

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

Versuchsziele

- Aufnahme von L-Linien Röntgenfluoreszenz-Spektren mehrerer Elemente.
- Untersuchung der Struktur der L-Serie.
- Erstellung des Moseleyschen Diagramms und Bestimmung der Abschirmkonstanten für die Elektronen der L-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 Kleinbuchstaben (α , β , γ usw.) oder einem lateinischen Kleinbuchstaben 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 $L\alpha$ -, $L\beta$ - und $L\gamma$ -Linien bezeichnen die Übergänge aus der *M*- und *N*-Schalen in die *L*-Schale.

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

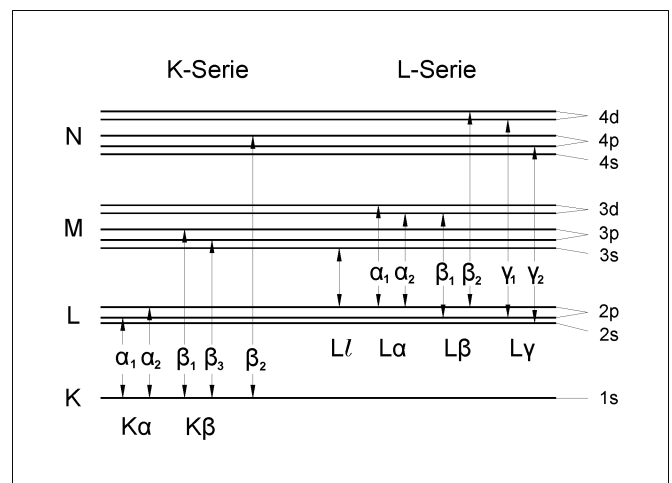


Fig. 1: Vereinfachtes Termschema eines Atoms mit einigen charakteristischen Röntgenlinien aus der K- und L-Serien.

Die Feinstruktur der Linien, z.B. $L\alpha_1$ und $L\alpha_2$, ist in diesem Experiment nicht auflösbar. Sie erscheinen im Spektrum deswegen als eine ($L\alpha$) Linie.

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.

Geräte

1 Röntgengerät mit Röntgenröhre Mo und Goniometer	554 801/11 oder
1 Röntgengerät mit Röntgenröhre Cu und Goniometer	554 800 554 862 + 554 831
1 Röntgenenergiedetektor	559 938
1 Targetsatz L-Linien-Fluoreszenz	554 846
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	

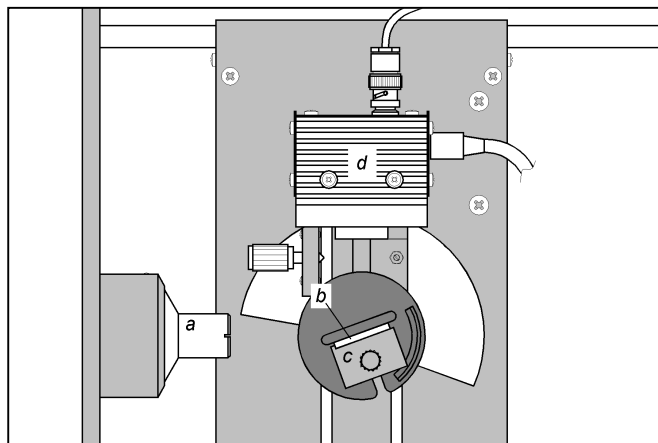


Fig. 2: Aufbau des Experimentes: a – Kollimator, b – Target, c – Targettisch, d – Detektor.

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.

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

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

Wird statt σ_{n_1} und σ_{n_2} 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 $Ry = Rhc \approx 2,18 \cdot 10^{-18} \text{ J} \approx 13,6 \text{ eV}$.

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.
- 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.

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.

- Sensor-CASSY an Computer anschließen und VKA-Box aufstecken.
- Ausgang SIGNAL OUT im Anschlussfeld des Röntengerätes 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.
- Silber- (Ag) Target aus dem Targetsatz L-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 = 300 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 L-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 L-Spektralserie mit wachsender Ordnungszahl zunimmt.

In den Spektren von Silber, Indium und Zinn sind gleichzeitig die K- und die L-Linien präsent. Bei den schwereren Elementen sind auch andere Komponenten der L-Serie sichtbar.

