

Versuchsprotokoll zum Versuch 602: Röntgen-Emissions- und Absorptionsspektren

Markus Lessmann und Sven Döring

11.5.2004

1 Aufgabe

Die Aufgabe des Versuches besteht in der Bestimmung der Konstante der vollständigen Abschirmung und der Konstante der inneren Abschirmung an verschiedenen Elementen.

2 Grundlagen

Zur Untersuchung der Struktur der Elektronenhülle von Atomen benutzt man unterschiedliche Strahlungen, unter anderem Strahlungen im sichtbaren, im UV- und im IR-Bereich. Mit diesen Wellenlängen lassen sich aber nur die Außenbereiche der Elektronenhülle untersuchen. Die inneren Bereiche der Hülle sind nur mit energiereicherer Strahlung, und zwar der sogenannten Röntgenstrahlung möglich. Sie hat eine höhere Energie (und damit eine höhere Frequenz) als die UV-Strahlung. Ihr Energiebereich geht von 10 eV bis 100 keV. Wegen der hohen Energie macht sich hier der Teilchencharakter der Quanten noch deutlicher bemerkbar als zum Beispiel bei sichtbarem Licht. Im Folgenden werden nun die Entstehung von Röntgenstrahlung, das von ihr verursachte Emissionsspektrum und ihre Wechselwirkung mit Materie beschrieben.

3 Entstehung der Röntgenstrahlung

Dringt ein Elektron in Materie ein verliert es in der Regel seine kinetische Energie durch Ionisationsprozesse. Es kann aber auch sein, daß es soweit in die Hülle eines Atoms eindringt, daß es in den Einflußbereich des Kernfeldes gelangt. Die Coulomb-Kraft, die der positive Kern auf das Elektron ausübt, lenkt es von seiner Bahn ab. Es wird also beschleunigt, was zur Folge hat, daß es mit einer gewissen Wahrscheinlichkeit ein Photon emittiert. Diese Wahrscheinlichkeit ist proportional zum Quadrat der Kernladungszahl z . Diese Strahlung, die durch solche Vorgänge entsteht, bezeichnet man als Bremsstrahlung. Sie hat ein kontinuierliches Energiespektrum, dessen Obergrenze die kinetische Energie des Elektrons ist. Ein einfallendes Elektron in Kernnähe kann aber auch eine Ionisation in einer der inneren Schalen hervorrufen. Die so entstandene Lücke in der inneren Schale wird aber sofort wieder von einem Elektron aus einer höheren Schale gefüllt. Die Lücke, die dieses hinterläßt, wird wiederum von einem höherschaligen Elektron gefüllt usw. Beim Übergang von den höher- auf die niedrigerenergetischen Schalen strahlen die Schalelektronen jeweils wieder ein Photon ab. Die Energien dieser Photonen entsprechen den Energiedifferenzen der verschiedenen Schalen, zwischen denen das emittierende Elektron wechselt, und sind damit diskret (weil die Schalen auch nur diskrete Energien haben). Es gilt für die Energie des Photons eines Elektrons, das von der Schale n auf die Schale m wechselt:

$$E_{\text{Photon}} = h\nu = E_n - E_m \quad (1)$$

Hierbei ist h das Plank'sche Wirkungsquantum, ν die Frequenz des Photons und E_n und E_m sind die Energieniveaus der Schalen.

Die Energie der auf diese Weise entstandenen Strahlung hängt von den Atomen der Materie ab und wird deswegen als charakteristische Röntgenstrahlung bezeichnet.

Abbildung 1 zeigt den schematischen Aufbau einer Röhre zur Erzeugung von Röntgenstrahlung. Sie besteht aus einem evakuierten Glaskolben mit einem Glühdraht, der durch thermische Emission freie Elektronen erzeugt. Diese werden mit einer sehr hohen Spannung (mehrere kV) in Richtung der Anode beschleunigt und erzeugen beim Aufprall auf diese die Röntgenstrahlung.

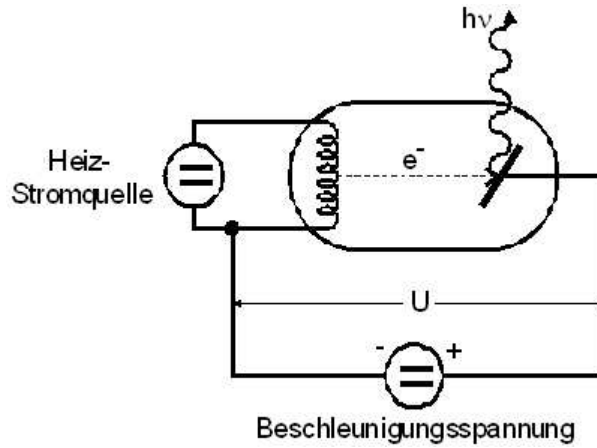


Abbildung 1: Schematische Darstellung einer Röntgenröhre

4 Das Emissionsspektrum ohne Feinstruktur

Die Intensität der Röntgenstrahlung (das heißt die Anzahl an Photonen pro Zeit- und Flächeneinheit) hängt von ihrer Energie ab, das heißt es gibt bei unterschiedlichen Energien (und damit Frequenzen) der Strahlung auch unterschiedlich viele Photonen. Das Spektrum der Röntgenstrahlung besteht aus dem kontinuierlichen Spektrum der Bremsstrahlung und der charakteristischen Strahlung. Für $E \rightarrow 0$ geht die Intensität gegen Null, bei steigenden Energien endet das Spektrum hingegen abrupt, da die Elektronen keine Photonen emittieren können, deren Energie höher als ihre eigene kinetische ist. Da die kinetische Energie E_{kin} von der Beschleunigungsspannung abhängt ergibt sich:

$$E_{max} = h\nu_{max} = e_0 U \quad (2)$$

e_0 ist die Elementarladung.

Die Lage der Linien des charakteristischen Spektrums lassen sich einfach mit (1) aus den Energieniveaus der Elektronen des emittierenden Atoms bestimmen. Um diese zu kennen, muß man die Schrödingergleichung lösen, was für ein Atom mit vielen Elektronen, wie man sie bei der Röntgen-Emission hat, sehr schwierig ist. Deswegen benutzt man zur Vereinfachung das Modell der Eielektronenanregung. Dabei geht man davon aus, daß sich das emittierende Elektron in einem Coulombfeld befindet, das durch Überlagerung von Kernfeld und Einzelfeldern der Elektronen entsteht. Um diese zu berücksichtigen, führt man eine effektive Kernladungszahl z_{eff} ein, die kleiner als z sein muß, weil die Elektronen ja das Feld der Ladung schwächen. Dem emittierenden Elektron kommt somit die potentielle Energie

$$U = -\frac{z_{eff} e_0^2}{4\pi\epsilon_0 r} \quad (3)$$

zu. (ϵ_0 ist die elektrische Feldkonstante und r die Ortskoordinate)

Aus der Lösung der Schrödingergleichung erhält man für die Gesamtenergie:

$$E_n = -R_\infty z_{eff,n}^2 \frac{1}{n^2} \quad (4)$$

(R_∞ =Rydberg-Energie, z_{eff} =effektive Kernladungszahl, n =Hauptquantenzahl)

Die Energie eines emittierten Photons beträgt somit

$$h\nu_{m,n} = R_\infty z_{eff,n,m}^2 \left(\frac{1}{n^2} - \frac{1}{m^2} \right) \quad (5)$$

Setzt man nun für n und m alle natürlichen Zahlen ein (dabei muß gelten $n < m$) erhält man somit die Lage aller Linien des charakteristischen Spektrums. Diese Formel ist aber nur eine grobe Näherung. Im folgenden Abschnitt wird eine bessere Näherung beschrieben.

