

Verwandte Themen

Brems- und charakteristische Röntgenstrahlung, Absorption von Röntgenstrahlung, Bohrsches Atommodell, Energieniveaus, Moseley-Gesetz, Rydberg-Frequenz, Abschirmkonstante, Halbleiterenergiedetektoren, Vielkanalanalysatoren.

Prinzip

Dünne Pulverproben werden mit polychromatischer Röntgenstrahlung durchstrahlt. Die Energieanalyse der durchgelassenen Strahlung erfolgt mit Hilfe eines Halbleiterdetektors und eines nachgeschalteten Vielkanalanalysators. Die Energie der entsprechenden Absorptionskanten wird bestimmt. Aus den resultierenden Moseley-Diagrammen werden Rydbergfrequenz, Abschirmkonstante sowie Hauptquantenzahlen ermittelt.

Material

1 XR 4.0 expert unit, Röntgengerät	09057-99	Probensatz,	
1 XR 4.0 Goniometer	09057-10	1 XR 4.0 Metalle für Röntgenfluoreszenz, 7 Stück	09058-31
1 XR 4.0 Einschub mit W-Röntgenröhre	09057-80	1 XR 4.0 Universal Kristallhalter für Röntgengerät	09058-02
1 Blendentubus d = 1 mm	09057-01	1 Mikrospatellöffel, Stahl, l = 150 mm	33393-00
1 Blendentubus d = 2 mm	09057-02	1 measure software Vielkanalanalysator	14452-61
1 Vielkanalanalysator	13727-99		
1 XR 4.0 XRED Kabel, 50 cm	09058-32		
1 Abgeschirmtes Kabel BNC, l = 750 mm	07542-11		
1 XR 4.0 Röntgenenergiedetektor	09058-30	PC, Windows® XP oder höher	
1 XR 4.0 Chemikaliensatz für Kantenabsorption	09056-04		



Abb. 1: P2546101

Sicherheitshinweis

Während der Arbeit mit den Chemikalien sind geeignete Schutzhandschuhe, eine Schutzbrille und geeignete Kleidung zu tragen. Detaillierte Sicherheitsinformationen entnehmen Sie bitte dem Anhang.

Aufgaben

1. Führen Sie mit Hilfe der charakteristischen Röntgenstrahlung der Kalibrierungsprobe eine Kalibrierung des Halbleiterenergiedetektors durch.
2. Registrieren Sie die Energiespektren der von den Pulverproben durchgelassenen polychromatischen Röntgenstrahlung.
3. Bestimmen Sie die Energie der entsprechenden K- und L-Absorptionskanten.
4. Ermitteln Sie aus den resultierenden Moseley-Diagrammen jeweils die Rydbergfrequenz, die Abschirmkonstanten, sowie die entsprechenden Hauptquantenzahlen.

Versuchsaufbau

- Adapterring auf den Eintrittstubus des Energiedetektors schrauben.
- Signal- und Versorgungskabel mit den Winkelsteckern an die entsprechenden Buchsen des Detektors anschließen.
- Signal- und Versorgungskabel an die entsprechenden Anschlüsse im Experimentierraum anschließen. In Abb. 2 ist der Anschluss für das Signalkabel rot gekennzeichnet, der für das Versorgungskabel grün. Entsprechend außen die X-RED Anschlüsse des Röntgengeräts (Siehe Abb. 3) mit dem Vielkanalanalysators (VKA) verbinden. Verbinden Sie das Signalkabel mit der Buchse „Input“ und das Versorgungskabel mit der Buchse „X-Ray Energy Det.“ des VKA verbinden.
- Energiedetektor in der Halterung des Schwenkarmes des Goniometers befestigen (Abb. 4). Beide Kabel sind mit ausreichender Länge so zu führen, dass eine ungehemmte

