlossenen Unterschale. Diese Elektronenlöcher können mit Elektronen aus anderen schwächer gebundenen Schalen des Atoms aufgefüllt werden: z.B. kann die K-Schale dadurch geschlossen werden, dass ein Elektron aus der L-Schale dahin übergeht. Ein solcher Übergang ist mit der Emission eines Photons verbunden. Diese Strahlung weist nur bestimmte diskrete Photonenenergien auf, die der Energiedifferenz der beteiligten Niveaus entspricht, und ist für jedes chemische Element charakteristisch.

Die Bezeichnungen der charakteristischen Röntgenlinien werden aus dem Symbol der Elektronenschale (K, L, M usw.) und einem griechischen Buchstaben (α , β , γ usw.) zusammengesetzt. Dabei ist die Elektronenschale gemeint, die vor dem Elektronenübergang ionisiert war. So steht die Bezeichnung $K\alpha$ -Linie für den Übergang aus der L-Schale in die K-Schale, $K\beta$ — für den Übergang aus der M-Schale in die K-Schale. Die $L\alpha$ - und $L\beta$ -Linien bezeichnen die Übergänge aus der M- und N-Schale in die L-Schale.

Bei genauer Betrachtung zeigt sich aber, dass die historisch entstandene Nomenklatur der Röntgenlinien nicht immer dieser Logik entspricht.

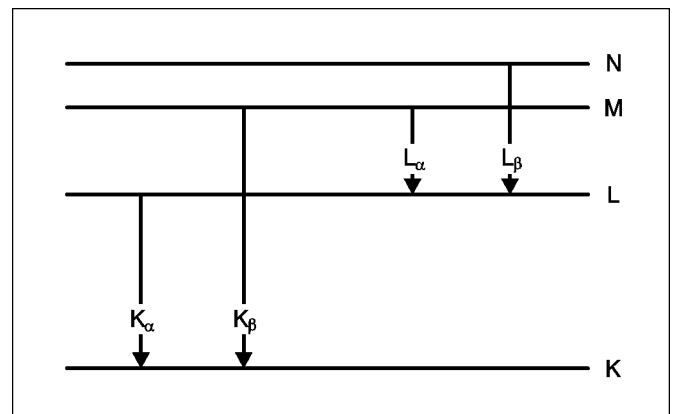


Fig. 1: Vereinfachtes Termschema eines Atoms mit den charakteristischen Röntgenlinien.

Außer der oben beschriebenen *primären* Anregung durch Elektronen in einer Röntgenröhre können die charakteristischen Linien auch bei der Bestrahlung eines Targets mit Photonen hoher Energie angeregt werden. Dabei wird die Ionisation des Targetatoms durch die Absorption eines Röntgenphotons verursacht. Dieser Prozess der *sekundären* Anregung wird auch als *Röntgenfluoreszenz* bezeichnet.

Um die Energien der charakteristischen Linien zu berechnen, müssen die Energieniveaus im Atom (Bindungsenergien der Elektronenschalen) bekannt sein. Diese können wasserstoffähnlich behandelt werden, indem statt der realen Kernladung Z eine effektive Kernladung $Z_{\text{eff}} = Z - \sigma_n$ mit einer Abschirmkonstanten σ_n eingesetzt wird.

Geräte

1 Röntgengerät mit Röntgenröhre Mo und Goniometer	554 801/11 oder
1 Röntgengerät mit Röntgenröhre Cu und Goniometer	554 800 554 861 + 554 831
1 Röntgenenergiedetektor	559 938
1 Targetsatz K-Linien-Fluoreszenz	554 844
1 Sensor-CASSY	524 010
1 VKA-Box	524 058
1 CASSY Lab	524 200
1 HF-Kabel, 1 m	501 02
1 PC mit Windows 98 - Vista	

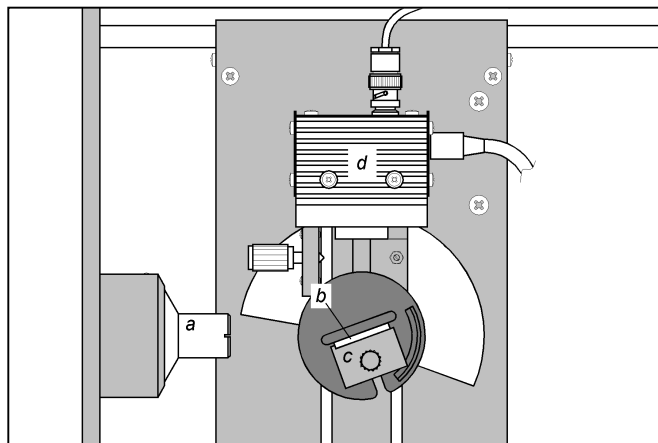


Fig. 2: Aufbau des Experimentes: a – Kollimator, b – Target, c – Targettisch, d – Detektor.

