

Versuchsbericht
P428 Röntgenstrahlung und Materialanalyse

Gabriel Remiszewski und Christian Fischer

durchgeführt am 15/16.11.2023

Inhaltsverzeichnis

1 Einleitung	1
2 Bedienung des Rastertunnelmikroskops	2
3 Laue-Aufnahme	4
3.1 Aufbau	4
3.2 Messung	5
3.3 Auswertung	5
4 Fazit	11
Literaturverzeichnis	12

1. Einleitung

2. Bedienung des Rastertunnelmikroskops

Tabelle 1: gemessene Energie und Höhe der charakteristischen Linien verschiedener Metalle

Metall	Energie E/keV	Höhe in Detektionen
FeZn	6,4(7)	10 700(600)
	6,8(8)	4300(300)
	8,7(9)	1430(80)
	9,7(9)	200(300)
Ag1	3,5(6)	223(9)
	8,2(8)	72(17)
	9,2(9)	33(7)
	22,2(17)	240(14)
	24,9(19)	26(3)
Au	8,5(8)	248(14)
	10,0(9)	1170(90)
	12(1)	640(40)
	13,7(12)	53(7)
Cu	8,2(8)	7900(400)
	9,0(9)	1080(80)
In	3,8(6)	351(13)
	8,3(8)	206(19)
	9,1(9)	43(14)
	24,1(19)	99(7)
	27(3)	11,8(17)
Fe	6,4(7)	13 600(1200)
	6,8(8)	5200(600)
	9,9(9)	370(170)
Mo	17,7(14)	1050(60)
	19,8(16)	149(9)
Ni	6,5(7)	310(30)
	7,5(8)	6500(600)
	7,9(8)	4720(160)
Pb	8,2(8)	320(30)
	9,2(9)	134(16)
	11(1)	1210(80)
	12,9(11)	700(30)
	15,1(13)	57(5)
Sn	4,0(6)	640(30)
	8,3(8)	160(30)
	9,0(9)	29(8)
	25,1(19)	58(4)
Titan	4,9(7)	8400(1200)
W	5,7(7)	50(10)
	7,6(8)	80(30)
	8,6(9)	1530(50)
	10,0(9)	1050(50)
	12(1)	101(7)
Zn	8,8(9)	7200(500)
	9,7(9)	990(90)
Zr	12(1)	56(11)
	16,0(13)	1690(70)
	17,9(14)	230(30)

Tabelle 2: Energien der charakteristischen Linien von Unbekannt1

Energie E/keV	Höhe in Detektionen
5,5(7)	2800(400)
6,5(7)	8000(1000)
6,7(8)	3800(300)

Tabelle 3: Energien der charakteristischen Linien von Unbekannt2

Energie E/keV	Höhe in Detektionen
8,1(8)	4320(140)
8,7(9)	3530(80)

Tabelle 4: Energien der charakteristischen Linien von Unbekannt3

Energie E/keV	Höhe in Detektionen
8,1(8)	4500(400)
8,7(9)	2700(300)

Tabelle 5: Energien der charakteristischen Linien von Unbekannt4

Energie E/keV	Höhe in Detektionen
5,7(7)	520(80)
5,2(7)	200(70)
7,1(8)	4600(400)
7,8(8)	710(170)

3. Laue-Aufnahme

In diesem Versuchsteil wird die Symmetrie und Gitterstruktur eines NaCl-Kristalls mithilfe des Laue-Verfahrens untersucht. Dabei wird der zu untersuchende Kristall mit Röntgenstrahlung bestrahlt. Hinter dem Kristall ist ein Röntgenfilm platziert, auf dem die durch den Kristall laufende Röntgenstrahlung nachgewiesen werden kann. Mithilfe des auf dem Röntgenfilm entstehenden Musters können dann einige Eigenschaften des verwendeten Kristalls untersucht werden.

3.1. Aufbau

Zur Durchführung dieses Versuchsteils wird der zu Verfügung stehende NaCl-Kristall verwendet. Die Röntgenstrahlung wird mit einer Molybdän-Röntgenröhre erzeugt. Der Versuchsaufbau zur Laue-Aufnahme ist in Abb. 1 dargestellt.

