

Versuchsbericht
P428 Röntgenstrahlung und Materialanalyse

Gabriel Remiszewski und Christian Fischer

durchgeführt am 15/16.11.2023

Inhaltsverzeichnis

1 Einleitung	1
2 Bragg-Reflexion	2
2.1 Aufbau	2
2.2 Untersuchung einer unbekannten Anode	2
2.2.1 Messung	2
2.2.2 Auswertung	3
2.3 Feinstrukturaufspaltung der K _α -Linie von Molybdän	5
2.3.1 Messung	5
2.3.2 Auswertung	5
3 Laue-Aufnahme	7
3.1 Aufbau	7
3.2 Messung	8
3.3 Auswertung	8
4 Fazit	16
Literaturverzeichnis	17

1. Einleitung

2. Bragg-Reflexion

Ziel ist es, mit einer Röntgenröhre Röntgenstrahlung zu erzeugen und das entstandene Spektrum mithilfe der Bragg-Reflexion messen zu können. Fällt auf einen Kristall ein paralleles Lichtbündel, so entsteht am Glanzwinkel ϑ konstruktive Interferenz. Aus Abb. 1 lässt sich die Bragg-Bedingung für konstruktive Interferenz herleiten. Diese lautet

$$n\lambda = 2d \sin \vartheta \quad (1)$$

mit der Beugungsordnung n , der Wellenlänge λ und dem Gitterabstand d [1].

2.1. Aufbau

Zur Erzeugung des Röntgenlichts wird ein Vollschutzröhrengerät verwendet, welches freie Elektronen auf eine Anode beschleunigt und dadurch zu einem Teil ein kontinuierliches Spektrum durch Bremsstrahlung entsteht und zum Anderen materialspezifische Linien durch den Photoelektrischen Effekt [2]. Diese Linien werden als Charakteristische Röntgenstrahlung bezeichnet.

Mit einem Kollimator von 1 mm Spaltbreite wird ein paralleles Strahlenbündel erzeugt und auf einen NaCl-Kristall gerichtet. Dieser ist in einem 5 cm Abstand zum Kollimator auf der Halterung eines Goniometers befestigt, deren Neigungswinkel relativ zur Strahlung eingestellt werden kann (siehe Abb. 2). Der Neigungswinkel entspricht dem Glanzwinkel ϑ aus Abb. 1. Für einen Natrium-Chlorid-Kristall ist der doppelte Gitterabstand gegeben mit $2d = 564,02 \text{ pm}$ [3]. Um die Strahlung zu messen wird am Goniometer ein Geiger-Müller-Zählrohr mit Kollimator befestigt mit einem 6 mm Abstand zur Halterung und mit der Option Coupled am Experimentiergerät automatisch auf den entsprechenden Messwinkel gedreht. Ein Geiger-Müller-Zählrohr ist ein gasgefüllter Kondensator, mit dem Teilchen durch Ionisation des Gases gemessen werden können. In dem hier genutzten Betrieb kann durch eine vom Teilchen unabhängige Verstärkung lediglich die Anzahl der Teilchen gemessen werden [4], was für diesen Versuch ideal ist, da die Energie der Photonen nach Gleichung (1) auf den Glanzwinkel abgebildet wird.

Der Goniometer-Aufbau ist in Abb. 2 gezeigt.

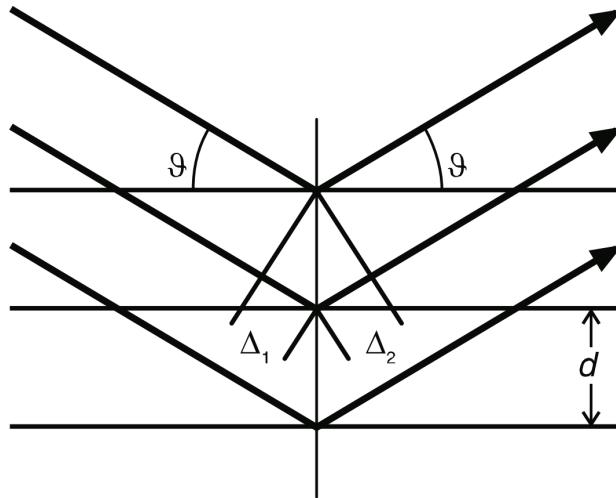


Abbildung 1: Veranschaulichung der Bragg-Reflexion. Dargestellt sind zwei parallele Strahlen, die aufgrund der Wegdifferenz nach der Reflexion miteinander interferieren