Der Energiezustand eines Elektrons einer inneren Schale wird dann approximativ durch eine modifizierte Bohrsche Formel mit der Hauptquantenzahl n und $Z - \sigma_n$ dargestellt:

$$E_n = -Rhc \frac{(Z - \sigma_n)^2}{n^2},$$

hierbei ist R die Rydberg-Konstante, $R = m_e e^4 / 8 \epsilon_0^2 h^3 c$. Die Hauptquantenzahl n bezeichnet die Elektronenschalen: $n = 1$ für die K -Schale, $n = 2$ für die L -Schale, $n = 3$ für die M -Schale usw. Diese Formel beschreibt die Grobstruktur der Energie eines Elektrons einer inneren Schale. Die Abschirmkonstante σ_n hängt im allgemeinen Fall von n und Z ab.

Für die Frequenzen der charakteristischen Linien $\nu = (E_2 - E_1)/h$ bei den Übergängen $n_2 \rightarrow n_1$ ($n_2 > n_1$) gilt

$$\nu = cR \left[\frac{(Z - \sigma_{n1})^2}{n_1^2} - \frac{(Z - \sigma_{n2})^2}{n_2^2} \right].$$

Wird statt σ_{n1} und σ_{n2} eine einzige mittlere Abschirmkonstante $\sigma_{2,1}$ für Übergänge von n_2 nach n_1 eingeführt, lässt sich diese Formel zum *Moseleyschen Gesetz* umschreiben:

$$\sqrt{\frac{\nu}{\nu_R}} = (Z - \sigma_{2,1}) \sqrt{\left(\frac{1}{n_1^2} - \frac{1}{n_2^2} \right)}, \quad (I)$$

mit der Rydberg-Frequenz $\nu_R = cR$. Danach hängt die Quadratwurzel der Frequenz der charakteristischen Linien einer Serie linear von der Ordnungszahl Z ab. Umgeschrieben für die Energie der charakteristischen Linie lautet Gl. (I):

$$\sqrt{\frac{E}{Ry}} = (Z - \sigma_{2,1}) \sqrt{\left(\frac{1}{n_1^2} - \frac{1}{n_2^2} \right)}. \quad (II)$$

Dabei ist der Zahlenwert von $Ry = Rhc \approx 2,18 \cdot 10^{-18} \text{ J} \approx 13,6 \text{ eV}$.

Für die $K\alpha$ -Linien leichterer Elemente ($Z < 30$) ist die Abschirmkonstante $\sigma_{2,1} \approx 1$ und somit

$$\sqrt{\frac{E}{Ry}} = (Z - 1) \sqrt{\frac{3}{4}} \quad (III).$$

Mit wachsender Ordnungszahl wird $\sigma_{2,1}$ kleiner und für $Z \geq 55$ sogar negativ, d.h. bei diesen Z überwiegt der Einfluss der äußeren Elektronen die Abschirmung durch die inneren.

Aufbau

Der Versuchsaufbau ist in Fig. 2 dargestellt.

- Anschlusskabel des Tischnetzgerätes durch den Leerkanal des Röntgengerätes führen und an die Mini-DIN-Buchse des Röntgenenergiedetektors anschließen.
- Sensorhalter mit montiertem Röntgenenergiedetektor im Sensorarm des Goniometers befestigen.

Das Röntgengerät erfüllt die Vorschriften über die Bauart einer Schulröntgeneinrichtung und eines Vollschutzgerätes und ist als Schulröntgengerät und Vollschutzgerät bauartzugelassen.

Durch die werksseitig eingebauten Schutz- und Abschirmvorrichtungen ist die Dosisleistung außerhalb des Röntgengerätes auf unter $1 \mu\text{Sv/h}$ reduziert, einen Wert, der in der Größenordnung der natürlichen Strahlenbelastung liegt.