Hinweis: zusätzlich zu den Fluoreszenzlinien von Targetelementen sind in den Spektren auch die Streuung der Primärstrahlung ($Mo K\alpha$, $K\beta$) und die Fluoreszenz des Detektorgehäuses ($Au L\alpha$, $L\beta$) zu beobachten.

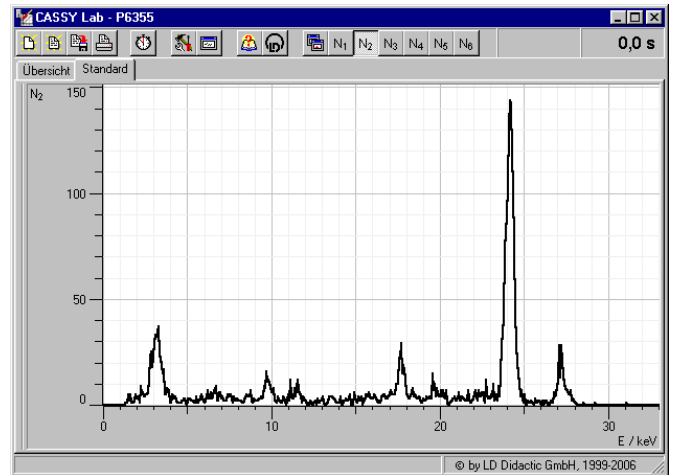


Fig. 3b: Röntgenfluoreszenzspektrum von Indium (In).

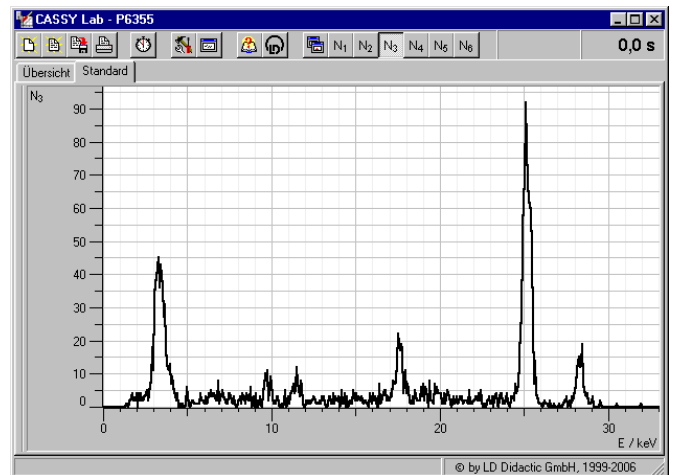


Fig. 3c: Röntgenfluoreszenzspektrum von Zinn (Sn).

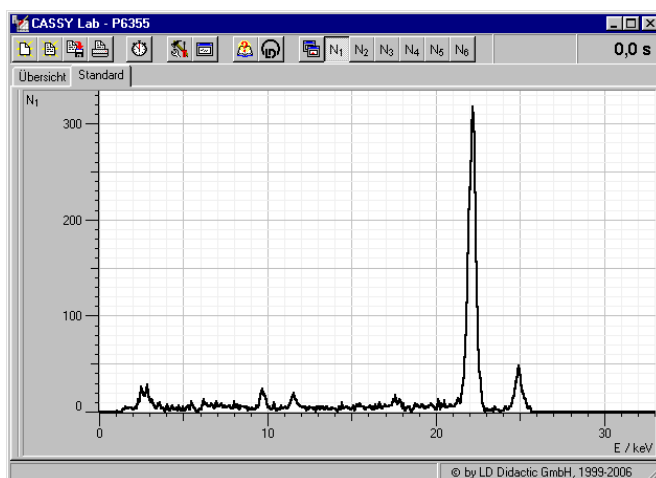


Fig. 3a: Röntgenfluoreszenzspektrum von Silber (Ag).