2.2. Untersuchung einer unbekannten Anode

2.2.1. Messung

In das Messgerät wird eine Röntgenröhre mit unbekannter Anode eingesetzt und mit dem oben beschriebenen Aufbau das dabei entstehende Röntgenspektrum gemessen. Hierfür wird eine Röhrenhochspannung von 35,0 kV und ein Emissionsstrom von 1 mA eingestellt. Die Messzeit eines Winkelschritts liegt bei

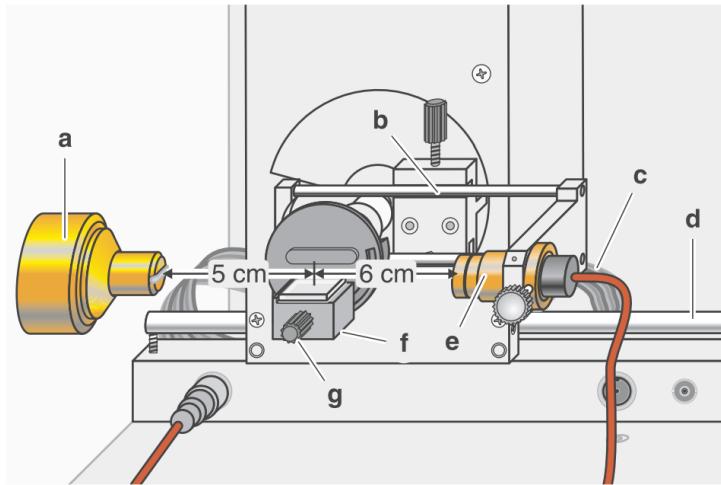


Abbildung 2: Aufbau auf dem Goniometer zur Messung des Röntgenspektrums mit einem NaCl-Kristall. (a) ist Der Kollimator, (b) die Halterung des Zählrohrs, (c) das Kabel zur Verbindung des Zählrohrs mit dem Computer und (e) der Kollimator davor. (d) ist die Stange, auf der das Goniometer verschoben werden kann, (f) die Halterung des Einkristalls und (g) die Schraube, mit der die Halterung festgeschraubt werden kann.

$\Delta t = 10\text{ s}$ bei einer Winkelschrittweite von $0,1^\circ$. Der Messbereich wird auf 2° bis 25° gestellt. Somit wird in diesem Bereich vom Zählrohr die Anzahl der auftreffenden Photonen gemessen und über das Zeitintervall geteilt, wodurch von dem genutzten Computer-Programm „Röntgengerät“ die mittlere Zählrate am dazugehörigen Winkel gespeichert wird. Alle aufgenommenen Messwerte stehen in dem Sciebo-Ordner HIER SCIEBO ORDNER zur Verfügung.

2.2.2. Auswertung

Das gemessene Spektrum ist in Abb. 3 zu beobachten. Erkennbar ist hierbei ein kontinuierliches Spektrum mit Maximum bei etwa 4° bis 5° und einen Abfall gegen 0 für hohe Winkel. Zusätzlich sei anzumerken, dass bei einer Spannung von 35 kV Licht mit einer minimalen Wellenlänge von 35,4 pm erzeugt werden kann, was einem Glanzwinkel von $3,6^\circ$ entspricht. Dies kann mit der Messung bestätigt werden, jedoch ist ein geringer Anstieg schon bei etwa 3° zu erkennen, wenn ein Hintergrundrauschen von ca. 5 s^{-1} angenommen wird. Dass die maximale Energie des Lichts höher ist als erwartet wird ausgeschlossen. Die wahrscheinlichste Fehlerquelle hierfür sind Unsicherheiten durch den Aufbau. Das Strahlenbündel ist mit einer gewissen Unsicherheit nicht vollständig kollimiert und ist dadurch entweder leicht divergent oder konvergent, wodurch Licht einer Wellenlänge sich auf benachbarte Winkel verteilt. Der Aufbau bestimmt somit auch maßgeblich die Breite der charakteristischen Linien, die in der Messung herausstechen.