Zur Bezeichnung der Linien läßt sich noch folgendes erwähnen: Die innerste Schale wird als K-Schale bezeichnet, die nächsthöheren in alphabetischer Reihenfolge als L, M, N... usw. Schale. Übergänge von höheren auf die K-Schale nennt man K-Linien, genauso bezeichnet man Übergänge auf die L-Schale als L-Linien und so weiter. Abbildung 2 zeigt mögliche Übergänge und ihre Bezeichnung,

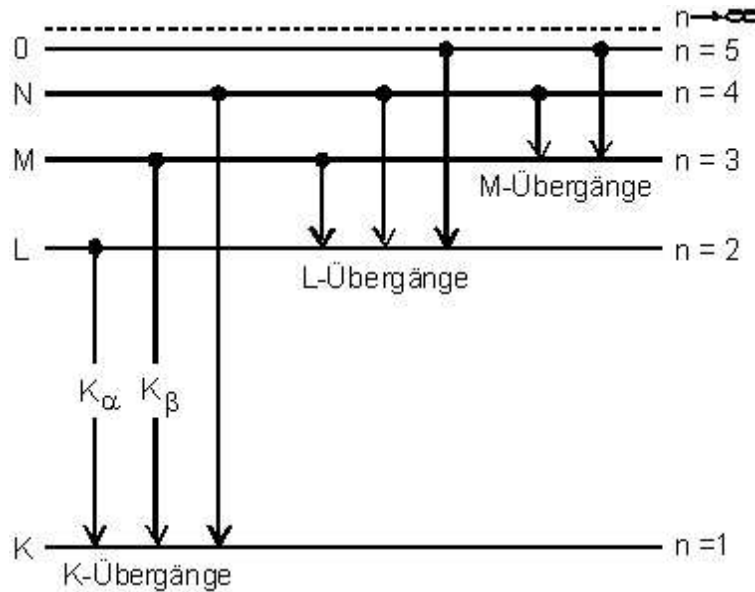


Abbildung 2: Diagramm der möglichen Übergänge zwischen K, L, M, N und O-Schale

die Pfeillänge zeigt die Energie der entstehenden Strahlung an. Wegen der $\frac{1}{n^2}$ -Abhängigkeit der Energieniveaus der Elektronen wird bei Übergängen auf die K-Schale die größte Energie abgestrahlt.

Vergleicht man optisches Spektrum und Röntgenspektrum eines Elementes stellt man große Unterschiede fest. Das liegt daran, daß beim optischen Spektrum die Elektronen auf der äußersten Schale die Photonen emittieren und beim Röntgenspektrum die inneren. Die äußeren Elektronen verursachen aber die Bindung des Atomes an ein Molekül oder einen Festkörper, und werden deswegen beim Abstrahlen vom Bindungszustand beeinflusst, die inneren Elektronen hingegen nicht. Es ergeben sich deswegen nur bei monoatomaren Gasen Linienspektren, einzelne Moleküle haben Bandenspektren und Festkörper und Flüssigkeiten kontinuierliche optische Spektren. Das Röntgenspektrum hat hingegen auch bei Gasen und Festkörpern Liniengestalt.

Im Periodensystem der Elemente hat die Gestalt des optischen Spektrums der Elemente eine Periodizität, das Röntgenspektrum verschiebt sich mit steigender Kernladungszahl hingegen monoton zu höheren Frequenzen.

5 Die Feinstruktur des Röntgen-Emissionsspektrums

Schon bei mittelgroßen z-Werten stellt Gleichung (4) eine schlechte Näherung dar. Um eine bessere Näherung zu erhalten, muß man die relativistische Geschwindigkeitsabhängigkeit der Elektronenmasse und den Einfluß des Drehimpulses des emittierenden Hüllenelektrons beim Lösen der Schrödingergleichung berücksichtigen. Diese Einflüsse betrachtet man als Störung und bearbeitet sie im Rahmen der Störungsrechnung. Somit erhält man die Sommerfeldsche Feinstrukturformel:

$$E_{n,j} = -R_{\infty} z_{eff1}^2 \frac{1}{n^2} + \alpha^2 z_{eff2}^4 \frac{1}{n^3} \left(\frac{1}{j + \frac{1}{2} - \frac{3}{4n}} \right) \quad (6)$$

(α = Sommerfeldsche Feinstrukturkonstante)

Hierbei ist j die Gesamtdrehimpulszahl des emittierenden Elektrons. Sie ergibt sich aus Bahndre-

himpulsquantenzahl l und Spinquantenzahl $s = \frac{1}{2}$ als

$$j = l + \frac{1}{2} \quad \text{oder} \quad j = l - \frac{1}{2} \quad (7)$$

Die beiden effektiven Kernladungszahlen z_{eff1} und z_{eff2} sind folgendermaßen definiert:

$$z_{eff1} = z - \sigma \quad (8)$$

$$z_{eff2} = z - s \quad (9)$$

Die Größen beschreiben die Schwächung des Kernfeldes durch die Felder der Elektronen. Die Größe σ wird durch die Hüllenelektronen bestimmt, deren Ladungsverteilungsmaximum in der n -ten Schale liegt, aber auch von den äußeren Elektronen wird sie beeinflusst. σ wird als "Konstante der vollständigen Abschirmung" bezeichnet. Sie hängt von der Hauptquantenzahl n und der Bahndrehimpulszahl l ab, weil diese die radiale Dichteverteilung eines Elektrons beeinflusst. Der zweite Summand in (6) ist hingegen fast gar nicht von den Elektronen auf den äußeren Schalen abhängig. Somit hängt s quasi nur von den Elektronen ab, die in der n -ten Schale liegen. Deswegen bezeichnet man s auch als "Konstante der inneren Abschirmung". Sie hängt wie σ von n und l ab. Wegen der l - und n -Abhängigkeit kennzeichnet man beide Abschirmungskonstanten mit den Indizes l und n . Somit geht Gleichung (6) über in die Form:

$$E_{n,j} = -R_{\infty} \left[(z - \sigma_{n,l})^2 \frac{1}{n^2} + \alpha^2 (z - s_{n,l})^4 \frac{1}{n^3} \left(\frac{1}{j + \frac{1}{2} - \frac{3}{4n}} \right) \right] \quad (10)$$

Es gibt zu jeder Hauptquantenzahl n mehrere l - und j -Werte, somit sagt Gleichung (10) aus, daß sich das Energieniveau in mehrere Unterniveaus aufspaltet. Diese betrachten wir nun.