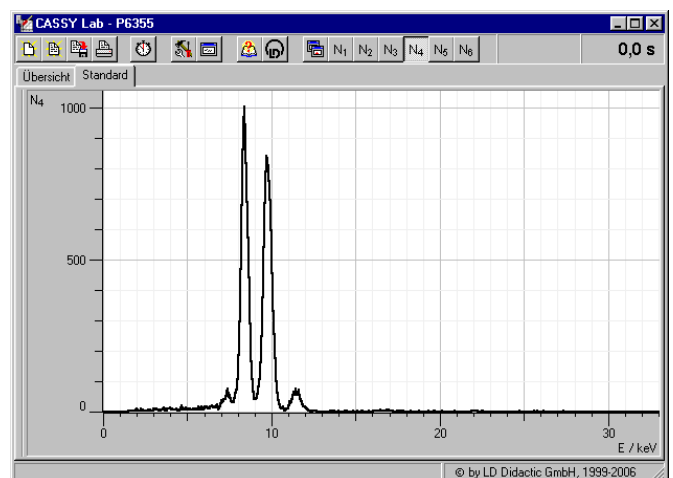


Fig. 3d: Röntgenfluoreszenzspektrum von Wolfram (W).

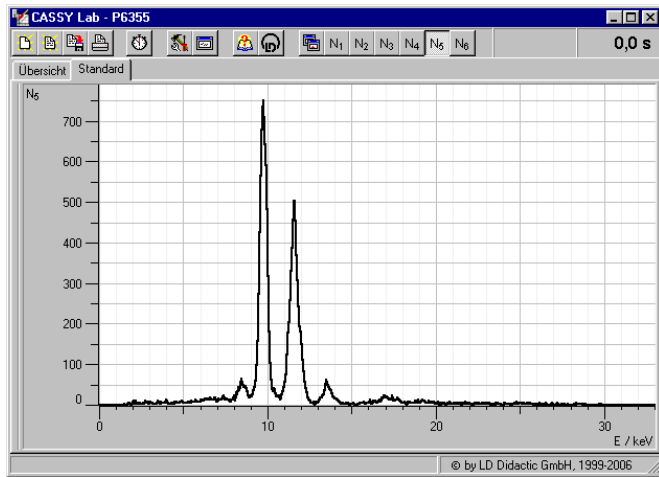


Fig. 3e: Röntgenfluoreszenzspektrum von Gold (Au).

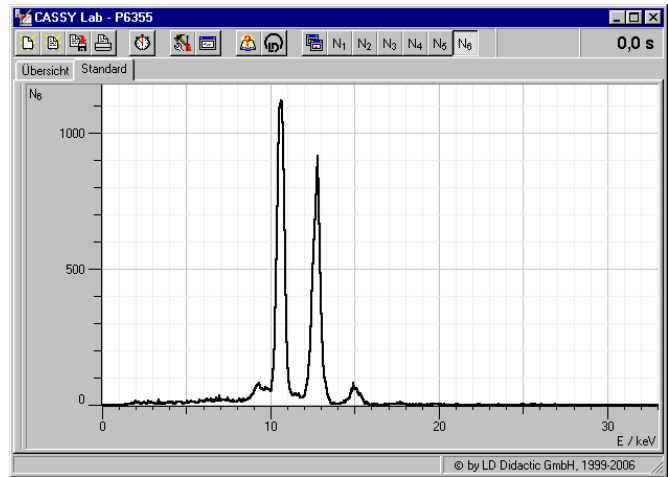


Fig. 3h: Röntgenfluoreszenzspektrum von Blei (Pb).

Auswertung und Ergebnisse

a) Zuordnung der Linien in der L-Serie

Die L-Serie der charakteristischen Röntgenstrahlung beinhaltet mehr Linien als die K-Serie. Bei den schwereren Elementen können mit dem Röntgenenergie-detektor vier Komponenten der L-Serie nachgewiesen werden: L α , L β , L γ , und L δ . Die Zuordnung ist in Fig. 4 für Gold angegeben.

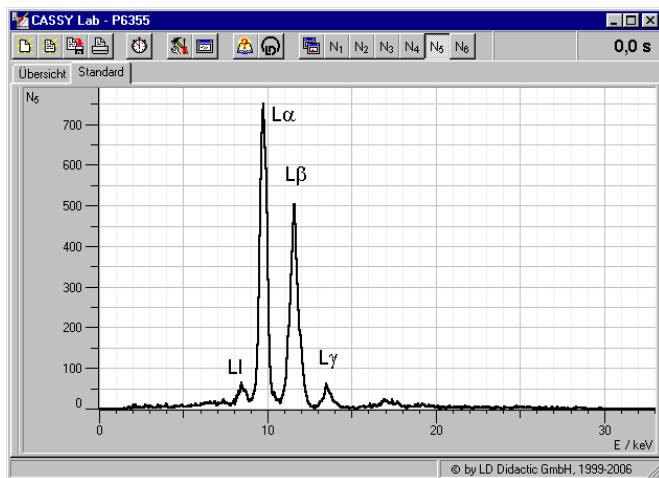


Fig. 4: Die L-Serie von Gold mit Linienbezeichnung.