Als Winkelunsicherheit wird $\Delta\beta = 0,01^\circ$ gewählt, da das Goniometer zweimal hintereinander kalibriert worden ist und dies die Unsicherheit dieser Kalibration darstellt. Da es sich hierbei um einen diskreten Messvorgang von unabhängigen Zählvorgängen handelt, sind die gemessenen Photonenzahlen poisson-verteilt und besitzen die Unsicherheit $\Delta N = \sqrt{N}$. Für die mittlere Rate $n = N/t$ ergibt sich damit eine Unsicherheit von

$$\Delta n = \sqrt{\frac{n}{t}}. \quad (2)$$

Die gemessenen Linien können mit einer Gauß-Funktion beschrieben werden:

$$f(x, x_0, \sigma) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}\sigma} \exp\left(-\frac{(x - x_0)^2}{2\sigma^2}\right). \quad (3)$$

Es muss jedoch beachtet werden, dass zum einen durch das kontinuierliche Spektrum und dem Rauschen ein zusätzlicher Offset berücksichtigt werden muss. Dieser Offset kann in einem Bereich um die Gauß-Kurve linear angenähert werden mit $g(x) = mx + n$. Einige Linien hier und in weiteren Messungen sind so nah beieinander, dass mehrere Gauß-Kurven als Summe betrachtet werden müssen. Im Allgemeinen

lässt sich also in einem gewählten Intervall eine Funktion der Form

$$f(x) = \sum_{k=1}^N A_k f(x, x_{0,k}, \sigma_k) + g(x)$$

finden, die den Verlauf der mittleren Zählrate angemessen beschreiben kann. Die Regression wurde hier und im weiteren Verlauf mit dem Python Modul `odr` des Pakets `scipy` auf sinnvoll gewählten Intervallen durchgeführt. Dabei wird die Güte der Anpassungen mit dem χ^2 beurteilt, wobei mit χ^2 im Folgenden eigentlich das Chi-Quadrat geteilt durch die Freiheitsgrade gemeint ist [5]. Wie in der Legende von Abb. 3 zu sehen befindet sich das Chi-Quadrat für alle sechs Regressionen im Bereich von 0,83 bis 5,53 und modellieren damit die Messwerte sehr gut.

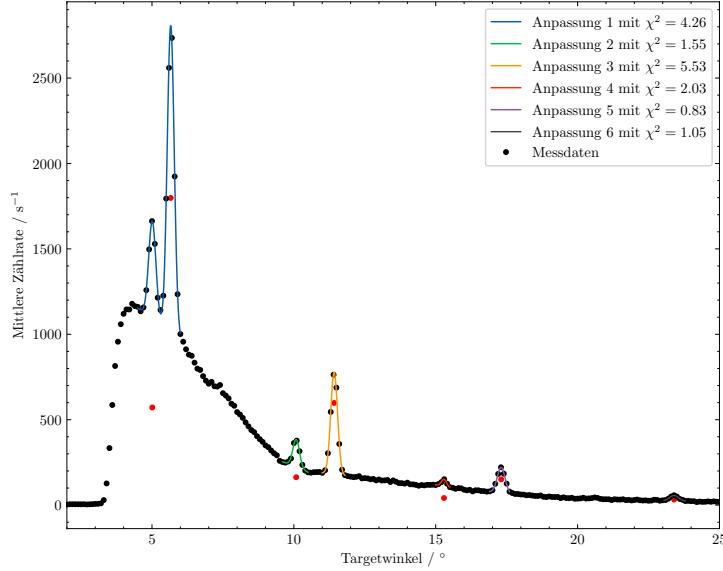


Abbildung 3: Messung des Röntgenspektrums einer unbekannten Anode. Die hier eingezeichneten Fehler sind zu klein um sichtbar zu sein.