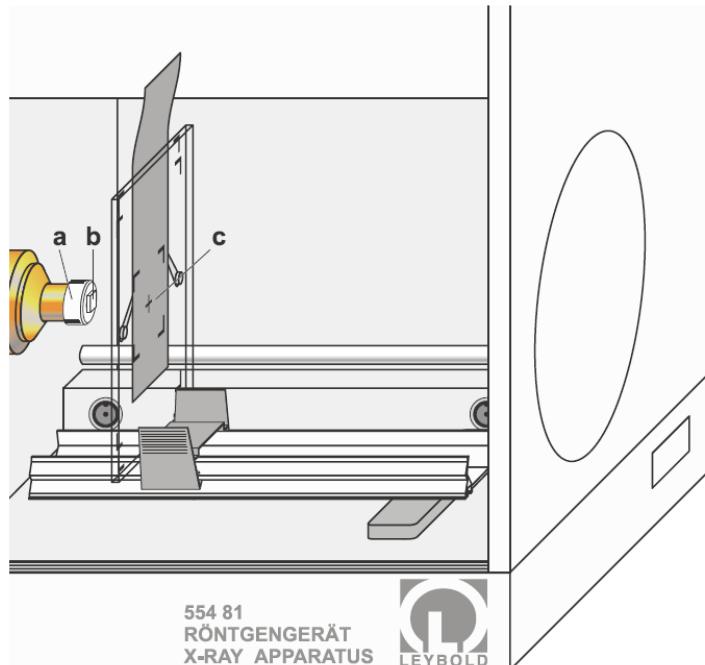


Abbildung 1: Versuchsaufbau der Laue-Aufnahme zur Untersuchung eines NaCl-Kristalls [1].

Zunächst wird die Molybdän-Röntgenröhre zur Erzeugung der benötigten Röntgenstrahlung eingesetzt. Aus dem Vollschutzröntgengerät werden Targethalter und Sensorarm entfernt, sodass eine Experimentierschiene mittig vor die Kollimatoraufnahme platziert werden kann. In die Kollimatoraufnahme wird der Kollimator mit 1 mm Spaltbreite eingesetzt. Der verwendete NaCl-Kristall ist bereits auf einer Lochblende befestigt, welche deshalb sofort auf den Kollimator aufgesetzt werden kann. Für die Laue-Aufnahme wird ein *AGFA Dentus M2 Comfort* Röntgenfilm verwendet, welcher möglichst mittig auf der markierten Fläche des Filmhalters festgeklemmt wird. Dabei muss darauf geachtet werden, dass der Film möglichst plan über seine gesamte Fläche aufliegt. Außerdem muss die weiße Seite des Films zur Röntgenröhre zeigen. Anschließend wird der Filmhalter auf der Experimentierschiene platziert und verschoben, sodass zwischen NaCl-Kristall und Film ein Abstand von 15(2) mm (hier gibt es eine relativ große Unsicherheit, da die Einstellung nicht allzu exakt vorgenommen werden konnte) eingestellt wird.

An dem Vollschutzröntgengerät wird eine Röhrenhochspannung von $U = 35,0 \text{ kV}$ und ein Emissionstrom von $I = 1,0 \text{ mA}$ eingestellt. Die Winkeländerung des Goniometers wird auf $\Delta\beta = 0,0^\circ$ eingestellt. Schließlich wird die Messzeit auf $\Delta t = 1800 \text{ s}$ eingestellt.

3.2. Messung

Mithilfe des Tasters SCAN auf dem Vollschutrzröntgengerät kann die Belichtungsuhru gestartet werden. Nach Ablauf der Belichtungszeit wird der Röntgenfilm entnommen und kann dann mithilfe der beiliegenden Entwicklungsausrüstung entwickelt werden. Der lichtdicht in eine Kunststoffhülle eingeschweißte Röntgenfilm kann nun in einer Tageslicht-Entwicklerdose entwickelt werden. Das Öffnen der Kunststoffhülle und Einlegen des Röntgenfilms in die Tageslicht-Entwicklerdose erfolgt in einem lichtdichten Wechselsack. Die gesamte Entwicklung wird nun exakt wie in der beigelegten Gebrauchsanweisung durchgeführt, welche in [2] hinterlegt ist.