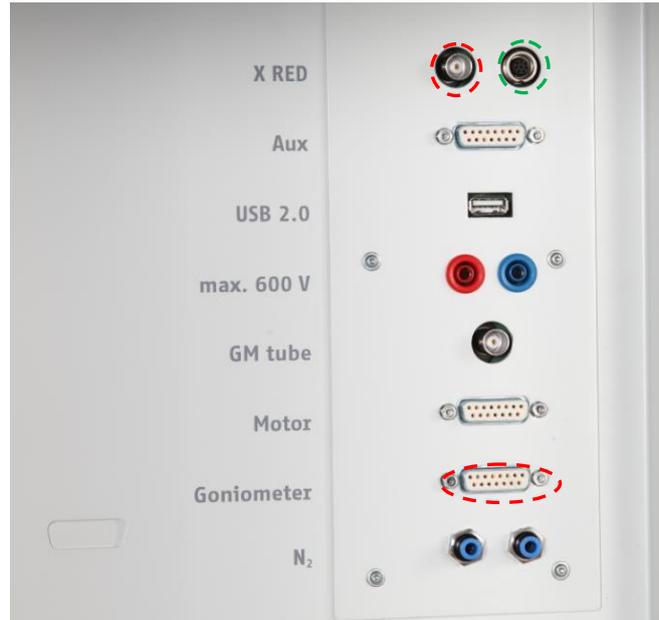


Abb. 2: Anschlüsse im Experimentierraum



Abb. 3: Anschluss des VKA

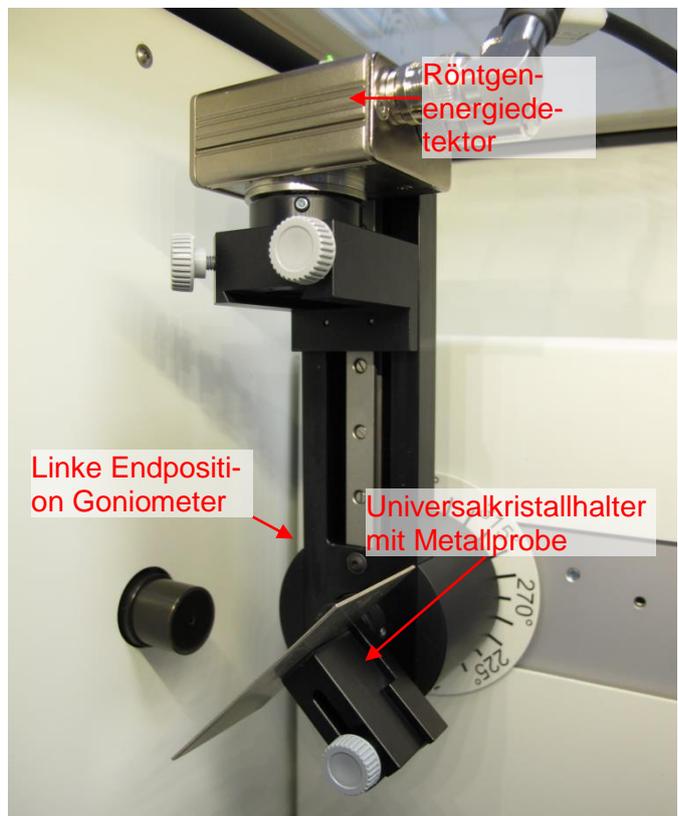


Abb. 4: Versuchsaufbau am Goniometer

Drehung des Goniometers über den gesamten Schwenkbereich gewährleistet ist.

- Verbindung zwischen VKA und Rechner mit Hilfe des USB-Kabels herstellen.

Kalibrierung

(wenn nicht auf eine bereits vorliegende Kalibrierung zurückgegriffen werden kann).

- Goniometerblock und Detektor werden jeweils in ihre linken Endpositionen gebracht,
- Tubus mit 1-mm-Lochdurchmesser in den Austrittstubus der Röntgenröhre einsetzen,
- Fe- und Zn-Probe mittig mit ihrer Stoßkante auf dem Universalprobenhalter befestigen, Probenhalter einsetzen und mit 2:1 Kopplung auf 45° drehen (Detektor steht dann bei 90°).
- Betriebsdaten der Kupferröntgenröhre: Anodenspannung $U_a = 35$ kV und Anodenstrom $i_a = 1$ mA wählen und jeweils mit „ENTER“ bestätigen.
- Bei ordnungsgemäß verschlossener Schiebetür des Röntgengerätes diese mit roter Sicherheitstaste verriegeln. Dann Sicherheitstaste drücken (elektronische Verriegelung aufheben). Abschließend Taste „HV-ON“ betätigen. Die Röntgenröhre sollte nun emittieren (leuchten),
- Im MEASURE-Programm unter „Messgerät“ VKA-auswählen. Dann „Einstellungen und Kalibrieren“ wählen. Nach Anklicken der Schaltfläche „Kalibrieren“ kann nun ein Spektrum gemessen werden. Die Zählrate sollte dabei ca. 300 Imp./s betragen. Einstellungen zur Energiekalibrierung: - 3-Punkt Kalibrierung, - Einheit = keV, Verstärkungsfaktor = 2, - der Offset ist so zu wählen, dass niederenergetische Rauschsignale unterdrückt werden (in der Regel genügt ein Offset von einigen %), - Intervallbreite = 1,
- Messdauer ca. 5 Minuten, dazu Timer des Röntgengerätes benutzen,
- Die drei farbigen Kalibrierlinien werden jeweils mit den Linienmitten der drei charakteristischen Röntgenlinien zur Deckung gebracht. Die zugehörigen Energiewerte Fe- $(K_\alpha) = 6,40$ keV, Zn- $(K_\alpha) = 8,64$ keV und Zn- $(K_\beta) = 9,57$ keV werden farbenrichtig in die zugehörigen Felder eingetragen. Die Kalibrierung bezeichnen und speichern.

Abb. 5 zeigt das ungeglättete Kalibrierspektrum.