Es gilt

$$l_{max} = n - 1$$

Für die Elektronen der K-Schale ($n=1$) heißt das, daß sie keinen Bahndrehimpuls sondern nur einen Spin besitzen. Es ist für alle Elektronen $j = \frac{1}{2}$ und somit gibt es keine Aufspaltung des Energieniveaus. Bei der L-Schale mit $n=2$ gibt es die Bahndrehimpulsquantenzahlen $l=0$ und $l=1$, was zu den Quantenzahlkombinationen $(j = \frac{3}{2}, l = 1), (j = \frac{1}{2}, l = 1)$ und $(j = \frac{1}{2}, l = 0)$ führt. Somit ergeben sich auch drei Unterniveaus. Die M-Schale spaltet sich wegen der Quantenzahlen in 5 Unterniveaus auf. Abbildung 3 zeigt die Feinstrukturaufspaltung von K-, L- und M-Schale. Die Unterniveaus kennzeichnet man mit römischen Ziffern. Die Abbildung zeigt auch die möglichen K-Übergänge eines charakteristischen Röntgenspektrums. Es gibt allerdings nicht zwischen allen Niveaus Übergänge. Die tatsächlich stattfindenden werden nach speziellen Auswahlregeln festgelegt, die für das Röntgenspektrum lauten: Übergänge treten nur auf, wenn sich der Bahndrehimpuls zwischen den Niveaus um $\Delta l = \pm 1$ ändert. Zusätzlich nimmt die Übergangswahrscheinlichkeit mit steigendem Δn ab, so daß es kaum Übergänge mit $\Delta n > 3$ gibt. Bestimmt man nun aus (10) die Energie der charakteristischen Röntgenlinien erhält man:

$$E = R_{\infty} \left[\frac{(z - \sigma_{n,l})^2}{n^2} - \frac{(z - \sigma_{n',l'})^2}{n'^2} + \alpha^2 \frac{(z - s_{n,l})^4}{n^3} \left(\frac{1}{j + \frac{1}{2}} - \frac{3}{4n} \right) - \alpha^2 \frac{(z - s_{n',l'})^4}{n'^3} \left(\frac{1}{j' + \frac{1}{2}} - \frac{3}{4n'} \right) \right] \quad (11)$$

Für Kernzahlen ab $z=70$ nimmt man in (11) auch Glieder der Ordnung $\alpha^4 z^6$ in die Gleichung mit. Will man nun aus dieser Formel die Konstanten σ und s bestimmen hat man das Problem, daß Gleichung (11) von insgesamt 4 Abschirmungskonstanten abhängt. Durch die Ausnutzung der sogenannten Absorptionsspektren läßt sich aber dieses Problem beheben. Diese Methode wird im Folgenden erläutert.

6 Das Absorptionsspektrum

Treffen Röntgenstrahlen auf Materie tritt eine Schwächung der Strahlintensität auf, die von der Energie der Strahlung und der bestrahlten Materie abhängt. Grund dafür sind zum Teil Streuung und vor allem Absorption der Röntgenquanten.

Den Vorgang, der die Absorption eines Quants bewirkt, nennt sich innerer Photo-Effekt. Dabei

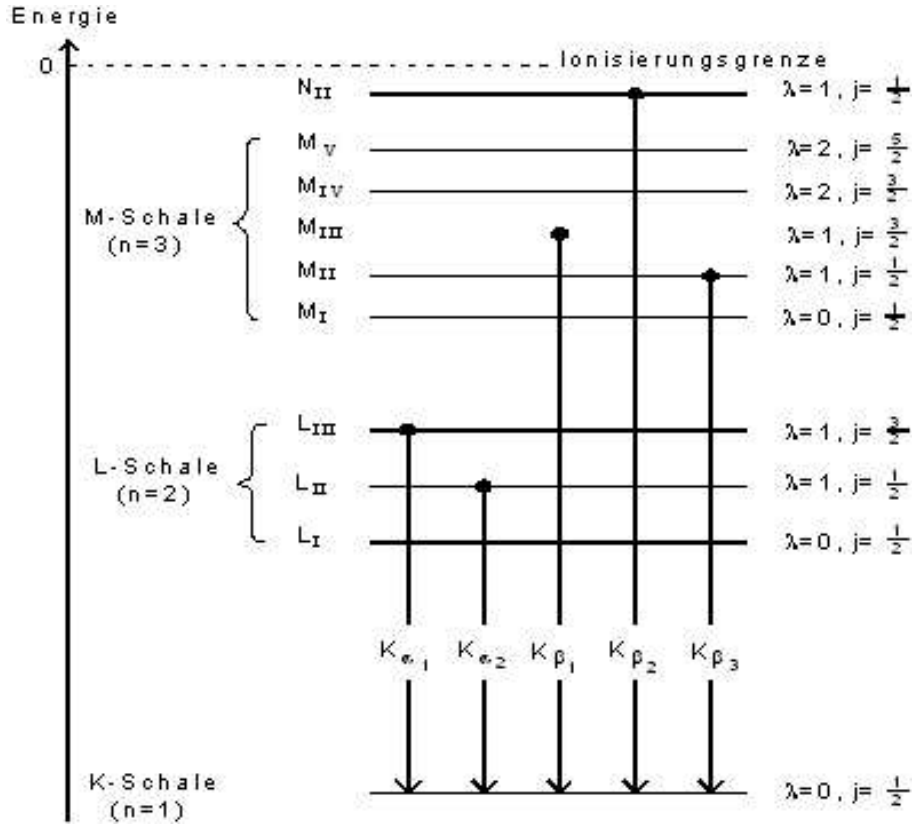


Abbildung 3: Diagramm der Unterniveaus von K,L und M-Schale

tritt das Quant in Wechselwirkung mit einem Hüllenelektron. Dieses wird nun aus seiner Bindung befreit. Dazu muß allerdings die Energie des Quants größer als die Bindungsenergie E_B des Elektrons sein. Die überschüssige Energie erhält das Elektron als kinetische Energie:

$$h\nu = E_B + E_{kin} \quad (12)$$

Die Absorptionswahrscheinlichkeit hängt von der Kernladungszahl z des absorbierenden Materials und der Energie des Quants ab. Im Bereich unter 100 keV gilt für den Absorptionskoeffizienten μ in grober Näherung:

$$\mu \approx z^5 E^{-3,5} \quad (13)$$

Der Koeffizient steigt aber unstetig an, sobald die Quantenenergie ausreicht, eine der kernnäheren Schalen zu ionisieren. Das ausgelöste Elektron kann dann auf keine benachbarte Schale, weil diese alle besetzt sind. Es geht somit auf ein oberes unbesetztes, optisches Niveau oder in den kontinuierlichen Energiebereich über der Ionisierungsgrenze. Da die optischen Energieniveaus nahe beieinander sind kann man in Näherung sagen, daß bei der Ionisierung der n -ten Schale das einfallende Quant die Energie $E(n) - E(\infty)$ haben muß. Für die K-Schale erhält man somit:

$$h\nu_{K_{Abs}} = E_{1,\frac{1}{2}} - E_{\infty} = R_{\infty} \left[(z - \sigma_{1,0})^2 + \alpha^2 (z - s_{1,0})^4 \frac{1}{4} \right] \quad (14)$$