Der fertig entwickelte Röntgenfilm kann dann eingescannt (schwarz-weiß) werden, was zur weiteren Auswertung dient. Die beiden eingescannten Seiten des Röntgenfilms sind in Abb. 2 dargestellt. Es ist zu erkennen, dass sich auf dem fertig entwickelten Röntgenfilm ein relativ großer Fleck befindet, dessen Auftreten später diskutiert wird. Allerdings wird für die Auswertung nur die Seite des Röntgenfilms verwendet, bei der die Reflexe (kleine schwarze Flecken) trotz des Flecks bestmöglich erkannt werden können (siehe Abb. 2, links).

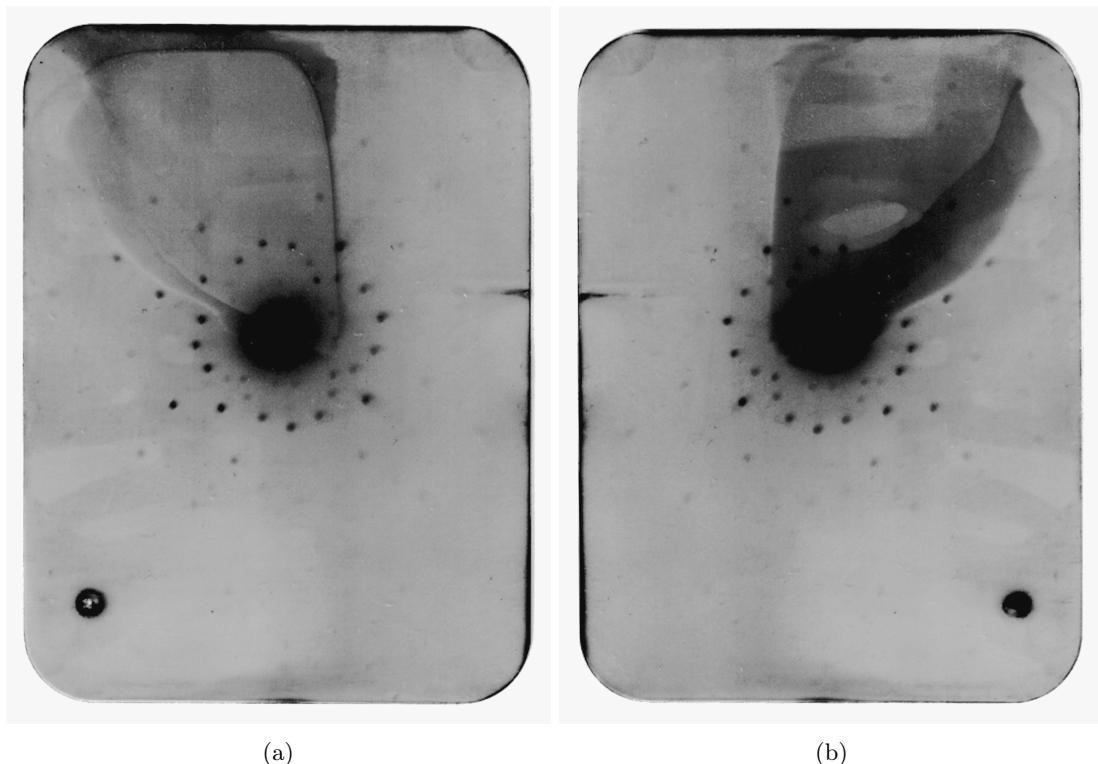


Abbildung 2: Entwickelter Röntgenfilm zur weiteren Auswertung.

Abschließend werden noch die Abmessungen des Röntgenfilms bestimmt, da dies für die Auswertung benötigt wird. Der Röntgenfilm ist 57(1) mm breit und 76(1) mm hoch.

3.3. Auswertung

Bevor der fertig entwickelte Röntgenfilm systematisch analysiert wird, werden einige Beobachtungen diskutiert, welche in Abb. 2 festgestellt werden können. Zunächst ist auf dem Röntgenfilm ein großer Fleck zu erkennen. Auf der einen Seite des Röntgenfilms ist dieser Fleck sogar so intensiv, dass einige der Reflexe nicht mehr erkannt werden können. Glücklicherweise ist dieser Fleck auf der anderen Seite des Röntgenfilms etwas weniger intensiv, sodass hier alle wichtigen Reflexe erkannt werden können. Das Zustandekommen des Flecks lässt sich nicht eindeutig begründen, allerdings besteht die Vermutung, dass der Röntgenfilm bei der Entwicklung nicht optimal in der Tageslicht-Entwicklerdose befestigt war, sodass die Entwickler- und Fixier-Lösung (siehe [2]) nicht den gesamten Röntgenfilm getroffen hat. Eventuell wurde bei der Entwicklung auch das Schwenken der Tageslicht-Entwicklerdose zu sanft gehandhabt, weshalb nicht der gesamte Film gleichmäßig von der Entwickler- und Fixier-Lösung getroffen wurde. Ein