■ Vor der Inbetriebnahme das Röntgengerät auf Unversehrtheit überprüfen (siehe Gebrauchsanweisung zum Röntgengerät).

■ Röntgengerät vor dem Zugriff Unbefugter schützen.

Eine Überhitzung der Anode in der Röntgenröhre ist zu vermeiden.


■ Bei Einschalten des Röntgengerätes überprüfen, ob sich der Lüfter im Röhrenraum dreht.

Das Goniometer wird ausschließlich über elektrische Schrittmotoren verstellt.

■ Targetarm und Sensorarm des Goniometers nicht blockieren und nicht mit Gewalt verstellen.

- Signalausgang des Röntgenenergiedetektors mittels mitgeliefertem BNC-Kabel an die BNC-Buchse SIGNAL IN des Röntgengerätes anschließen.
- Anschlusskabel soweit nachführen, dass ein vollständiger Schwenk des Sensorarmes möglich ist.
- Taster SENSOR drücken und den Sensorwinkel mit Dreheinsteller ADJUST von Hand auf 90° stellen.
- Sensor-CASSY an Computer anschließen und VKA-Box aufstecken.
- Ausgang SIGNAL OUT im Anschlussfeld des Röntgengerätes mittels BNC-Kabel mit VKA-Box verbinden.
- Abstände zwischen Spaltblende des Kollimators und Drehachse sowie zwischen Drehachse und Eintrittsöffnung des Röntgenenergiedetektors jeweils auf 5-6 cm einstellen.
- Titan- (Ti) Target aus dem Targetsatz K-Linien-Fluoreszenz auf den Targettisch legen.
- Taster TARGET drücken und den Targetwinkel mit Dreheinsteller ADJUST von Hand auf 45° stellen.

Durchführung

- Tischnetzgerät ans Netz anschließen (nach ca. 2 min leuchtet die Leuchtdiode des Röntgenenergiedetektors „grün“ und er ist betriebsbereit).
- CASSY Lab aufrufen und die Messparameter „Vielkanalmessung, 512 Kanäle, negative Pulse, Verstärkung = -2,5, Messdauer = 180 s“ einstellen.
- Röhren-Hochspannung $U = 35$ kV, Emissionsstrom $I = 1$ mA einstellen und Hochspannung einschalten.
- Spektrumaufnahme mit  oder Taste F9 starten.
- Anschließend Spektren für die weiteren Targets aus dem Targetsatz K-Linien-Fluoreszenz aufnehmen.
- Gesamte Messung unter einem passenden Namen speichern.

Messbeispiel

Es ist aus dem Messbeispiel (Fig. 3a-h) ersichtlich, dass die Energie der charakteristischen Linien sowie die Aufspaltung zwischen der α - und der β -Komponenten der K-Spektralserie mit wachsender Ordnungszahl zunimmt.

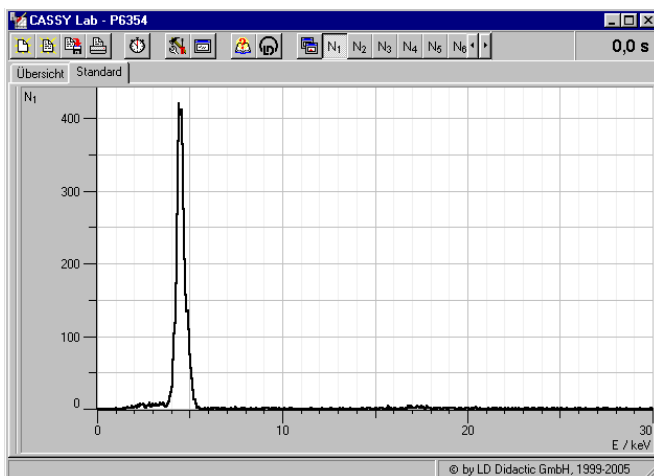


Fig. 3a: Röntgenfluoreszenzspektrum von Titan (Ti).