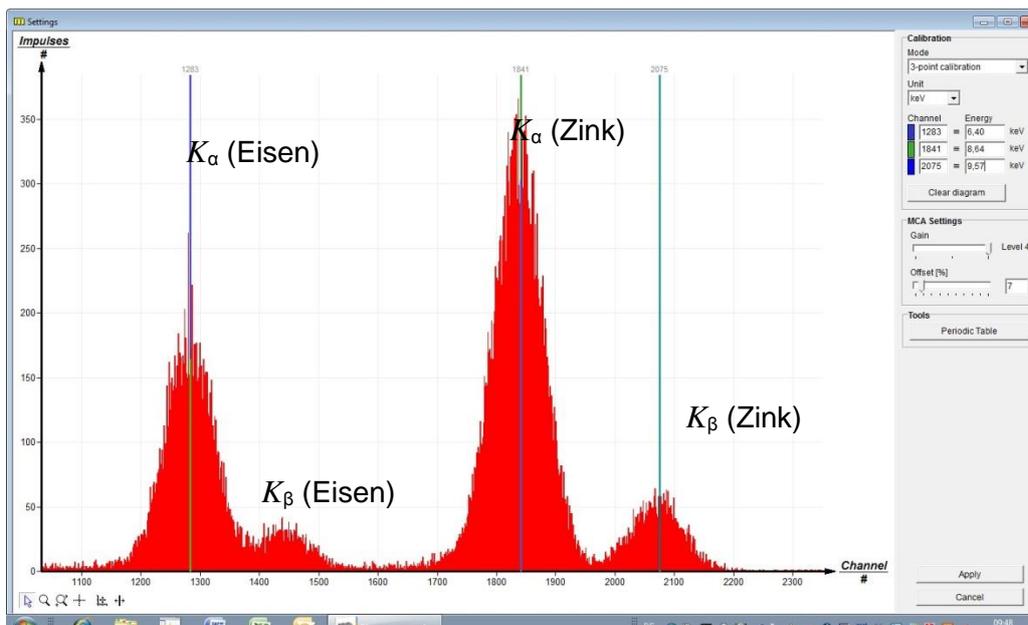


Fig. 5: Kalibrierspektrum

Probenpräparation

Zur deutlichen Ausprägung von Absorptionskanten ist die Dicke der durchstrahlten Pulverproben von entscheidender Bedeutung. Ist die Probendicke zu gering, so ist der Kanteneffekt nicht erkennbar. Andererseits absorbieren zu dicke Proben die gesamte Primärstrahlintensität. Deshalb empfiehlt sich zur Herstellung geeigneter Proben mit Dicken von (0,2-0,4) mm folgendes Verfahren:

Man locht mit einem Bürolocher Papier geeigneter Dicke (ca. 3 Lagen von zusammengeklebtem, normalem Schreib- oder Druckerpapier) und verschließt auf einer Papierseite das Loch mit Tesafilm (Abb. 6a). In den auf diese Weise hergestellten kleinen „Topf“ wird nun mit einem Spatel das Probenpulver eingefüllt und glattgestrichen (Abb. 6 b und c). Die Füllung verschließt man wieder mit einem Tesastreifen. Abschließend befestigt man den zurechtgeschnittenen Streifen wieder mit Tesafilm auf dem Blendentubus mit 1-mm-Lochdurchmesser (Abb. 6d).



Abb. 6a-cd: Probenpräparation. a: gelochtes Papier (3 Lagen) mit Klebefolie; b: Aufbringen des Pulvers, c: Glattstreichen, d: auf der entsprechenden Blende montieren

Spektrenaufnahme

- Goniometerblock und Detektor (0° -Stellung) befinden sich jeweils wieder in ihren rechten Endpositionen
- Anodenspannung $U_a = 35$ kV, Anodenstrom so einstellen, dass die Zählrate ≤ 300 Imp./s beträgt.
- Messdauer 3-5 Minuten (Timer des Röntgengerätes benutzen).

Auswertung der Messkurven

Zur Bestimmung der Kantenenergie geht man von der Balkenzur Kurvendarstellung über.

- dazu „Darstellungsoptionen“, anschließend „Interpolation und Geraden“ anklicken,
- anschließend Kurve mittelstark glätten „“
- Dehnung des betreffenden Kantenbereichs mit Hilfe der Zoomfunktion ,
- mit Hilfe der Funktion „Vermessen “ die Extrema I_{\max} und I_{\min} der Kantenintensität bestimmen,
- auf der Messkurve den zur Intensitätsmitte der Kante zugehörigen Energiewert suchen (siehe Abb. 7).