weiterer möglicher Grund für das Entstehen des Flecks ist, dass etwas Licht im Experimentierraum auf den Röntgenfilm getroffen ist, bevor dieser fertig entwickelt war. Dies ist jedoch unwahrscheinlich, da das Entfernen des Röntgenfilms aus der Kunststoffhülle und das Einbringen in die Tageslicht-Entwicklerdose mit größter Vorsicht und nach Anleitung vorgenommen wurde.

Außerdem ist in Abb. 2 zu erkennen, dass viele der Reflexe leicht verschmiert sind. Die Reflexe sind die beobachteten dunklen Stellen, welche durch das Auftreffen von Röntgenstrahlung auf den Röntgenfilm verursacht werden. Auch für das Verschmieren der Reflexe können die Ursachen vielfältig sein, wie z.B. dass der Abstand zwischen Röntgenfilm und NaCl-Kristall nicht optimal eingestellt war. Hier war eine exakte Einstellung schwierig, da der verwendete Längen-Maßstab nicht passend zwischen Röntgenfilm und NaCl-Kristall gehalten werden konnte. Um diese Fehlerquelle bei der Auswertung zu berücksichtigen, wird die Unsicherheit für den gemessenen Abstand $L = 15 \text{ mm}$ grob auf $\Delta L = 2 \text{ mm}$ abgeschätzt. Außerdem ist es möglich, dass der untersuchte NaCl-Kristall mittlerweile einige Verunreinigungen aufweist, wobei dies nur eine Vermutung ist, die nicht anderweitig nachgewiesen werden kann.

Zudem fällt auf, dass das entstandene Bild auf dem Röntgenfilm leicht gewölbt ist. Der größte Beitrag dafür kann darauf zurückgeführt werden, dass der Röntgenfilm nicht über seine gesamte Fläche plan auf der markierten Fläche des Filmhalters auflag. Schließlich ist auch zu erkennen, dass die Symmetrieachsen des entstandenen Reflex-Musters nicht mit den Spiegelachsen des Röntgenfilms zusammenfallen. Diese Drehung kommt wahrscheinlich dadurch zustande, dass die Lochblende mit dem aufgesetzten NaCl-Kristall nicht so gedreht wurde, dass die Außenkanten des Kristalls möglichst genau horizontal bzw. vertikal verlaufen. Beide diese Fehler hätten durch eine präzisere Justierung leicht vermieden werden können. Jedoch spielt dies für die weitere Auswertung nur eine untergeordnete Rolle, da sich die Reflexe dennoch gut auswerten lassen.

Das Ziel ist nun die Zuordnung der für die Streuung verursachenden Netzebenenschar zu einem auf dem Röntgenfilm beobachteten Reflex. Ein Großteil der Röntgenstrahlung durchläuft den NaCl-Kristall ohne Streuung, wodurch der mittige große schwarze Fleck auf dem Röntgenfilm verursacht wird. Zudem wird ein Teil der Röntgenstrahlung an den Gitterebenen des NaCl-Kristalls gestreut. In eine bestimmte Richtung kommt es nur dann zu konstruktiver Interferenz der an einer Netzebenenschar reflektierten Röntgenstrahlung, wenn die Laue-Bedingung erfüllt ist, also die Änderung des Wellenvektors einem reziproken Gittervektor entspricht. Dies führt dann zu einem Reflex auf dem Röntgenfilm. Weitere Informationen zu der Laue-Bedingung sind in [3] zu finden.

Die Symmetrie des Musters in Abb. 2 lässt sich auf die kubische Symmetrie der Elementarzellen des NaCl-Kristalls zurückführen (siehe Abb. 3).