In der K-Schale halten sich kaum Elektronen auf, weswegen $s_{1,0}$ verschwindet. Somit läßt sich aus (14) $\sigma_{1,0}$ bestimmen, wenn man $h\nu_{K_{Abs}}$ mißt. Somit kommt man mit dem Absorptionsspektrum leichter an spezielle Abschirmungszahlen. Auch für die L-Linie läßt sich eine einfachere Formel bestimmen. Es gelten für die 3 Unterniveaus:

$$h\nu_{L,abs,I} = E_{2,0,\frac{1}{2}} - E_{\infty} = R_{\infty} \left[\frac{(z - \sigma_{2,0})^2}{8} + \alpha^2 \frac{(z - s_{2,0})^4}{8} \frac{5}{8} \right] \quad (15)$$

$$h\nu_{L,abs,II} = E_{2,1,\frac{1}{2}} - E_{\infty} = R_{\infty} \left[\frac{(z - \sigma_{2,1})^2}{8} + \alpha^2 \frac{(z - s_{2,1})^4}{8} \frac{5}{8} \right] \quad (16)$$

$$h\nu_{L,abs,III} = E_{2,1,\frac{3}{2}} - E_{\infty} = R_{\infty} \left[\frac{(z - \sigma_{2,1})^2}{8} + \alpha^2 \frac{(z - s_{2,1})^4}{8} \frac{1}{8} \right] \quad (17)$$

Aus der Differenz von (16) und (17) erhält man:

$$h\nu_{L,abs,II} - \nu_{L,abs,III} = R_{\infty} \alpha^2 \frac{(z - s_{2,1})^4}{16} \quad (18)$$

Aus dieser Formel läßt sich $s_{2,1}$ bestimmen.

Nun stellt sich die Frage, wie man die Absorptionsenergien experimentell bestimmt. Dazu bestrahlt man eine dünne Scheibe des zu untersuchenden Materials mit monoenergetischen Röntgen-Quanten und mißt die Intensität der durchgehenden Strahlung in Abhängigkeit von ihrer Energie. Graphisch dargestellt ergibt sich eine Kurve wie in Abbildung 4. Wie man sieht nimmt der Absorptionskoeffi-

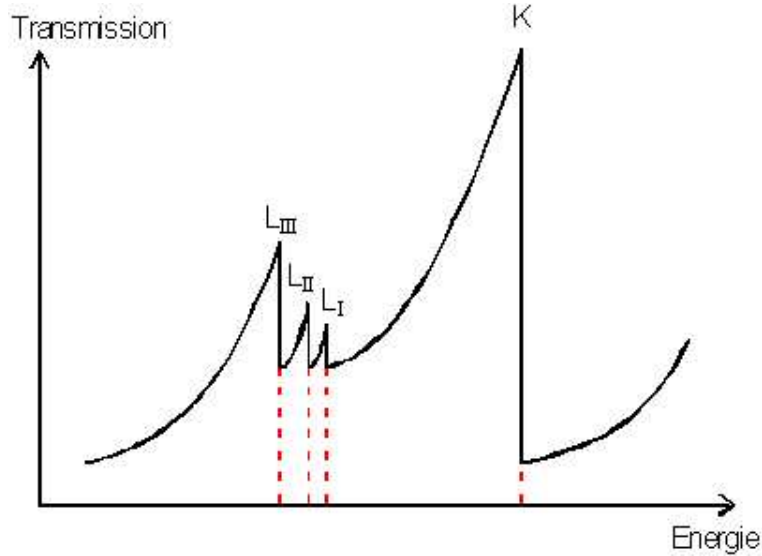


Abbildung 4: Transmissionskurve eines Experimentes mit Röntgenstrahlung

zient gemäß Gleichung (13) kontinuierlich mit der Strahlungsenergie ab und somit die Transmission zu. Ist nun die Quantenenergie groß genug ein Elektron aus seiner Schale zu schlagen, nimmt die Transmission schlagartig ab. Man erhält eine sogenannte Absorptionskante. Ihre Lage entspricht der Absorptionsenergie ν_{abs} .

Die K-Schale besitzt, wie bereits erwähnt, kein Unterniveau, deswegen gibt es nur eine K-Kante aber zum Beispiel 3 L-Kanten, die dicht beieinander liegen.

Wenn ein Atom auf einer inneren Schale ionisiert wird, fallen sofort Elektronen aus höheren Schalen in die Lücke. Auch die Lücke, die diese hinterlassen, wird von Elektronen höherer Schalen wieder geschlossen. Dabei werden auch wieder Röntgenquanten in alle möglichen Richtungen emittiert. Die so entstandene Strahlung nennt sich Fluoreszenzstrahlung.

Zu der bereits erwähnten Streuung von Quanten läßt sich sagen: Im Röntgenbereich spielt sie nur für Kernladungszahlen $z < 13$ eine Rolle, weil dort die Elektronen eine geringe Bindungsenergie haben. Bei diesem sogenannten Compton-Effekt gibt ein Röntgenquant bei einem Stoßvorgang unter Energie- und Impulserhaltung einen Teil seiner Energie und seines Impulses an ein schwach gebundenes Elektron ab und fliegt dann mit veränderter Richtung und Geschwindigkeit weiter. Es kommt so zu einer Auffächerung des Röntgenstrahles und somit zu einer Abnahme der Intensität.

7 Messung von Intensität und Energie der Röntgenstrahlung

Meßgeräte zur Messung der Intensität der Röntgenstrahlung nutzen deren ionisierende Wirkung, wie das zum Beispiel das Geiger-Müller-Zählrohr tut. Aufwändigere Meßgeräte sind das Proportional-

Zählrohr, der Szintillations-Detektor und Halbleiterdetektoren. Diese Geräte lassen auch eine Energiemessung zu, weil sie beim Auftreffen eines Quants einen elektrischen Impuls abgeben, der zu dessen Energie proportional ist. Hier bei diesem Experiment wird allerdings die Welleneigenschaft der Strahlung ausgenutzt, die bei einer großen Zahl von Quanten eine gute Näherung darstellt. Deswegen benutzt man zur Energiemessung die Interferenzerscheinungen, die sich ergeben, wenn das Röntgenlicht auf einen Kristall fällt. In einem Kristall sind die Atome nämlich räumlich periodisch angeordnet und streuen die einfallende Strahlung elastisch in alle Richtungen. Ist nun der Gangunterschied Δ benachbarter Strahlen ein ganzzahlig Vielfaches der Wellenlänge λ ($\Delta = n\lambda$ mit $n=1,2,3,\dots$) so ergibt sich konstruktive Interferenz. Das geschieht aber nur bei bestimmten Einfallswinkeln. Aus Abbildung 5 liest man ab:

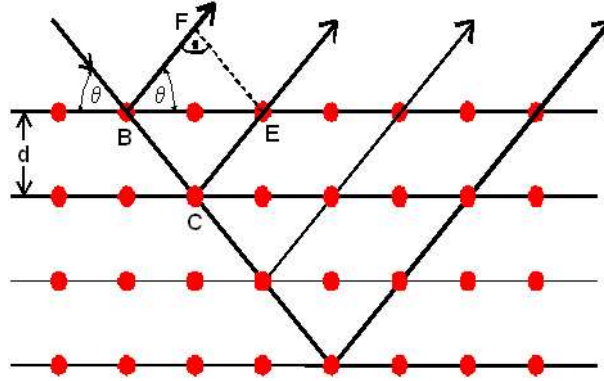


Abbildung 5: Skizze zur Streuung von Röntgenlicht an einem Kristallgitter

$$\Delta = \overline{BC} + \overline{CE} - \overline{BF} = \frac{2d}{\sin(\theta)} - \overline{BE} \cos(\theta) \quad (19)$$

$$= \frac{2d}{\sin(\theta)} - 2d \cot(\theta) \cos(\theta) = 2d \sin(\theta) \quad (20)$$

Hierbei ist d der Abstand der Gitternetzebenen. Es ergeben sich also nur relevante Intensitäten, wenn der Röntgenstrahl unter einem Winkel θ einfällt, der die Bedingung

$$2d \sin(\theta) = n\lambda \quad n = 1, 2, 3, \dots \quad (21)$$

erfüllt. Diese Bedingung nennt man die Braggsche Reflexionsbedingung. Mit

$$E = h\nu = h \frac{c}{\lambda}$$

und der Bragg Bedingung ergibt sich:

$$E = \frac{hc}{\lambda} = \frac{hcn}{2d \sin(\theta)} \quad (22)$$

Somit lässt sich aus (22), wenn Gitternetzebenenabstand d und Interferenzordnung n bekannt sind, die Energie der Röntgenquanten in Abhängigkeit vom Einfallswinkel θ bestimmen. Außerdem kann man die Bragg-Reflexion benutzen um monoenergetische Strahlung zu erzeugen.

8 Versuchsaufbau

Der Versuchsaufbau ist in Abbildung 6 skizziert. Er besteht aus einer Röntgenröhre mit Kupfer-Anode, die mit einem Hochspannungsgenerator betrieben wird. Dieser liefert Spannungen von 10 bis 24 keV. Die Röntgenstrahlung fällt durch eine Blende auf einen schwenkbaren LiF-Einkristall. Der Winkel zwischen dem einfallenden Röntgenstrahl und dem Kristall kann variiert werden, genauso der Winkel zwischen Strahl und Zählrohr, das hinter einer Blende angebracht ist und ebenfalls

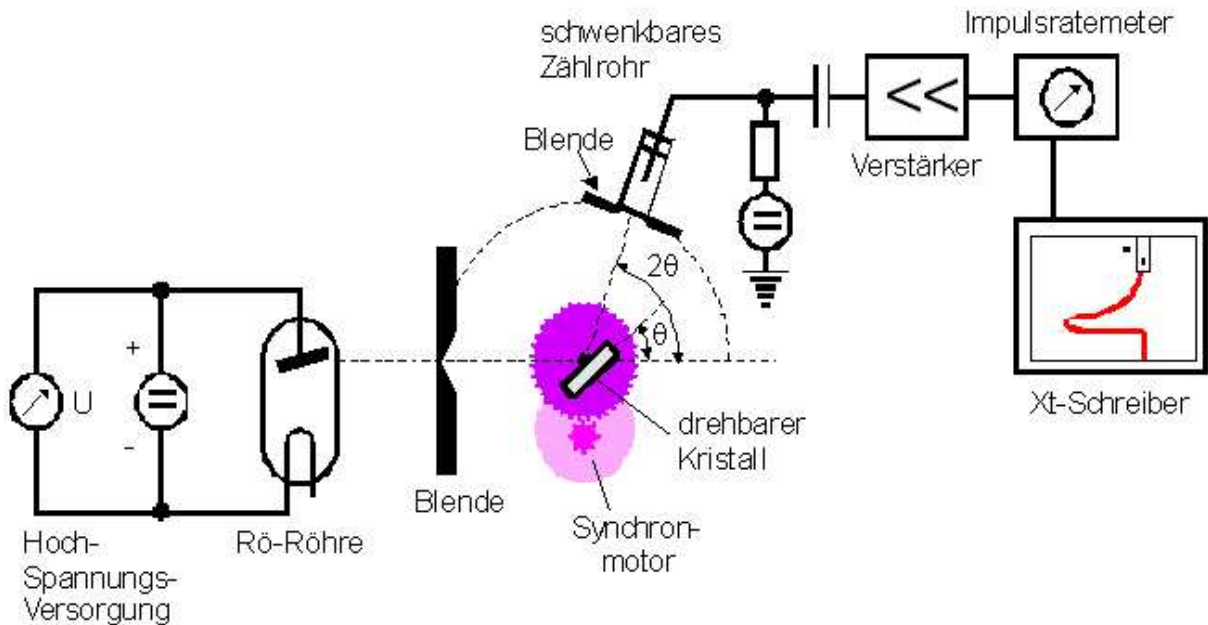


Abbildung 6: Skizze des Versuchsaufbaus

geschwenkt werden kann. Die beiden Winkel lassen sich auf einer Winkelskala im Röntgengerät ablesen. Die Probe, die mit dem Röntgenstrahl beleuchtet wird, wird direkt vor dem Zählrohr angebracht. Das Signal, das das Zählrohr erzeugt, geht an einen Verstärker. Dieser verstärkt das Signal und schickt es weiter an einen Impulsratemeter. Dieses Gerät gibt eine Gleichspannung ab, die proportional zur Anzahl der pro Zeit einfallenden Röntgenquanten ist. Diese Spannung wird nun auf einen x-t-Schreiber gegeben und geplottet. An die Antriebsachsen zur Verstellung des Zählrohrs und des Kristalls sind Synchronmotoren angeschlossen, die eine automatische Verstellung ermöglichen.

9 Versuchsdurchführung

9.1 Messung des Emissionsspektrums

Zuerst vermessen wir das Emissionsspektrum der Kupfer-Anode. Dazu beleuchten wir den Kristall ohne eine Probe anzubringen. Wir testen vorher den maximalen Ausschlag, den uns der Impulsratemeter im gesamten vermeßbaren Winkelbereich liefert und stellen die Empfindlichkeit des x-t-Schreibers entsprechend ein, so daß das Gerät den Graphen komplett plotten kann. Weiter justieren wir Detektor und Kristall so ein, daß die Bragg-Bedingung erfüllt ist. Dabei hat der Detektor genau den doppelten Winkel zum einfallenden Röntgenstrahl wie der Kristall. Eine nennenswerte Abweichung von dieser beabsichtigten Lage läßt sich nicht feststellen. Dann lassen wir mit dem Synchronmotor den LiF-Kristall im Winkelbereich von 7° bis 30° durchfahren und die Intensität vom x-t-Schreiber plotten. Die beiden Linien der charakteristischen Röntgenstrahlung, die beide bei ca. 20° liegen, vermessen wir noch einmal einzeln mit höherer Auflösung (schnellerem Papiervorschub am x-t-Schreiber). An dem Ausdruck des Schreibers tragen wir jeweils die Winkel ein, die zu dem Abschnitt der Kurve gehören.