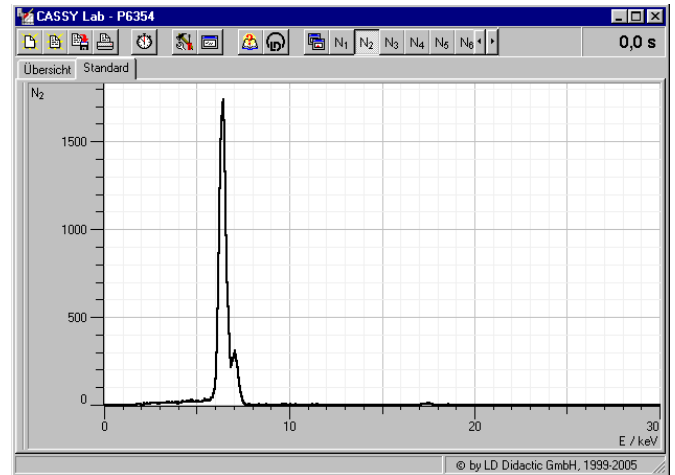


Fig. 3b: Röntgenfluoreszenzspektrum von Eisen (Fe).

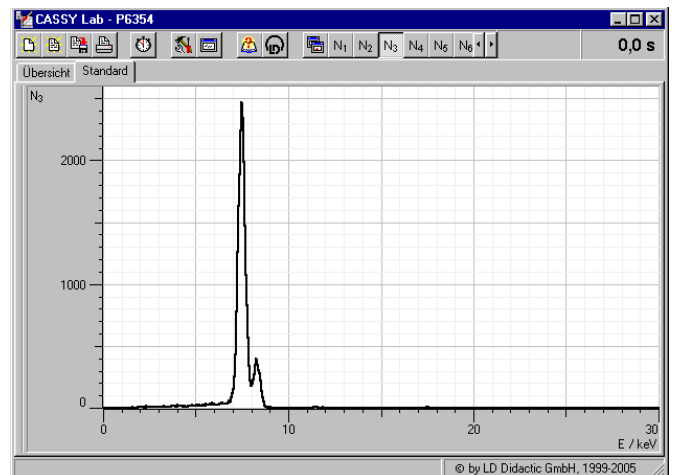


Fig. 3c: Röntgenfluoreszenzspektrum von Nickel (Ni).

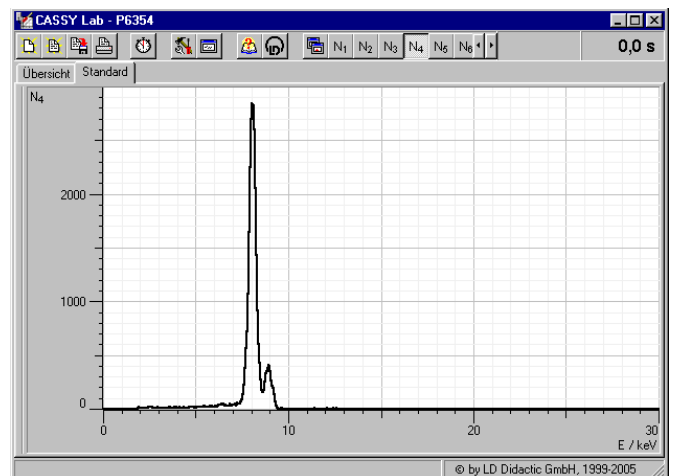


Fig. 3d: Röntgenfluoreszenzspektrum von Kupfer (Cu).

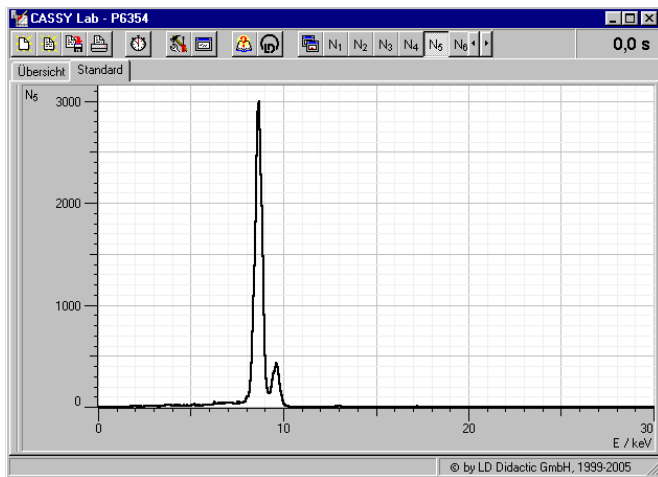


Fig. 3e: Röntgenfluoreszenzspektrum von Zink (Zn).