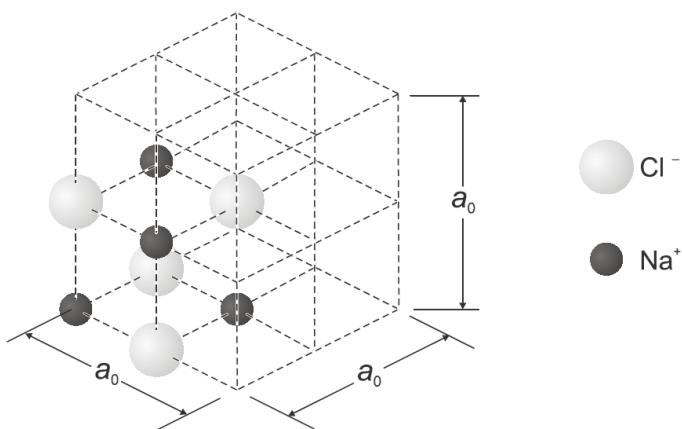


Abbildung 3: Elementarzelle des NaCl-Kristalls [1].

Um nun einem auf dem Röntgenfilm beobachteten Reflex die für die Streuung verantwortliche Netzebenenschar zuzuordnen, wird das Koordinatensystem wie in Abb. 4 gewählt. Eine Netzebenenschar setzt sich aus zueinander parallel liegenden Netzebenen im Kristall zusammen, die den Netzebenenabstand d_{hkl} voneinander haben. Die Orientierung einer solchen Netzebenenschar wird durch die Millerschen Indizes (hkl) beschrieben, da der Vektor (h, k, l) , welcher durch die Millerschen Indizes gebildet wird, als Normalenvektor senkrecht auf der Netzebenenschar steht.

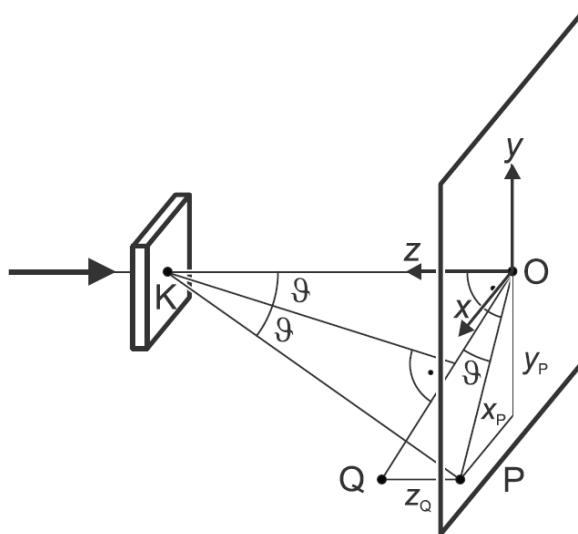


Abbildung 4: Geometrische Beschreibung eines im Punkt K des Kristalls gebeugten Röntgenstrahls, der die Filmebene im Punkt P durchdringt [1].

In Abb. 4 wird das Koordinatensystem so gewählt, dass sein Ursprung dem Aufpunkt des einfallenden Röntgenstrahls auf dem Röntgenfilm entspricht. Der Röntgenfilm steht senkrecht zum Strahl, d.h. er liegt in der x - y -Ebene. Der Röntgenstrahl durchdringt den flachen Kristall im Punkt K . Der ungebeugte Anteil der Röntgenstrahlung trifft im Ursprung auf den Röntgenfilm und der Anteil der Röntgenstrahlung, der in K gestreut wird und die Laue-Bedingung erfüllt, verlässt den Kristall unter dem Winkel 2θ zur Primärstrahlung und trifft im Punkt $P = (x_P, y_P, 0)$ auf den Röntgenfilm. Hier ist θ der Glanzwinkel. Der Abstand zwischen Kristall und Röntgenfilm sei L . Die Winkelhalbierende des Winkels 2θ gibt die Richtung der Netzebenenschar (hkl) an, die den Reflex verursacht. Es wird ein weiterer Punkt $Q = (x_P, y_P, z_Q)$ zur geometrischen Konstruktion eingeführt. In [1] wird gezeigt, dass