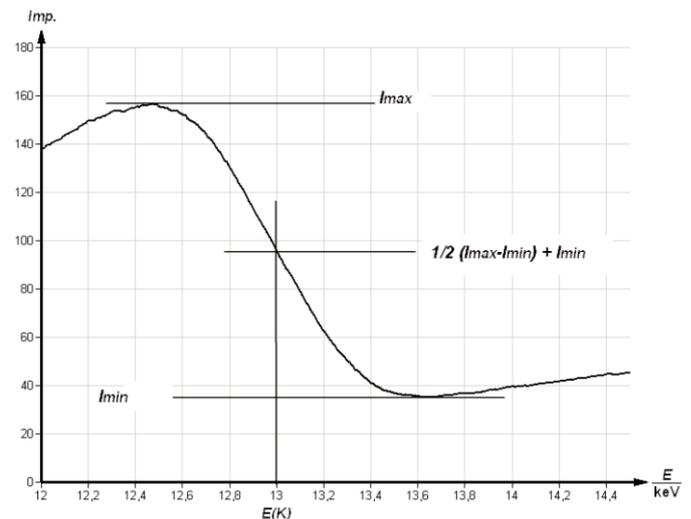


Abb. 7: Lagebestimmung von Absorptionskanten

Theorie und Auswertung

Wechselwirken Röntgenstrahlen mit Materie, so verlieren sie Energie durch Comptonstreuung, Paarbildung oder Photoeffekt. In dem hier zur Verfügung stehenden Energiebereich kommt im Wesentlichen der Photoeffekt in Betracht.

Abb. 8 zeigt schematisch den Verlauf der Transmission T als Funktion der Strahlungsenergie E . Bei bestimmten Energien steigt die Absorption (Abnahme der Transmission) sprunghaft an. Hier reicht die Energie der Röntgenquanten gerade aus, um Elektronen aus bestimmten Energieniveaus der Absorberatome zu entfernen. Somit können durch Messungen von Absorptionskanten in Röntgenspektren die Energieniveaus der inneren Atomschalen bestimmt werden.

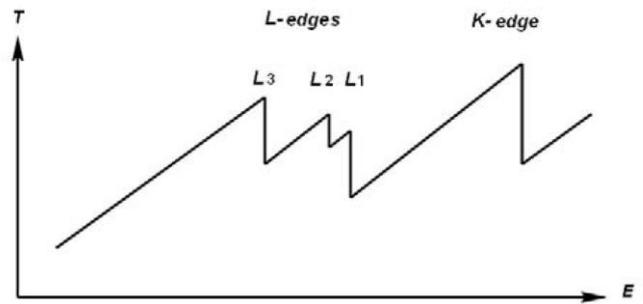


Abb. 8: Schematischer Verlauf der Transmission T als Funktion der Quantenenergie E im Bereich von Absorptionskanten.

Die Bindungsenergie E_n eines Elektrons auf der n -ten Schale eines Atoms ist unter Vernachlässigung von relativistischen und Spin-Bahn-Kopplungseffekten näherungsweise durch das Bohrsche Atommodell gegeben:

$$E_n = -\frac{m_e e^4}{8\epsilon_0^2 h^2} (Z - \sigma)^2 \frac{1}{n^2} \quad (1)$$

Elektronenmasse	m_e	=	$9,109 \cdot 10^{-31}$ kg
Elementarladung	e	=	$1,602 \cdot 10^{-19}$ C
Planck Konstante	h	=	$6,626 \cdot 10^{-34}$ Js
Dielektrizitätskonstante	ϵ_0	=	$8,854 \cdot 10^{-12}$ N ⁻¹ m ⁻² C ²
Ordnungszahl	Z		
Abschirmkonstante	σ		
Hauptquantenzahl	n		

Mit Einführung der Rydbergfrequenz

$$R = \frac{m_e e^4}{8\epsilon_0^2 h^3} = 3,29 \cdot 10^{15} \text{ s}^{-1}$$

folgt aus (1)

$$E_n = -R \cdot h (Z - \sigma)^2 \frac{1}{n^2} \quad (2)$$

Die Funktion $\sqrt{E} = f(Z)$ liefert ein sog. Moseley-Diagramm, aus dem wahlweise R , n oder σ bestimmt werden kann.