9.2 Messung der K-Absorptionskante verschiedener Elemente

Nun bringen wir eine Probe vor dem Zählrohr an und achten darauf, daß die Blende vor der Probe horizontal steht. Wir testen mit manuellem Durchfahren des Winkelbereiches, indem wir auf den Ausschlag des x-t-Schreibers achten, in welchem Bereich ungefähr die Kante liegt. Dann fahren wir den Bereich um die Kante mit dem Synchronmotor automatisch ab und zeichnen die

Kurve mit dem x-t-Schreiber auf. Dies machen wir für Brom, Gallium und Zirkonium. Vorher überprüfen wir noch, ob die Zeitkonstante des Impulsratemeters geeignet eingestellt ist, also ob die Kurve zu starke Schwankungen zeigt und die zeitliche Auflösung gut genug für die Messung ist. Die Zeitkonstante legt fest, über wieviele gemessene Quanten der Impulsratemeter mittelt, um ein Gleichspannungssignal abzugeben. Wir messen maximal über einen Winkelbereich von 7° bis 20° .

9.3 Messung der L-Absorptionkonstante

Die Messung läuft ähnlich ab wie im vorherigen Versuchsteil. Dabei müssen wir bei der Vorbereitung der Messung beachten, daß wir nun die L-Kanten vermessen wollen. Diese lassen sich von der K-Kante dadurch unterscheiden, daß sie bei einer niedrigeren Intensität auftreten. Es gibt 3 L-Kanten, bei der Messung können wir aber nur 2 davon auflösen, 2 der 3 Kanten sind zu nah beieinander und lassen sich auch durch höher aufgelöste Messung des entsprechenden Bereiches mit der Anlage nicht auflösen. Wir vermessen die Kanten bei einer Gold-Probe.

10 Geräte

Wir benutzen folgende Geräte:

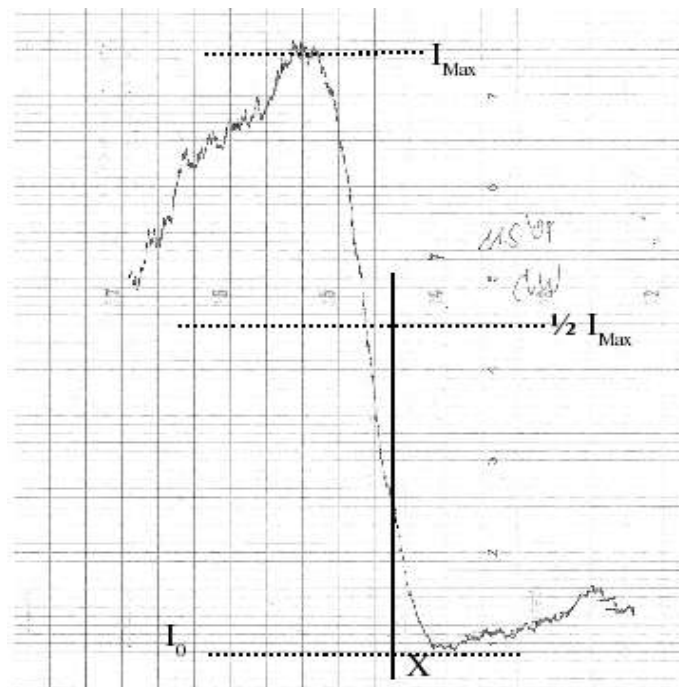
- Eine Röntgenröhre mit Kupfer-Anode
- Eine Meßvorrichtung mit drehbar gelagertem LiF-Kristall und schwenkbarem Detektor
- Einen x-t-Schreiber
- Einen Impulsratemeter

11 Auswertung

11.1 Auswertung der Messkurven

Wir beginnen damit, die Winkel-Achse der aufgenommenen Messkurven zu kalibrieren. Zu diesem Zweck messen wir die Abstände der Winkelmarkierungen von der ersten Markierung aus.

Wir bestimmen die Lagen der Kanten, indem wir an der jeweiligen Kante eine Linie als Maximal- und eine weitere als Null-Intensität einzeichnen. Wir zeichnen in der Höhe der halben Maximal-Intensität eine weitere Hilfslinie ein. Deren Schnittpunkt mit der Kurve kennzeichnet die Lage der Kante.



Zeichnung 1: Bestimmung der Lagen X der Absorptions-Kanten

Die Lage der Emissionslinien können wir mit dieser Methode nicht bestimmen. Bei ihnen zeichnen wir ebenfalls wieder die halbe Maximal-Intensität ein. Die Mitte dieser Linie zwischen der vorderen und hinteren Flanke der Kurve entspricht der Lage der gesuchten Linie. Diese Position stimmt nicht zwingend mit der Lage des Maximums überein, da die Peaks nicht symmetrisch sind.

In die Kurve zur Messung der Absorptionskanten des Broms (Zeichnung 1)) haben wir an drei Messpunkten die Winkelmarkierungen eingezeichnet. Ihre Abstände messen wir.

Winkel θ	Abstand d in cm
12°	0
13°	4,4
15°	13,2
x	7,0

Mit Hilfe einer linearen Regression berechnen wir das Verhältnis θ/d als Steigung a einer Ausgleichsgeraden.

In diesem Beispiel ist das nicht unbedingt nötig, da wir unsere Winkelmarkierungen genau genug angebracht haben. Bei den anderen Messkurven bekommen wir aber mit dieser Methode ein besseres Ergebnis, da bei ihnen zum Teil die Markierungen ungenauer liegen.

Die Steigung a der Geraden berechnet sich gemäß der Formel

$$a = \frac{\sum_{i=1}^n (d_i - \bar{d}) \cdot \theta_i}{\sum_{i=1}^n (d_i - \bar{d})^2}$$

n ist die Anzahl der Messpunkte. Der absolute Fehler s_a der Steigung ergibt sich als

$$s_a^2 = \frac{n}{n-2} \cdot \frac{\sum_{i=1}^n (\theta_i - d_i \cdot a - b)^2}{n \cdot \sum_{i=1}^n d_i^2 - \left(\sum_{i=1}^n d_i\right)^2}$$

wobei b die vertikale Verschiebung der Ausgleichsgeraden ist, die sich berechnet als

$$b = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^n \theta_i - \frac{a}{n} \cdot \sum_{i=1}^n d_i$$

Der Fehler der Verschiebung s_b ergibt sich als

$$s_b^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (\theta_i - d_i \cdot a - b)^2}{n-2} \cdot \frac{\sum_{i=1}^n d_i^2}{n \cdot \sum_{i=1}^n d_i^2 - \left(\sum_{i=1}^n d_i\right)^2}$$

Den Winkel θ_K , unter dem wir die Kante beobachten, berechnen wir als

$$\theta_K = a \cdot x + b$$

In unserem Beispiel erhalten wir eine Steigung von $a = 0,227^\circ/\text{cm}$ und eine Verschiebung von $b = 12^\circ$. Die Kante liegt somit bei einem Winkel von $\theta_K = 13,59^\circ$. Die Fehler der Steigung und der Verschiebung sind Null, die Messgenauigkeit in der Kurve liegt bei $s = 1 \text{ mm}$, das entspricht einem Winkel von $\Delta\theta = 0,02^\circ$.