$$z_Q = \sqrt{x_P^2 + y_P^2 + L^2} - L \quad (1)$$

gilt. Die Millerschen Indizes erfüllen dann die Bedingung

$$h : k : l = x_P : y_P : z_Q. \quad (2)$$

Somit kann Gleichung (2) zur Bestimmung der Millerschen Indizes verwendet werden. Diese sind daher kleinste ganzzahlige Zahlentripel. Aus ihnen können alle Parameter der den Reflex verursachenden Beugung berechnet werden. In [1] wird außerdem gezeigt, dass für Kristalle mit NaCl-Struktur die Amplituden der von den Elementarzellen ausgehenden Wellen nur dann von Null verschieden sind, wenn alle Indizes h , k und l gerade und oder alle ungerade sind. Dies wird später für die Bestimmung der Millerschen Indizes wichtig.

Um den eingescannten Röntgenfilm auszuwerten, wird das Bildbearbeitungs-Programm `paint.net` verwendet. Zunächst wird das linke Bild des Röntgenfilms aus Abb. 2 so gedreht, dass die Symmetriearchsen des Musters bestmöglich mit der Wahl der Koordinatensystems zusammenpassen. Dann wird an jeden ausreichend erkennbaren Reflex eine Ellipse angepasst, sodass später die Koordinaten x_P und y_P eines Reflexes als Mittelpunkt einer solchen Ellipse identifiziert werden können. Die Anpassung kann aufgrund der leichten Verschmierung der Reflexe nur mit einer gewissen Genauigkeit zugeordnet werden, was später in der Ableseunsicherheit für die Mittelpunkte berücksichtigt wird. Für die Ellipsen werden unterschiedliche Farben gewählt, sodass das Muster der Reflexe besser erkannt werden kann. Die Wahl der Farben hat hier keine physikalische Bedeutung und ist willkürlich. In dem Programm können dann die Pixelkoordinaten des Ursprungs und der Mittelpunkte der an die Reflexe angepassten Ellipsen abgelesen werden. Die Darstellung des Röntgenfilms wird so gewählt, dass die in der Informatik übliche Konvention für Pixelkoordinaten (x -Achse nach rechts, y -Achse nach unten) mit dem in Abb. 4 gewählten Koordinatensystem übereinstimmt. Die fertig erstellte Grafik ist in Abb. 5 zu sehen. Für das Ablesen der Pixelkoordinaten wird eine Unsicherheit von 10 px gewählt, da die Ellipsen bei fast allen Reflexen mit der gleichen Genauigkeit angepasst werden konnten und somit für das Ablesen der Mittelpunkte die gleiche Unsicherheit besteht.