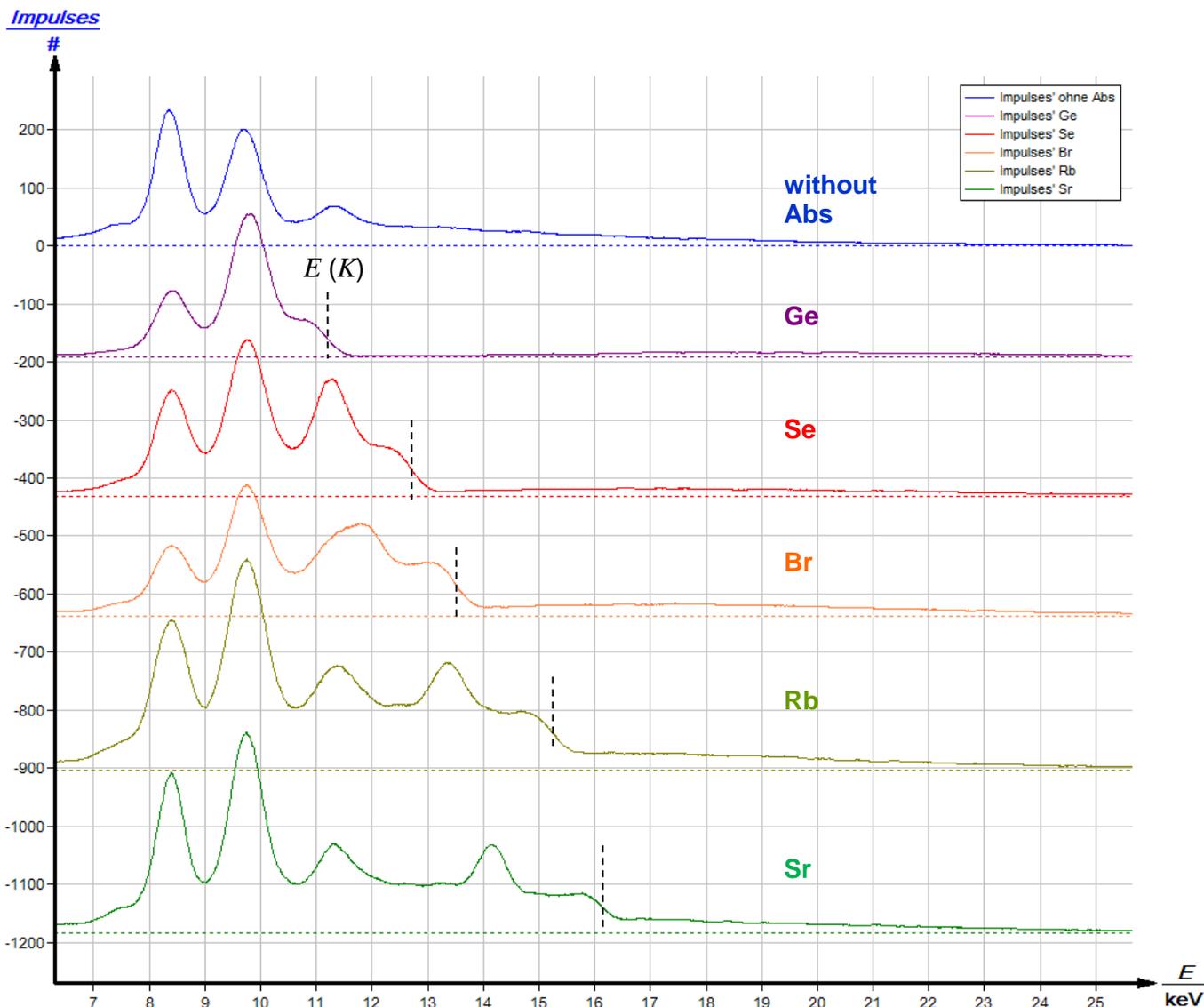


Abb. 9: Röntgenspektren mit K-Absorptionskanten (Abb. oben ohne Absorber)

Auswertung der K-Kantenabsorption

Abb. 9 zeigt für verschiedene Elemente Röntgenspektren mit K-Absorptionskanten.

In der Spalte C der Tabelle 1 sind die aus den Spektren bestimmten Energiewerte der K-Kanten angegeben. Die Spalte E enthält die entsprechenden Literaturwerte (aus „Handbook of Chemistry and Physics“- CRC-Press, Inc. USA).

Abb. 10 zeigt das zugehörige Moseley-Diagramm mit einer Ausgleichsgeraden der Steigung

$$3,6\sqrt{eV} = \frac{1}{n}\sqrt{Rh} \quad (3)$$

Mit $n = 1$ und $1 \text{ eV} = 1,602 \cdot 10^{-19} \text{ J}$ erhält man aus (3) für die Rydbergfrequenz: $R = 3,13 \cdot 10^{15} \text{ s}^{-1}$.

In der Spalte D der Tabelle 1 sind die mit Hilfe von (2) berechneten Werte der Abschirmkonstanten σ eingetragen. Nach dem Bohrschen Atommodell sollte allerdings für die K-Schale $\sigma = 1$ betragen, denn

die Schwächung des Kernfeldes wird nur von einem am Ionisierungsprozess unbeteiligten 1s -Elektron bewirkt. Ein Abschirmungswert von $\sigma \approx 2,7$ verdeutlicht die eingeschränkte Gültigkeit des Bohrschen Atommodells. Detailliertere Berechnungen (Hartree) zeigen, dass auch Elektronen höherer Schalen (z.B. das 3p-Elektron) in der radialen Ladungsdichteverteilung in Kernnähe Nebenmaxima haben.