Aus den Modellierungen lassen sich die Winkel ϑ der charakteristischen Linien ablesen und daraus mit Gleichung (1) die Größe $n\lambda$. Mit Gaußscher Fehlerfortpflanzung [6] ist die dazugehörige Unsicherheit mit

$$\Delta(n\lambda) = 2d \cos \vartheta \Delta\vartheta \quad (4)$$

gegeben. Da Energie und Wellenlänge eines Photons eindeutig miteinander verknüpft sind lässt sich daraus die Energie pro Beugungsordnung bestimmen mit

$$\frac{E}{n} = \frac{hc}{\lambda}, \quad \Delta\left(\frac{E}{n}\right) = \frac{E}{n} \frac{\Delta\lambda}{\lambda}. \quad (5)$$

Bekannterweise sind hier $h = 6,626\,068\,96 \text{ Js}$ und $c = 299\,792\,458 \text{ m s}^{-1}$ [7].

Tabelle 1: Bestimmung der Wellenlängen und Energien pro Beugungsordnung aus dem gemessenen Spektrum der unbekannten Anode

Winkel $\vartheta/\text{°}$	Wellenlänge $n\lambda/\text{pm}$	Energie En^{-1}/keV
5,011(6)	49,26(6)	25,17(3)
5,661(5)	55,63(5)	22,287(19)
10,082(7)	98,73(6)	12,558(8)
11,420(4)	111,67(4)	11,102(4)
15,292(19)	148,75(18)	8,34(1)
17,307(5)	167,78(4)	7,3895(17)
23,402(14)	224,01(13)	5,535(4)

An den Wellenlängen in Tabelle 1 ist zur erkennen, dass die dritte bis einschließlich sechste Wellenlänge jeweils im 2σ -Bereich Vielfache von den ersten beiden Wellenlänge 49,26(6) pm und 55,63(5) pm

in der zweiten Ordnungen; die dritte Ordnung weist eine leichte Diskrepanz von unter 1 % auf. In der vierten Ordnung ist nur noch die zweite Linie erkennbar. Da bis zur vierten Ordnung Vielfache eines Wellenlängenpaars gefunden werden konnten, kann mit großer Sicherheit behauptet werden, dass die ersten beiden Wellenlängen zwei Linien des charakteristischen Spektrums der Anode darstellen und alle Weiteren die gleichen Linien höher Beugungsordnungen sind.

Es deutet darauf hin, dass die Anode hierbei aus Silber besteht, welches vier Linien $K_{\beta_{4/5}} = 49,3 \text{ pm}$, $K_{\alpha_3} = 55,9 \text{ pm}$ und $K_{\alpha_2} = 56,3 \text{ pm}$ besitzt [8], die zur Feinstrukturaufspaltung gehören und deshalb nicht einzeln aufgelöst werden können (Die K_{β} -Linien gehören zur Hyperfeinstruktur, da auf die erste Nachkommastelle gerundet noch keine Aufspaltung erkennbar ist). Die K_{β} -Linie liegt im 1σ -Bereich der Messung und beide K_{α} -Linien liegen nahezu gleich verteilt um den Messwert herum, weshalb höchstwahrscheinlich die Messung den Mittelwert beider Linien gemessen hat.

2.3. Feinstrukturaufspaltung der K_{α} -Linie von Molybdän

Aufgrund der Spin-Bahn-Kopplung zwischen Spin und Bahndrehimpuls eines an einen Atomkern gebundenen Elektrons ist die Bindungsenergie von Bahndrehimpuls und Gesamtdrehimpuls abhängig, was zu einer Aufspaltung der von den Hauptquantenzahl bestimmten Grobstruktur in die Feinstruktur führt [7]. Da die Energiedifferenz dieser Linien jedoch gering ist, sind hohe Auflösungen bei der Messung nötig. Hierfür muss der Aufbau nicht verändert werden, sondern lediglich der Messvorgang. Da nach Gleichung (4) bei höherer Ordnung n die Winkeldifferenz zwischen zwei Linien höher sein muss, wird für die Untersuchung der Feinstruktur die vierte Beugungsordnung gemessen.

2.3.1. Messung

Es wird in das Messgerät eine Röntgenröhre mit einer Molybdän-Anode eingesetzt. Hier wird erneut eine Röhrenhochspannung von 35,0 kV und ein Emissionsstrom von 1 mA eingestellt. Die Messzeit eines Winkelschritts liegt diesmal bei $\Delta t = 120 \text{ s}$ um präzisere Messergebnisse zu bekommen. Bei einer Winkelschrittweite von $0,1^\circ$ wird der Messbereich auf $28,5^\circ$ bis 32° gestellt.