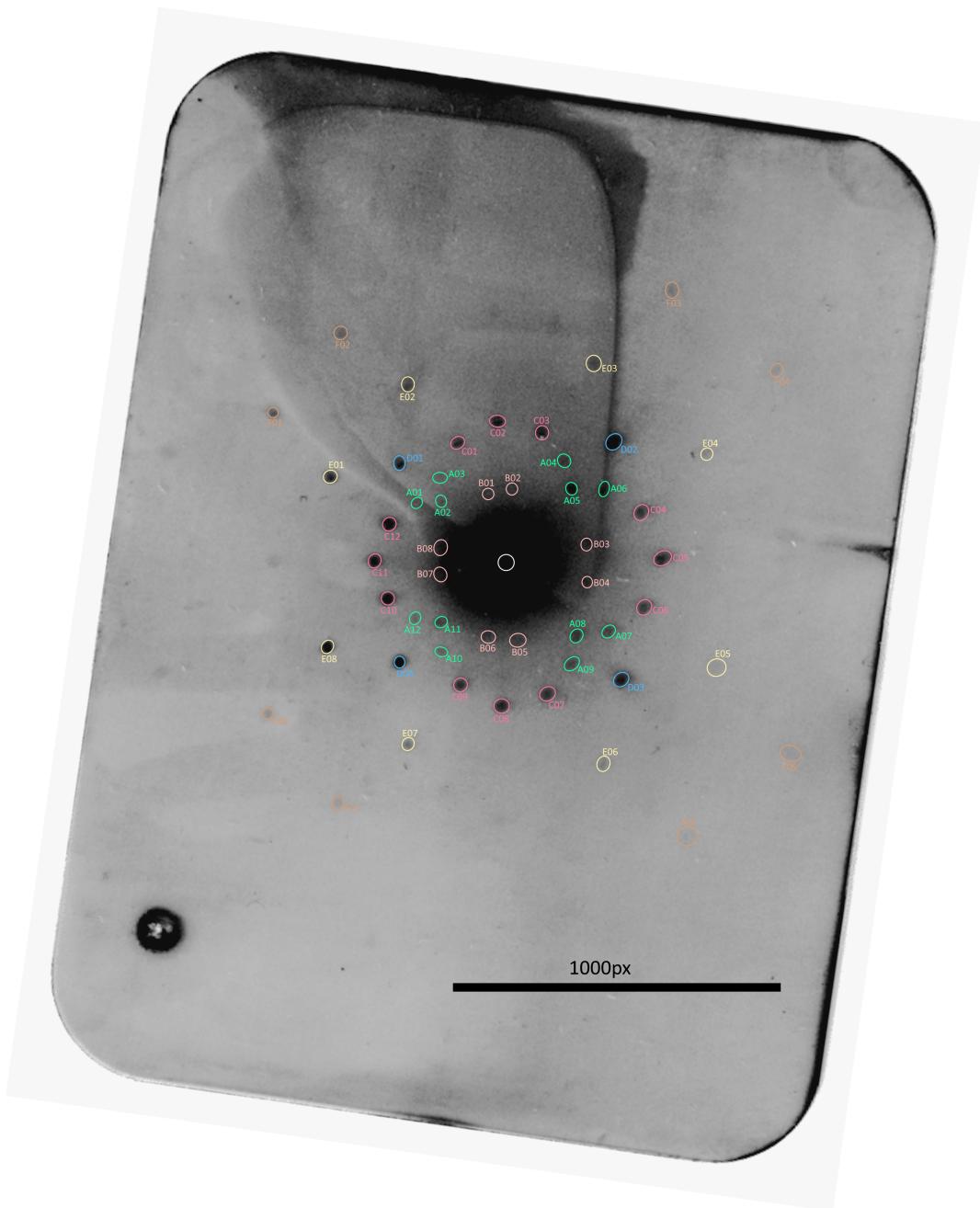


Abbildung 5: Graphische Bearbeitung des Röntgenfilms zur Auswertung der Reflexe und Bestimmung der Millerschen Indizes.

Die Pixelkoordinaten des Ursprungs werden zu $x'_O = 1562(10)$ px und $y'_O = 1849(10)$ px abgelesen. Analog werden die Pixelkoordinaten der Reflexe x'_P und y'_P abgelesen. Die Pixelkoordinaten für das gewählte Koordinatensystem ergeben sich dann durch

$$x_P = x'_P - x'_O, \quad y_P = y'_P - y'_O$$

mit den Unsicherheiten

$$\Delta x_P = \sqrt{(\Delta x'_P)^2 + (\Delta x'_O)^2}, \quad \Delta y_P = \sqrt{(\Delta y'_P)^2 + (\Delta y'_O)^2}.$$

Nun kann die Koordinate z_Q in px analog zu Gleichung (1) gemäß

$$z_Q = \sqrt{x_P^2 + y_P^2 + (cL)^2} - cL$$

berechnet werden, wobei mit dem Faktor c die Länge L von mm in px umgerechnet wird. Die (quadrierte) Unsicherheit ist durch

$$\begin{aligned} (\Delta z_Q)^2 &= \left(\frac{x_P \Delta x_P}{\sqrt{x_P^2 + y_P^2 + (cL)^2}} \right)^2 + \left(\frac{y_P \Delta y_P}{\sqrt{x_P^2 + y_P^2 + (cL)^2}} \right)^2 \\ &\quad + \left(\left[\frac{c^2 L}{\sqrt{x_P^2 + y_P^2 + (cL)^2}} - c \right] \Delta L \right)^2 + \left(\left[\frac{c L^2}{\sqrt{x_P^2 + y_P^2 + (cL)^2}} - L \right] \Delta c \right)^2 \end{aligned}$$

gegeben. Der Umrechnungsfaktor c wird als fehlergewichteter Mittelwert aus c_1 und c_2 gemäß

$$c = \frac{\frac{c_1}{(\Delta c_1)^2} + \frac{c_2}{(\Delta c_2)^2}}{\frac{1}{(\Delta c_1)^2} + \frac{1}{(\Delta c_2)^2}}, \quad \Delta c = \frac{1}{\sqrt{\frac{1}{(\Delta c_1)^2} + \frac{1}{(\Delta c_2)^2}}}$$

berechnet, wobei c_1 und c_2 die entsprechenden Umrechnungsfaktoren für Breite und Höhe des Röntgenfilms von mm in px sind. Beide dieser Umrechnungsfaktoren berechnen sich gemäß