Tabelle 1: K-Kantenabsorption

A	B	C	D	E
Element	Z	$E(K)$ exp. / keV	σ	$E(K)$ lit. / keV
Ge	32	11,09	2,67	11,103
As	33	11,82	2,73	11,867
Se	34	12,62	2,72	12,658
Br	35	13,44	2,72	13,474
Rb	37	15,13	2,75	15,200
Sr	38	16,04	2,74	16,105

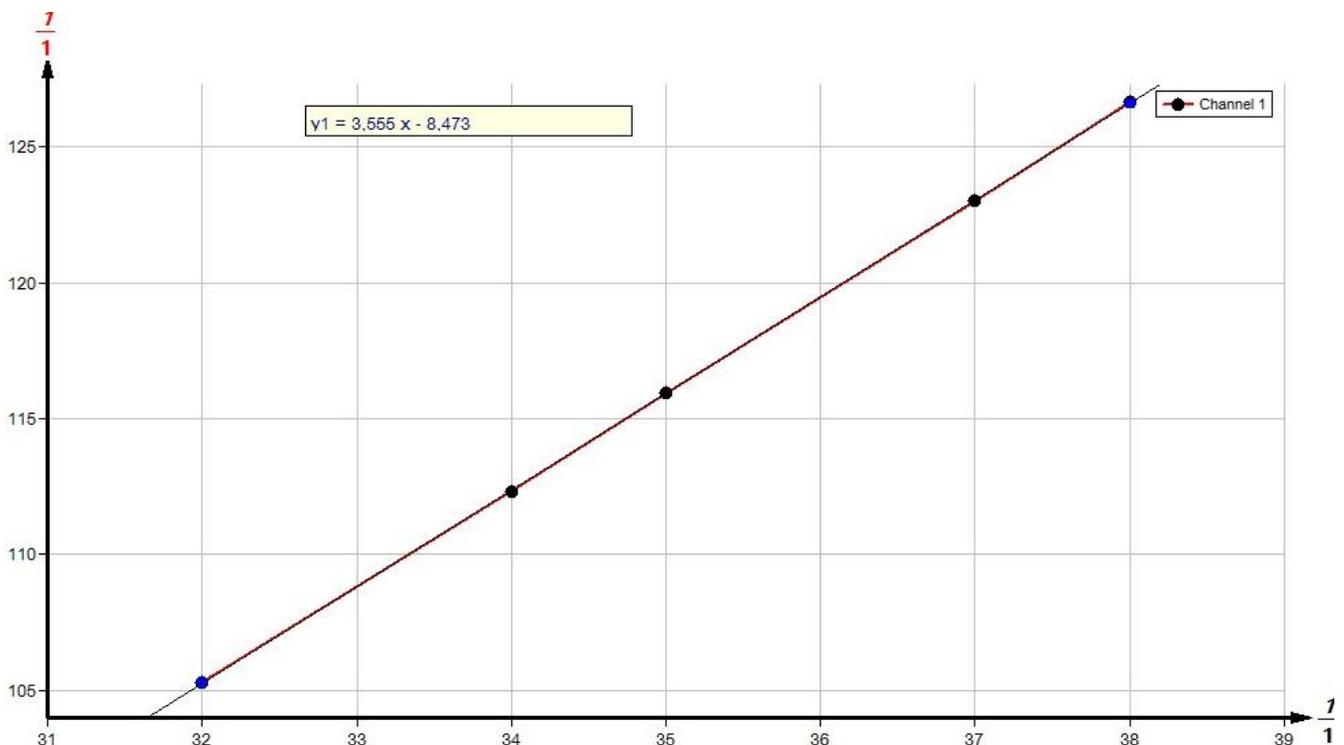


Abb. 10: Moseley-Diagramm für K-Kantenabsorption

Auswertung der L-Kantenabsorption

In Abb. 11 sind Röntgenspektren mit L-Absorptionskanten dargestellt. Eine L_1 -Kante kann hier wegen zu geringer Intensität nicht nachgewiesen werden.

In der Tabelle 2 sind die aus den Spektren bestimmten Energiewerte der L-Kanten in den Spalten C und D angegeben. Zum Vergleich zeigen die Spalten E–G die entsprechenden Literaturwerte.

Abb. 12 enthält die entsprechenden Moseley-Diagramme, aus deren Steigungen die Hauptquantenzahl n bestimmt wird.

$$L_1: 1,9\sqrt{eV} = \frac{1}{n}\sqrt{Rh} \quad \text{mit } Rh = 13,6 \text{ eV } (E_k \text{ des Wasserstoffatoms) ergibt sich:}$$

$$n = 1,94 \approx 2; \text{ entsprechend liefert die Gerade für } L_2: n = 2,16 \approx 2.$$

Tabelle 2: L-Kantenabsorption

A	B	C	D	E	F	G
Element	Z	$E(L_2)$ exp. / keV	$E(L_3)$ exp. / keV	$E(L_1)$ lit. / keV	$E(L_2)$ lit. / keV	$E(L_3)$ lit. / keV
W	74	11,76	10,15	12,100	11,544	10,207
Hg	80	14,34	12,30	14,839	14,209	12,284
Pb	82	15,33	13,00	15,861	15,200	13,035
Bi	83	15,70	13,37	16,388	15,711	13,419