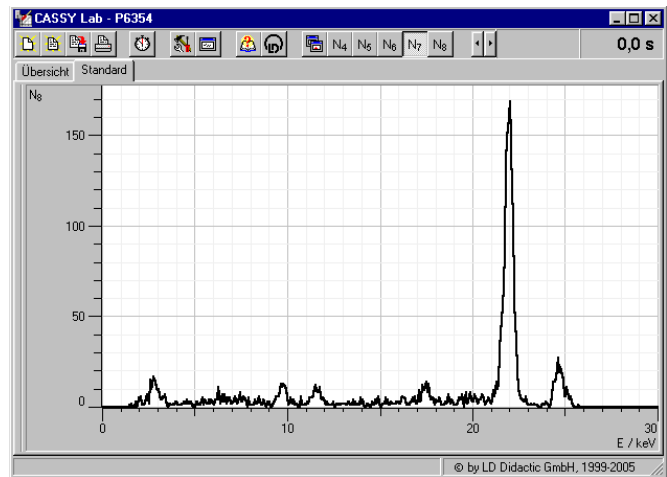


Fig. 3h: Röntgenfluoreszenzspektrum von Silber (Ag).

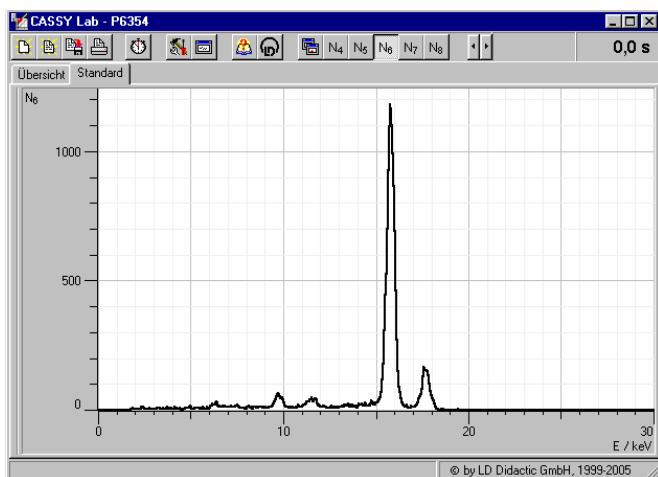


Fig. 3f: Röntgenfluoreszenzspektrum von Zirkon (Zr).

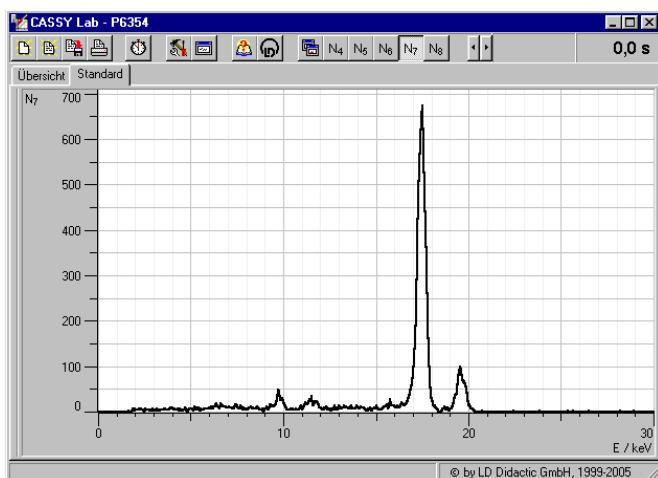


Fig. 3g: Röntgenfluoreszenzspektrum von Molybdän (Mo).

Auswertung und Ergebnisse

a) Energiekalibrierung der Spektren

Die Energiekalibrierung der Spektren wird an den $K\alpha$ -Linien von Eisen (Fe) und Molybdän (Mo) durchgeführt.