Analog berechnen wir auch die Winkel der anderen Kanten, beginnend mit Gallium.

Winkel θ	Abstand d in cm
16°	0
17°	5,0
18°	9,1
19°	14,1
x	7,9

Daraus ergibt sich eine Steigung von $a = 0,22^\circ/\text{cm}$ bei einem Fehler von $s_a = 0,01^\circ/\text{cm}$. Da der Fehler auch in diesem Fall kleiner ist als der Messfehler von $\Delta\theta = 0,02^\circ$, berücksichtigen wir ihn nicht weiter. Die Verschiebung liegt bei $b = 15,98^\circ$ bei einem Fehler von $s_b = 0,05^\circ$. Die Absorptionskante liegt bei $\theta_K = 17,68^\circ$ mit einer Genauigkeit von $\Delta\theta = 0,05^\circ$.

Für Zirkon messen wir die folgenden Werte aus.

Winkel θ	Abstand d in cm
9°	0
10°	4,0
12°	12,1
x	5,0

Daraus ergibt sich eine Steigung von $a = 0,248^\circ/\text{cm}$ bei einem Fehler von $s_a = 0,001^\circ/\text{cm}$. Da der Fehler in diesem Fall deutlich kleiner ist als der Messfehler von $\Delta\theta = 0,02^\circ$, berücksichtigen wir ihn auch hier nicht weiter. Die Verschiebung liegt bei $b = 9,00^\circ$ bei einem Fehler von $s_b = 0,01^\circ$. Die Absorptionskante des Zirkons liegt bei $\theta_K = 10,24^\circ$ mit einem Fehler von $\Delta\theta = 0,02^\circ$.

Bei der Auswertung der Messkurve der Gold-Probe ergeben sich dadurch Probleme, dass die Kurve zu breit ist für den Scanner, und wir sie nicht an einem Stück digitalisieren können. Wir führen daher zuerst eine Rechnung durch, um die Winkelmarkierungen auf die Markierungen des Schreiber-Papiers umzurechnen. Mit diesen Daten gehen wir dann in das andere Diagramm, um dort die Kanten auszumessen.

Winkel θ	Abstand d in cm
8°	0,0
10°	5,5
12°	10,8
14°	16,0
16°	21,4
18°	26,9

Die Steigung beträgt hier $a = 0,374^\circ/\text{cm}$ (mit einem Fehler von $s_a = 0,002^\circ/\text{cm}$) und die Verschiebung liegt bei $b = 7,98^\circ$ ($s_b = 0,03^\circ$).

Verschiedenen Markierung auf dem Schreiber-Papier ordnen wir nun Winkel zu.

Markierung	Abstand d in cm	Winkel θ
4	3,5	9,29°
5	8,3	11,09°
6	13,0	12,84°
7	17,8	14,64°
8	22,6	16,43°

Bei unserer ersten Messung mit einer Zeitkonstanten von 6s können wir drei Absorptionskanten bei x_1 , x_2 und x_3 unterscheiden.

Winkel θ	Abstand d in cm
9,29°	0
11,09°	3,7
12,84°	7,4
14,64°	11,1
16,43°	14,8
x_1	8,1
x_2	8,3
x_3	12,4

Aus der Steigung $a = 0,482^\circ/\text{cm}$ ($s_a = 0,001^\circ/\text{cm}$) und der Verschiebung $b = 9,29^\circ$ ($s_b = 0,01^\circ$) berechnen wir die Winkel $\theta_1 = 13,20^\circ$, $\theta_2 = 13,29^\circ$ und $\theta_3 = 15,27^\circ$ mit jeweils einem Fehler von $s = 0,05^\circ$ (Ablesegenauigkeit als deutlich größter Fehler).

Aus der Vergrößerung des Emissions-Spektrums der Kupfer Anode bestimmen wir die beiden Emissionskanten des Kupfers.

Winkel θ	Abstand d in cm
19°	0,0
20°	5,0
21°	9,3
22°	14,0
23°	18,7
24°	23,0
25°	27,3
x_1	8,0
x_2	18,2

Mit Hilfe der Steigung $a = 0,220^\circ/\text{cm}$ ($s_a = 0,002^\circ/\text{cm}$) und der Verschiebung $b = 18,94^\circ$ ($s_b = 0,03^\circ$) berechnen wir die Winkel $\theta_1 = 20,70^\circ$ und $\theta_2 = 22,95^\circ$. Hier liefert die Ablesegenauigkeit von 1mm nicht den größten Fehler ($s = 0,02^\circ$), sondern die Verschiebung b.

Die Breite des größten Peaks an der halben Maximal-Intensität beträgt $b_{1/2} = 2,8 \text{ cm}$, das entspricht einem Winkel von $\theta_{1/2} = 0,62^\circ$.

Gemäß Gleichung (22) berechnen wir aus den Winkeln, unter denen wir die Kanten beobachten, die Energie der zugehörigen Röntgen-Strahlung.

$$E = \frac{h \cdot c \cdot n}{2 \cdot d \cdot \sin \theta}$$

Die in der Gleichung verwendeten Konstanten können wir angeben mit

$$\begin{aligned} h &= 6,626 \cdot 10^{-34} \text{ Js} \\ c &= 299\,792\,458 \text{ m/s} \\ d &= 2,01 \cdot 10^{-10} \text{ m} \\ n &= 1 \end{aligned}$$

Die Energien, die sich ergeben, sind vom Betrag her so klein, dass wir sie lieber in der Einheit eV (bzw. keV) angeben. Die Umrechnung ist denkbar einfach:

$$1 \text{ eV} = 1,602 \cdot 10^{-19} \text{ J}$$

Wir erhalten die folgende Tabelle.

Material	Winkel	Energie
Brom	13,59°	(13,127 ± 0,047) keV
Gallium	17,68°	(10,156 ± 0,027) keV
Zirkon	10,24°	(17,351 ± 0,084) keV
Gold	13,20°	(13,508 ± 0,050) keV
	13,29°	(13,418 ± 0,050) keV
	15,27°	(11,712 ± 0,038) keV
Kupfer	20,70°	(8,726 ± 0,020) keV
	22,95°	(7,910 ± 0,016) keV

Die größten Fehler lagen bei $\Delta\theta = 0,05^\circ$. Das bedeutet, dass wir die Lage der Linien angeben können mit einer Genauigkeit von höchstens $0,05^\circ$. So liegt z. B. die Energie der Zirkon-Linie zwischen 17,435 keV (für $\theta = 10,24^\circ - 0,05^\circ$) und 17,267 keV (für $\theta = 10,24^\circ + 0,05^\circ$). Diese Linie hat mit $f_E = 0,48\%$ auch den größten relativen Fehler.