b) Energiekalibrierung der Spektren

Die Energiekalibrierung der Spektren wird an der L α -Linie von Wolfram (W) und an der K α -Linie von Silber (Ag) durchgeführt.

- Mit Alt+E das Dialogfenster „Energiekalibrierung“ öffnen, „globale Energiekalibrierung“ wählen und die Energien der W L α - (8,40 keV) und der Ag K α -Linie (22,17 keV) eintragen.
- Spektren von Silber und Wolfram nacheinander auswählen.
- Im Popup-Menü des Diagrammfensters den Menüpunkt „Weitere Auswertungen“ → „Peaksschwerpunkt berechnen“ auswählen, die W L α -Linie markieren und das Er-

gebnis in das Dialogfenster „Energiekalibrierung“ eintragen.

- Anschließend den Schwerpunkt der Ag K α -Linie bestimmen und eintragen.

c) Untersuchung der Energieabhängigkeit der L-Linien von Ordnungszahl und Berechnung der Abschirmkonstanten

Zur quantitativen Analyse werden die Energien einzelner Linien bestimmt:

- Energiespektrum auswählen.
- Im Popup-Menü des Diagrammfensters den Menüpunkt „Weitere Auswertungen“ → „Peaksschwerpunkt berechnen“ auswählen und die Linie markieren.
- Ermittelte Peakposition in der Statuszeile ablesen und in eine Tabelle eintragen (siehe Tab. 1).

Hinweis: da bei den Elementen Silber, Indium und Zinn die L α - und L β -Linien nicht aufgelöst sind, werden sie in den Auswertungen als eine einzige Linie betrachtet.

- Für jede Linie den Ausdruck $\sqrt{E/Ry}$ und $\sigma_{2,1}$ nach Gl. (II) berechnen und in die Tabelle eintragen.

Tab. 1 Experimentelle Energien E der L-Linien und die daraus berechneten Abschirmkonstanten σ_{α} und σ_{β} für die entsprechenden Elektronenübergänge.

Element	Z	K α -Linie			K β -Linie		
		E, keV	$\sqrt{\frac{E}{Ry}}$	σ_{α}	E, keV	$\sqrt{\frac{E}{Ry}}$	σ_{β}
Ag	47	2,74	14,2	8,9	2,74	14,2	8,9
In	49	3,16	15,2	8,1	3,16	15,2	8,1
Sn	50	3,37	15,7	7,8	3,37	15,7	7,8
W	74	8,40	24,85	7,31	9,76	26,79	2,12
Au	79	9,75	26,77	7,15	11,60	29,20	0,63
Pb	82	10,60	27,92	7,09	12,74	30,61	-0,13

Erstellung des Moseleyschen Diagramm in CASSY Lab:

- Neue Größe „Ordnungszahl“ (als Parameter, Symbol: Z , von: 0, bis: 90, Dezimalstellen: 0) einrichten.
- Neue Größe „Moseley alpha“ (als Parameter, Symbol: y_α , von: 0, bis: 40, Dezimalstellen: 2) einrichten.
- Neue Größe „Moseley beta“ (als Parameter, Symbol: y_β , von: 0, bis: 40, 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. 5).
- Darstellung „Moseley“ wählen und im Popup-Menü des Diagrammfensters den Menüpunkt „Anpassung durchführen“ → „Ausgleichsgerade“ auswählen.
- Die Werte von y_α im Diagramm markieren.
- Die Anpassung auch für die Werte von y_β durchführen.

Das Ergebnis zeigt eine annähernd lineare Abhängigkeit der Energien der L-Linien von Ordnungszahl (siehe Fig. 5). Die mittlere Abschirmkonstante für die Übergänge ist der Schnittpunkt der Ausgleichsgerade mit der X-Achse.