- Spektren von Eisen und Molybdän nacheinander auswählen.
- Mit Alt+E das Dialogfenster „Energiekalibrierung“ öffnen, „globale Energiekalibrierung“ wählen und die Energien der Fe $K\alpha$ - (6,40 keV) und der Mo $K\alpha$ -Linie (17,48 keV) eintragen.
- Im Popup-Menü des Diagrammfensters den Menüpunkt „Weitere Auswertungen“ → „Peakschwerpunkt berechnen“ auswählen, die Fe $K\alpha$ -Linie markieren und das Ergebnis in das Dialogfenster „Energiekalibrierung“ eintragen.
- Anschließend den Schwerpunkt der Mo $K\alpha$ -Linie bestimmen und eintragen.

b) Überprüfung des Moseleyschen Gesetzes und Berechnung der Abschirmkonstanten

Zur quantitativen Analyse werden die Energien einzelner Linien bestimmt:

- Energiespektrum auswählen.
- Im Popup-Menü des Diagrammfensters den Menüpunkt „Markierung setzen“ → „Senkrechte Linie“ (Alt+S) aufrufen und die annähernde Position der $K\alpha$ - und $K\beta$ -Linien markieren.
- Im Popup-Menü des Diagrammfensters den Menüpunkt „Weitere Auswertungen“ → „Gaußkurven gleicher Breite“ aufrufen und den Bereich des gewünschten Peaks markieren (genügend Untergrund markieren!).
- Ermittelte Peakpositionen in der Statuszeile ablesen und in eine Tabelle eintragen (siehe Tab. 1).
- Für jede Linie den Ausdruck $\sqrt{E/Ry}$ und $\sigma_{i,j}$ nach Gl. (II) berechnen und in die Tabelle eintragen ($\sigma_{i,j}$ bezeichnet den Übergang von $n_2 = i$ nach $n_1 = j$).

Tab. 1 Experimentelle Energien E der K-Linien und die daraus ausgerechneten Abschirmkonstanten $\sigma_{i,j}$ für die entsprechenden Elektronenübergänge.

Element	Z	K α -Linie			K β -Linie		
		E , keV	$\sqrt{\frac{E}{Ry}}$	$\sigma_{2,1}$	E , keV	$\sqrt{\frac{E}{Ry}}$	$\sigma_{3,1}$
Ti	22	4,47	18,13	1,07	4,89	18,96	1,89
Fe	26	6,40	21,69	0,95	7,05	22,77	1,85
Ni	28	7,48	23,45	0,92	8,28	24,67	1,83
Cu	29	8,06	24,34	0,89	8,92	25,61	1,84
Zn	30	8,66	25,23	0,86	9,60	26,57	1,82
Zr	40	15,80	34,08	0,64	17,70	36,08	1,74
Mo	42	17,48	35,85	0,60	19,61	37,97	1,72
Ag	47	21,98	40,20	0,58	24,68	42,60	1,81

Weitere Auswertung in CASSY Lab zum Moseleyschen Gesetz:

- Neue Größe „Ordnungszahl“ (als Parameter, Symbol: Z, von: 0, bis: 50, Dezimalstellen: 0) einrichten.
- Neue Größe „Moseley alpha“ (als Parameter, Symbol: y_{α} , von: 0, bis: 50, Dezimalstellen: 2) einrichten.
- Neue Größe „Moseley beta“ (als Parameter, Symbol: y_{β} , von: 0, bis: 50, Dezimalstellen: 2) einrichten.
- Neue Darstellung „Moseley“ mit Ordnungszahl als x-Achse und y_{α} , y_{β} als y-Achsen einrichten.
- In die Tabelle der Darstellung „Moseley“ Ordnungszahl und Werte von $\sqrt{E/Ry}$ für die α -Linien (als y_{α}) und die β -Linien (als y_{β}) eintragen (siehe Fig. 4).

Vergleich der experimentellen Werte mit den aus Gl. (III) berechneten theoretischen Werten:

- Darstellung „Moseley“ wählen und mit Alt+F das Dialogfenster „Freie Anpassung“ öffnen.
- Gl. (III) als Formel $f(x,A,B,C,D) = (x-1)*\text{sqr}(3/4)$ eintragen.
- „Weiter mit Bereich markieren“ anklicken und beliebige Messpunkte im Diagramm markieren.

Da die eingegebene Formel keine freien Parameter enthält, wird sie ohne Anpassung dargestellt. Das Resultat ist eine gemäß Gl. (III) berechnete theoretische Gerade, die mit den Messwerten gut übereinstimmt (siehe Fig. 4).