2.3.2. Auswertung

Die Fehler wurden gleich wie in Abschnitt 2.2 gesetzt. In Abb. 4 ist die Messung der Feinstruktur mit dazugehöriger Anpassung an die Gaußkurven zu sehen. Visuell stimmt die Regressionskurve mit den Messungen überein, was von einem $\chi^2 = 1.96$ bestätigt wird. Auch hier konnten wieder mit Gleichung (1) und Gleichung (5) die Wellenlängen und Energien der Linien berechnet werden. Die berechneten Messwerte sind Tabelle 2 zu entnehmen. Wie zu sehen ist, sind die Messwerte auf drei signifikante Stelle identisch, da jedoch die resultierenden Fehler gering sind, liegen die theoretischen Referenzwerte nicht im 3σ -Bereich der Messung. Möglicherweise sind die mit $0,01^\circ$ abgeschätzten Fehler zu klein gewählt.

Das Dublett der Wellenlängen λ_1 und λ_2 besitzt einen Abstand von

$$\Delta\lambda = \lambda_1 - \lambda_2, \quad \Delta(\Delta\lambda) = \sqrt{(\Delta\lambda_1)^2 + (\Delta\lambda_2)^2},$$

was hier einen Abstand von

$$\Delta\lambda_{\text{Exp}} = 0,444(8) \text{ pm}, \quad \Delta\lambda_{\text{Ref}} = 0,428(4) \text{ pm} \quad (6)$$

ergibt und somit der Literaturwert auch hier nicht im 3σ -Bereich der Messung liegt. Damit kann eine systematische Unsicherheit ausgeschlossen werden, weshalb die hier vorhandene Abweichung aus einer nicht berücksichtigten statistischen Unsicherheit entspringen muss. Die Lage des Kristalls kann hierbei die Messung verfälschen. Sind die bestrahlten Ebenen des NaCl-Kristalls nicht genau parallel zum Tisch, so verfälscht dies die Winkelmessung.

Tabelle 2: Bestimmung der Wellenlängen und Energien aus der Messung der Feinstrukturaufspaltung mit Referenzwerten aus [8]

Winkel $\vartheta/^\circ$	Wellenlänge λ/pm	Literaturwert λ/pm	Energie E/keV	Literaturwert E/keV
30,229(3)	70,987(5)	70,933(3)	17,4657(12)	17,4791(6)
30,438(3)	71,431(6)	71,361(3)	17,3571(15)	17,3742(7)

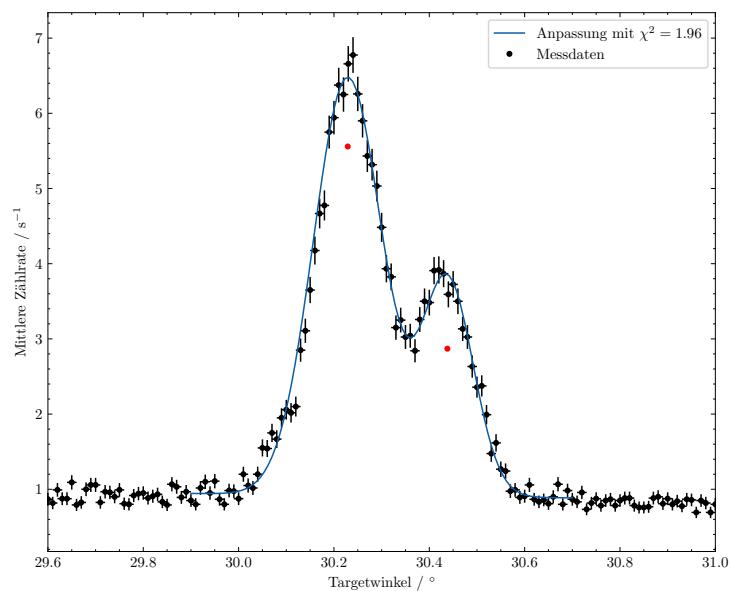


Abbildung 4: Messung der Feinstruktur der K_{α} -Linie von Molybdän in 4. Beugungsordnung

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. 5 dargestellt.