Abhängigkeit der Abschirmkonstanten von Ordnungszahl:

- Neue Größe σ_α einrichten (als Parameter, Name: „Abschirmung alpha“, Symbol: σ_α , von: -1, bis: 10, Dezimalstellen: 2).
- Neue Größe σ_β einrichten (als Parameter, Name: „Abschirmung beta“ Symbol: σ_β , von: -1, bis: 10, Dezimalstellen: 2).
- Neue Darstellung „Abschirmung“ mit Ordnungszahl als x-Achse und σ_α , σ_β als y-Achsen einrichten.
- In die Tabelle der Darstellung „Abschirmung“ Ordnungszahl und Werte für die α -Linien σ_α und für die β -Linien σ_β eintragen (siehe Fig. 6).

Die sehr unterschiedliche Abhängigkeit der Abschirmkonstanten für die $L\alpha$ - und $L\beta$ -Linien von der Ordnungszahl Z weist auf Unterschiede im Aufbau der Unterniveaus der M - und L -Schalen hin. Es ist bemerkenswert, dass die Abschirmkonstante für die $L\alpha$ -Linien den Wert ≈ 7 hat. Das bedeutet, dass die Abschirmung durch die sieben nach der Ionisation in der L -Schale verbliebenen Elektronen erfolgt. Was wiederum darauf hinweist, dass die p - und s -Orbitale (L - bzw. K -Schalen) so geformt sind, dass die zwei sich in der K -Schale befindenden Elektronen für die Abschirmung des $L\alpha$ -Übergangs unwirksam sind.

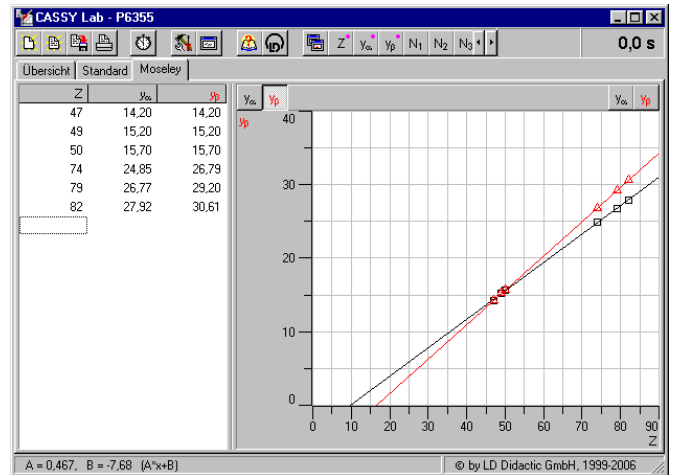


Fig. 5 Abhängigkeit der Energien der L-Linien von Ordnungszahl (das Moseleysche Diagramm). Dargestellt sind die Werte $\sqrt{E/Ry}$ für die $L\alpha$ -Linien (y_α , Vierecke) und die $L\beta$ -Linien (als y_β , Dreiecke) und die Ausgleichsgeraden.

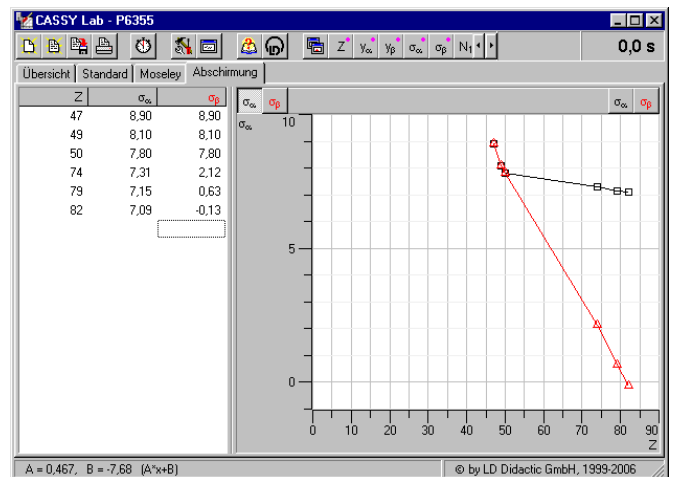


Fig. 6 Effektive Abschirmkonstanten für die Elektronenübergänge der L-Linien.