11.2 Bestimmung der Abschirmungszahl $\sigma_{1,0}$

Für die Elemente Gallium ($z = 31$), Brom ($z = 35$) und Zirkon ($z = 40$) berechnen wir mit Hilfe von Gleichung (14) die Abschirmungszahlen $\sigma_{1,0}$, wobei wir die Konstante $s_{1,0}$ direkt vernachlässigen.

$$E = R_{\infty} \cdot \left[(z - \sigma_{1,0})^2 + \frac{\alpha^2}{4} \cdot z^4 \right]$$

$$\Rightarrow \sigma_{1,0} = z - \sqrt{\frac{E}{R_{\infty}} - \frac{\alpha^2}{4} \cdot z^4}$$

Die Sommerfeldsche Feinstrukturkonstante ist gegeben durch

$$\alpha = \frac{e_0^2}{2 \cdot h \cdot c \cdot \epsilon_0}$$

Mit den hier neu eingeführten Konstanten

$$R_{\infty} = 13,607 \text{ eV}$$

$$e_0 = 1,602 \cdot 10^{-19} \text{ As}$$

$$\epsilon_0 = 8,854 \cdot 10^{-12} \text{ As} \cdot (\text{Vm})^{-1}$$

und den bereits in Kapitel 11.1 eingeführten erhalten wir die folgende Tabelle

Material	Kernladungszahl	Energie	Abschirmzahl
Gallium	31	$(10,156 \pm 0,027) \text{ keV}$	$3,91 \pm 0,04$
Brom	35	$(13,127 \pm 0,047) \text{ keV}$	$4,26 \pm 0,06$
Zirkon	40	$(17,351 \pm 0,084) \text{ keV}$	$4,77 \pm 0,09$

Hier liegt der größte relative Fehler (der Fehler der Abschirmzahl von Zirkon) bei $f_{\sigma} = 1,9\%$.

11.3 Bestimmung der Abschirmungszahl $s_{2,1}$

Gemäß Gleichung (18) könnten wir die Abschirmungszahl $s_{2,1}$ von Gold ($z=79$) bestimmen. An dieser Stelle wollen wir jedoch eine bessere Näherung verwenden.

$$(z - s_{2,1})^2 = \left(\frac{4}{\alpha} \cdot \sqrt{\frac{\Delta E}{R_\infty}} - \frac{5 \cdot \Delta E}{R_\infty} \right) \cdot \left(1 + \frac{19}{32} \cdot \alpha^2 \cdot \frac{\Delta E}{R_\infty} \right)$$

$$\Rightarrow s_{2,1} = z - \left[\left(\frac{4}{\alpha} \cdot \sqrt{\frac{\Delta E}{R_\infty}} - \frac{5 \cdot \Delta E}{R_\infty} \right) \cdot \left(1 + \frac{19}{32} \cdot \alpha^2 \cdot \frac{\Delta E}{R_\infty} \right) \right]^{1/2}$$

Die Energie-Differenz ΔE ist die zwischen den beiden äußeren Kanten und beträgt hier also

$$\Delta E = (13,508 \pm 0,05) \text{ keV} - (11,712 \pm 0,038) \text{ keV} = (1,796 \pm 0,088) \text{ keV}$$

Wir erhalten somit einen Wert von $s_{2,1} = 3,75 \pm 0,80$. Der Fehler liegt hier im Bereich von $f_s = 21\%$.

11.4 Bestimmung der Abschirmungszahlen für Kupfer

Aus dem Emissions-Spektrum haben wir bereits in Kapitel 11.1 die Energien der beiden Kanten für Kupfer ($z=29$) berechnet als

$$E_{K\alpha} = (7,910 \pm 0,016) \text{ keV}$$

$$E_{K\beta} = (8,726 \pm 0,020) \text{ keV}$$

Aus der Energie $E_{K\beta}$ können wir die Abschirmungszahl σ_1 berechnen gemäß der Gleichung

$$E_{K\beta} = R_\infty \cdot (z - \sigma_1)^2$$

$$\Rightarrow \sigma_1 = z - \sqrt{\frac{E_{K\beta}}{R_\infty}}$$

Das ergibt in diesem Fall einen Wert von $\sigma_1 = 3,68 \pm 0,03$.

σ_2 berechnen wir gemäß der Gleichung

$$E_{K\alpha} = R_\infty \cdot (z - \sigma_1)^2 - \frac{R_\infty}{4} \cdot (z - \sigma_2)^2$$

$$\Rightarrow \sigma_2 = z - \sqrt{4 \cdot \left((z - \sigma_1)^2 - \frac{E_{K\alpha}}{R_\infty} \right)}$$

und erhalten einen Wert von $\sigma_2 = 13,51 \pm 0,19$ (berechnet mit einem ungerundeten Wert für σ_1).

11.5 Bestimmung des energetischen Auflösungsvermögens

Der Peak der $K\beta$ -Linie hat bei der halben Intensität eine Breite von $b_{1/2} = 2,8$ cm, das entspricht einem Winkel von $\theta_{1/2} = 0,62^\circ$. Der Peak selbst liegt bei ca. $\theta = 23^\circ$.

Zwei Signale gelten als aufgelöst, wenn sie sich bei der halben Maximalintensität nicht überschneiden. Das heißt in unserem Fall, dass wir einen Peak bei $\theta_1 = 23^\circ$ und einen zweiten Peak bei $\theta_2 = 23,62^\circ$ auflösen können.

Der Peak bei θ_1 besitzt gemäß Gleichung (22) eine Energie von $E_1 = 7894$ eV, der andere eine Energie $E_2 = 7698$ eV.

Das energetische Auflösungsvermögen der Apparatur liegt in diesem Bereich somit bei $\Delta E = 196$ eV.

Die Ablesegenauigkeit der Peakbreite liegt bei 1mm, das entspricht einem Winkel von $\Delta\theta = 0,02^\circ$. Das entspricht $f_\theta = 3,2\%$ des Wertes. Der Fehler unserer Angabe des Auflösungsvermögens liegt also in einem Bereich von ca. 3%.

Aus der Übersichtsmessung des Emissionsspektrums erkennen wir, dass wir erst ab einem Winkel von $\theta_0 \approx 8^\circ$ Röntgenstrahlung detektieren. Gemäß Gleichung (22) berechnen wir daraus analog zu den Berechnungen in Kapitel 11.1 eine Maximalenergie von $E_{\text{Max}} \approx 22$ keV. Das ist zu erwarten gewesen, da wir die Röhre mit einer Beschleunigungsspannung von ungefähr 22 kV betrieben haben.

Eine genaue Fehlerangabe macht an dieser Stelle wenig Sinn, da wir nicht einmal mit Sicherheit sagen können, an welcher Stelle wir zum ersten Mal Röntgenstrahlung detektiert haben. Auch war die Anzeige der Beschleunigungsspannung nicht genauer ablesbar, sodass wir den Vergleich nicht besser machen können.