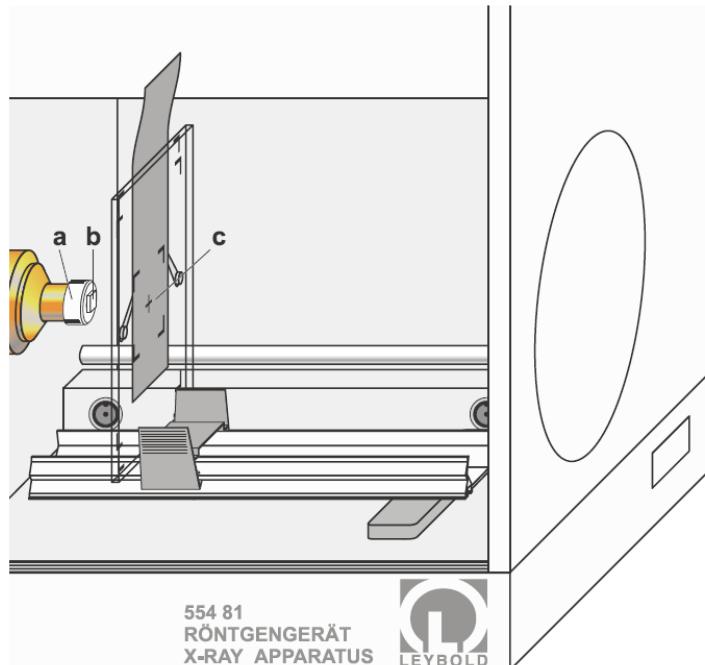


Abbildung 5: Versuchsaufbau der Laue-Aufnahme zur Untersuchung eines NaCl-Kristalls [9].

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 [10] 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. 6 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. 6, links).