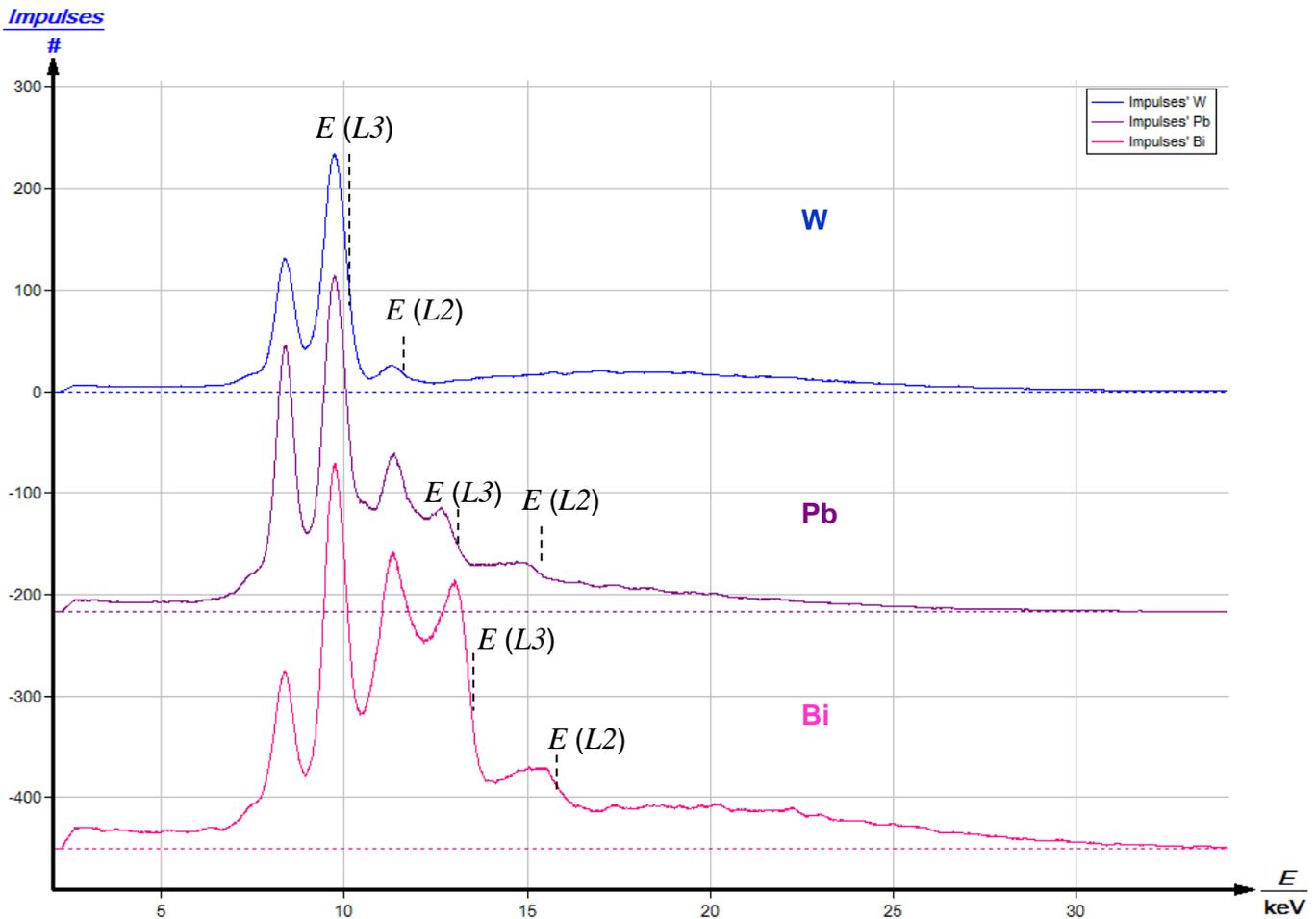


Abb. 11: Röntgenspektren mit L-Absorptionskanten

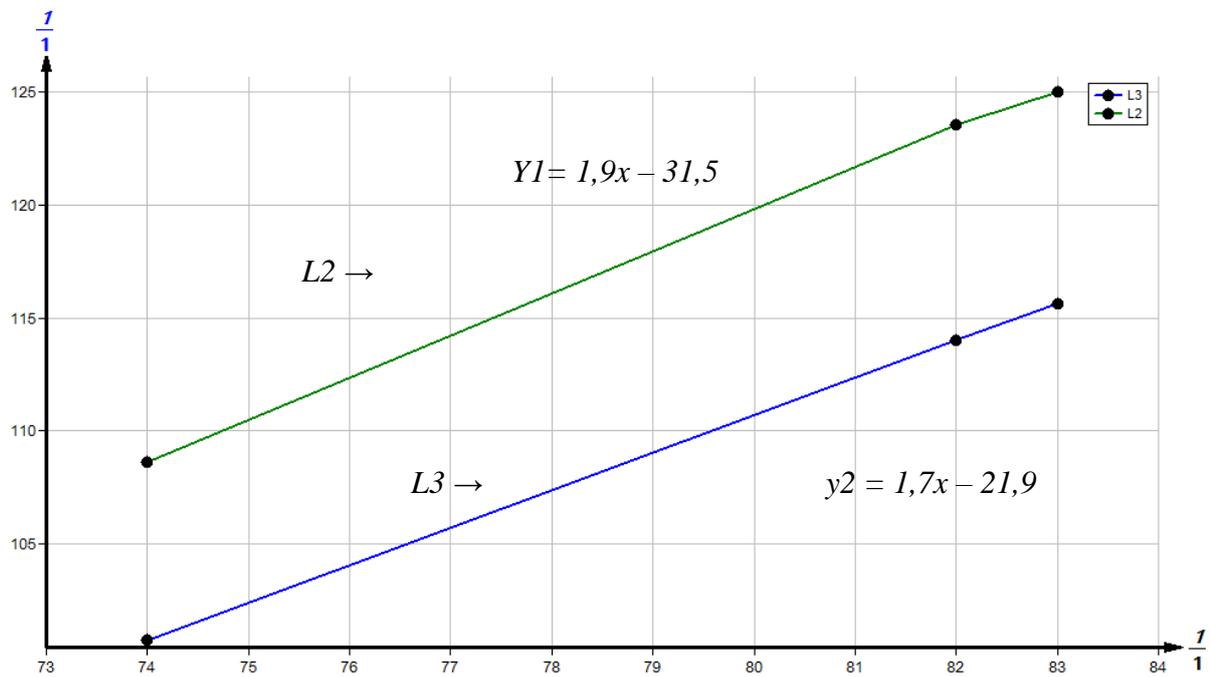


Abb. 12: Moseley-Diagramm für L-Kantenabsorption

Entsorgung

Schwermetallhaltige Abfälle nicht in den Hausmüll entsorgen.

Anhang

Gefahrensymbol und Signalwort	H-Sätze: Gefährdungen	P-Sätze: Sicherheitshinweise
Rubidiumchlorid (RbCl)		
-	--	-
Germanium(IV)oxid (GeO₂)		
	H302: Gesundheitsschädlich bei Verschlucken. H332: Gesundheitsschädlich bei Einatmen	-
Zink		
-	-	-
Selen		
Danger 	H301: Giftig bei Verschlucken. H331: Giftig bei Einatmen. H373: Kann die Organe schädigen bei längerer oder wiederholter Exposition. H413: Kann für Wasserorganismen schädlich sein, mit langfristiger Wirkung	-
Kaliumbromid (KBr)		
	H315: Verursacht Hautreizungen H319: Verursacht schwere Augenreizung. H335: Kann die Atemwege reizen.	P261: Einatmen von Staub / Rauch / Gas / Nebel / Dampf / Aerosol vermeiden. P305 + P351 + P338: Bei Kontakt mit den Augen: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser ausspülen. Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter ausspülen.
Strontiumsulfat (SrSO₄)		
-	-	-
Blei(IV)oxid (PbO₂)		