Tabelle 6: Miller-Indizes

Punkt	x'_P / px	y'_P / px	x_P / px	y_P / px	z_Q / px	Δz_Q / px	(hkl)
A01	1289	1665	-273	-184	81	13	(642)
A02	1364	1660	-198	-189	57	10	(3̄31)
A03	1360	1589	-202	-260	81	13	(4̄62)
A04	1739	1538	177	-311	95	14	(4̄62)
A05	1762	1623	200	-226	69	11	(3̄31)
A06	1862	1623	300	-226	104	15	(642)
A07	1875	2058	313	209	104	15	(642)
A08	1776	2072	214	223	72	12	(331)
A09	1762	2158	200	309	100	14	(462)
A10	1363	2121	-199	272	85	13	(4̄62)
A11	1363	2030	-199	181	55	10	(3̄31)
A12	1283	2018	-279	169	80	13	(642)
B01	1507	1638	-55	-211	37	7	(2̄(12)2)
B02	1579	1623	17	-226	40	7	(2(12)2)
B03	1807	1793	245	-56	48	10	((12)2̄2)
B04	1810	1908	248	59	50	10	((12)22)
B05	1597	2086	35	237	44	8	(2(12)2)
B06	1507	2075	-55	226	42	8	(2̄(12)2)
B07	1360	1884	-202	35	33	8	((12)22)
B08	1362	1803	-200	-46	33	8	((12)2̄2)
C01	1414	1482	-148	-367	114	16	(1̄31)
C02	1535	1416	-27	-433	135	17	(031)
C03	1672	1450	110	-399	124	16	(131)
C04	1974	1695	412	-154	139	18	(31̄1)
C05	2039	1835	477	-14	161	20	(301)
C06	1983	1985	421	136	140	19	(311)
C07	1689	2248	127	399	127	17	(131)
C08	1548	2286	-14	437	137	18	(031)
C09	1422	2222	-140	373	116	16	(131)
C10	1200	1958	-362	109	105	15	(311)
C11	1161	1843	-401	-6	117	17	(301)
C12	1205	1730	-357	-119	104	15	(31̄1)
D01	1236	1543	-326	-306	143	19	(4̄42)
D02	1891	1478	329	-371	172	21	(442)
D03	1913	2205	351	356	175	21	(442)
D04	1236	2152	-326	303	142	18	(4̄42)
E01	1025	1585	-357	-264	141	18	(4̄22)
E02	1262	1302	-300	-547	257	27	(2̄42)
E03	1830	1239	268	-610	288	29	(2̄42)
E04	2175	1516	613	-333	310	30	(4̄22)
E05	2204	2169	642	320	330	30	(422)
E06	1859	2462	297	613	300	30	(242)
E07	1262	2402	-300	553	261	27	(2̄42)
E08	1017	2104	-545	255	242	26	(4̄22)
F01	850	1390	-712	-459	430	40	(644)
F02	1057	1147	-505	-702	440	40	(4̄64)
F03	2069	1016	507	-833	530	50	(4̄64)
F04	2388	1260	826	-589	570	50	(644)
F05	2430	2431	868	582	590	50	(644)
F06	2115	2684	553	835	550	50	(464)
F07	1048	2583	-514	734	470	40	(4̄64)
F08	834	2309	-728	460	440	40	(644)

4. Fazit

Literaturverzeichnis

- [1] LD Didactic. *Laue-Aufnahme: Untersuchung der Gitterstruktur kristalliner Stoffe*. https://www.ld-didactic.de/literatur/hb/d/p7/p7122_d.pdf. Zugriff: 20.11.2023.
- [2] LD Didactic. *Gebrauchsanweisung 554 896*. ld-didactic.de/documents/de-DE/GA/GA/5/554/554896d.pdf. Zugriff: 20.11.2023.
- [3] Martin J. Buerger. *Kristallographie*. De Gruyter, 1977.