Weitere Auswertung in CASSY Lab zu den Abschirmkonstanten:

- Neue Größe σ_{α} einrichten (als Parameter, Name: „Abschirmung alpha“, Symbol: σ_{α} , von: 0, bis: 3, Dezimalstellen: 2).
- Neue Größe σ_{β} einrichten (als Parameter, Name: „Abschirmung beta“ Symbol: σ_{β} , von: 0, bis: 3, Dezimalstellen: 2).
- Neue Darstellung „Abschirmung“ mit Ordnungszahl als x-Achse und σ_{α} , σ_{β} als y-Achsen einrichten.

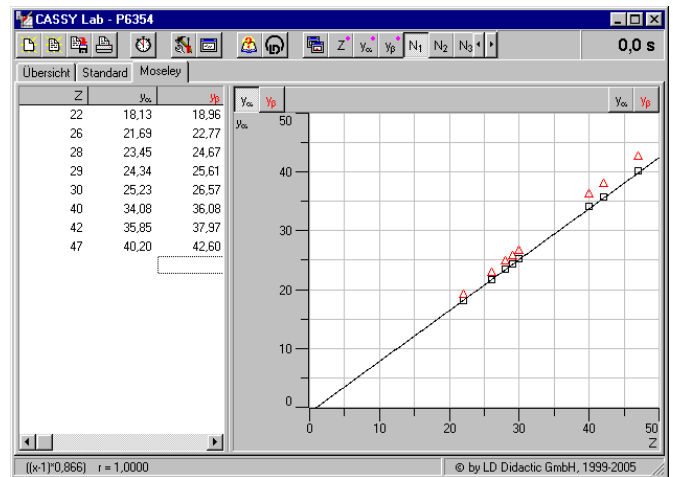


Fig. 4 Grafische Darstellung zum Moseleyschen Gesetz. Experimentelle Werte von $\sqrt{E/Ry}$ für die α -Linien (y_{α} , Vierecke) und die β -Linien (als y_{β} , Dreiecke) und die theoretische Gerade nach Gl. (III).

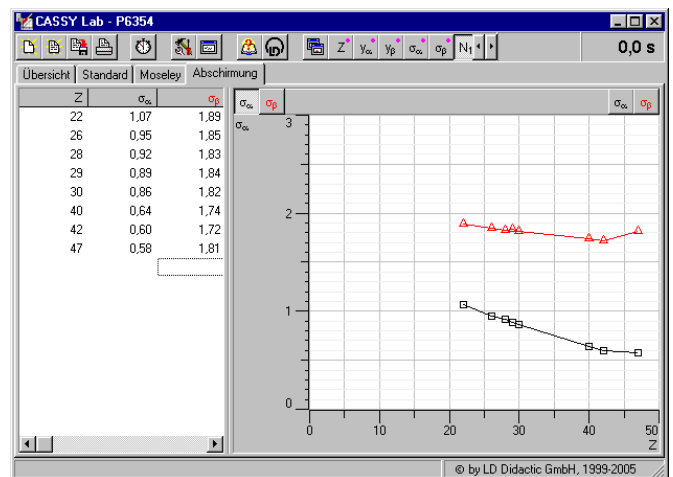


Fig. 5 Effektive Abschirmkonstanten für die Elektronenübergänge der K-Linien.

- In die Tabelle der Darstellung „Abschirmung“ Ordnungszahl und Werte von $\sigma_{2,1}$ für die α -Linien (als σ_{α}) und Werte von $\sigma_{3,1}$ für die β -Linien (als σ_{β}) eintragen (siehe Fig. 5).

Die aus den experimentellen Werten nach der Gl. (II) ausgerechneten Werte $\sigma_{2,1}$ für die K α -Linien zeigen, dass die Abweichung von der theoretisch erwarteten $\sigma=1$ mit wachsender Ordnungszahl Z größer wird. Das ist damit zu erklären, dass der Einfluss der äußeren Elektronen mit steigender Elektronenzahl größer wird.

Die Abschirmkonstanten $\sigma_{3,1}$ für die K β -Linien haben Zahlenwerte ≈ 2 , was wie erwartet eine größere effektive Abschirmung der Kernladung für die Elektronenübergänge aus dem höheren Niveau $n_2 = 3$ zeigt.