Danger	H272: Kann Brand verstärken; Oxidationsmittel. H302: Gesundheitsschädlich bei Verschlucken.	P201: Vor Gebrauch besondere Anweisungen einholen. P220: Von Kleidung /.../ brennbaren Materialien fernhal-



H332: Gesundheitsschädlich bei Einatmen.
H360: Kann die Fruchtbarkeit beeinträchtigen oder das Kind im Mutterleib schädigen.
H373: Kann die Organe schädigen bei längerer oder wiederholter Exposition.
H410: Sehr giftig für Wasserorganismen mit langfristiger Wirkung.

ten/entfernt aufbewahren.
P273: Freisetzung in die Umwelt vermeiden.
P308 + P313: Bei Exposition oder falls betroffen: Ärztlichen Rat einholen / ärztliche Hilfe hinzuziehen.
P501: Inhalt / Behälter ... zuführen.

Wolfram(IV)oxid (WO₂)



Warning

H335: Kann die Atemwege reizen.

-

Bismut(III)oxid (Bi₂O₃)



Warning

H315: Verursacht Hautreizungen.
H319: Verursacht schwere Augenreizung.
H335: Kann die Atemwege reizen.

P261: Einatmen von Staub / Rauch / Gas / Nebel / Dampf / Aerosol vermeiden.
P305 + P351 + P338: Einige Minuten lang behutsam mit Wasser ausspülen. Bei Kontakt mit den Augen: Eventuell vorhandene Kontaktlinsen nach Möglichkeit entfernen. Weiter ausspülen.