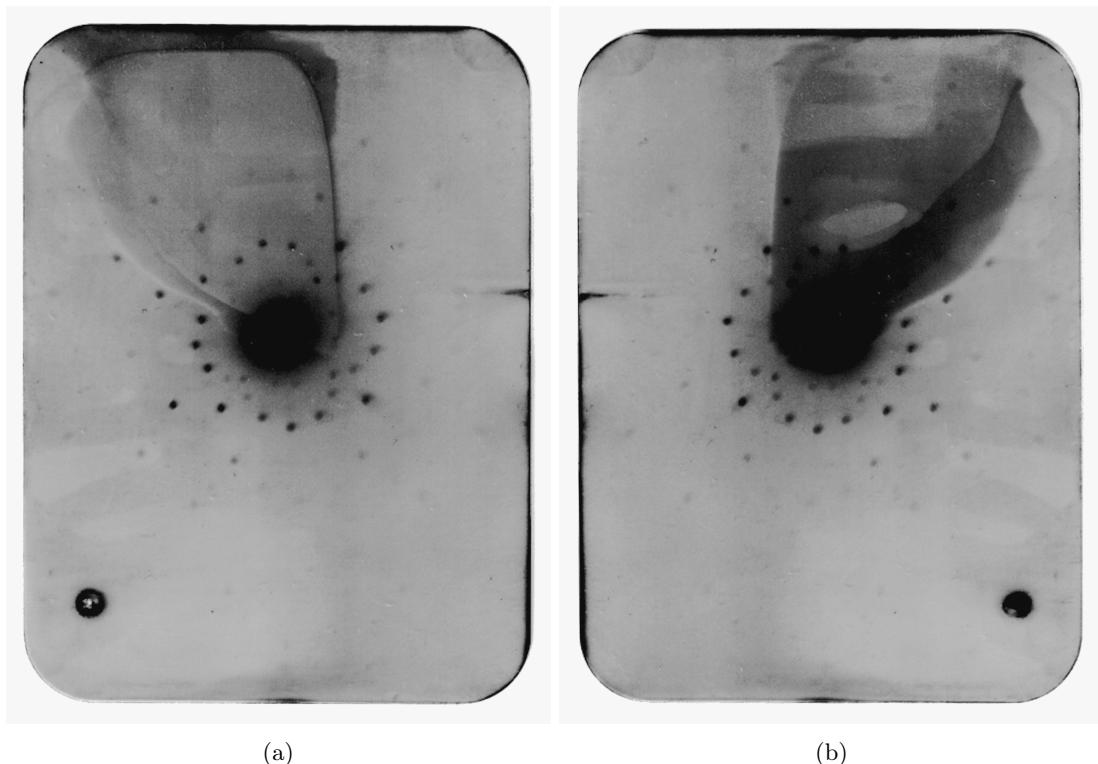


Abbildung 6: Entwickelter Röntgenfilm zur weiteren Auswertung.

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. 6 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 [10]) 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. 6 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 [11] zu finden.

Die Symmetrie des Musters in Abb. 6 lässt sich auf die kubische Symmetrie der Elementarzellen des NaCl-Kristalls zurückführen (siehe Abb. 7).

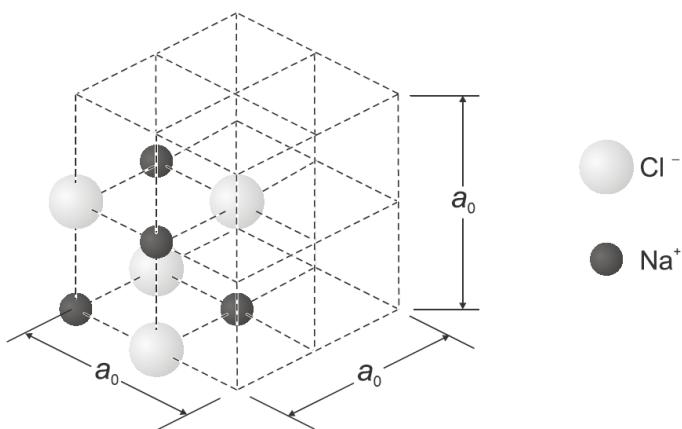


Abbildung 7: Elementarzelle des NaCl-Kristalls [9].

Um nun einem auf dem Röntgenfilm beobachteten Reflex die für die Streuung verantwortliche Netzebenenschar zuzuordnen, wird das Koordinatensystem wie in Abb. 8 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.

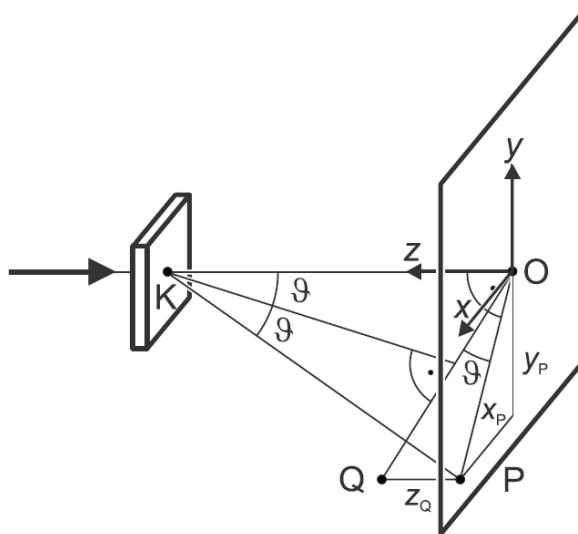


Abbildung 8: Geometrische Beschreibung eines im Punkt K des Kristalls gebeugten Röntgenstrahls, der die Filmebene im Punkt P durchdringt [9].

In Abb. 8 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 [9] wird gezeigt, dass

$$z_Q = \sqrt{x_P^2 + y_P^2 + L^2 - L} \quad (7)$$

gilt. Die Millerschen Indizes erfüllen dann die Bedingung

$$h : k : l = x_P : y_P : z_Q. \quad (8)$$

Somit kann Gleichung (8) zur Bestimmung der Millerschen Indizes verwendet werden. Diese sind daher kleinste ganzzählige Zahlentripel. Aus ihnen können alle Parameter der den Reflex verursachenden Beugung berechnet werden. In [9] 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. 6 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. 8 gewählten Koordinatensystem übereinstimmt. Die fertig erstellte Grafik ist in Abb. 9 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.

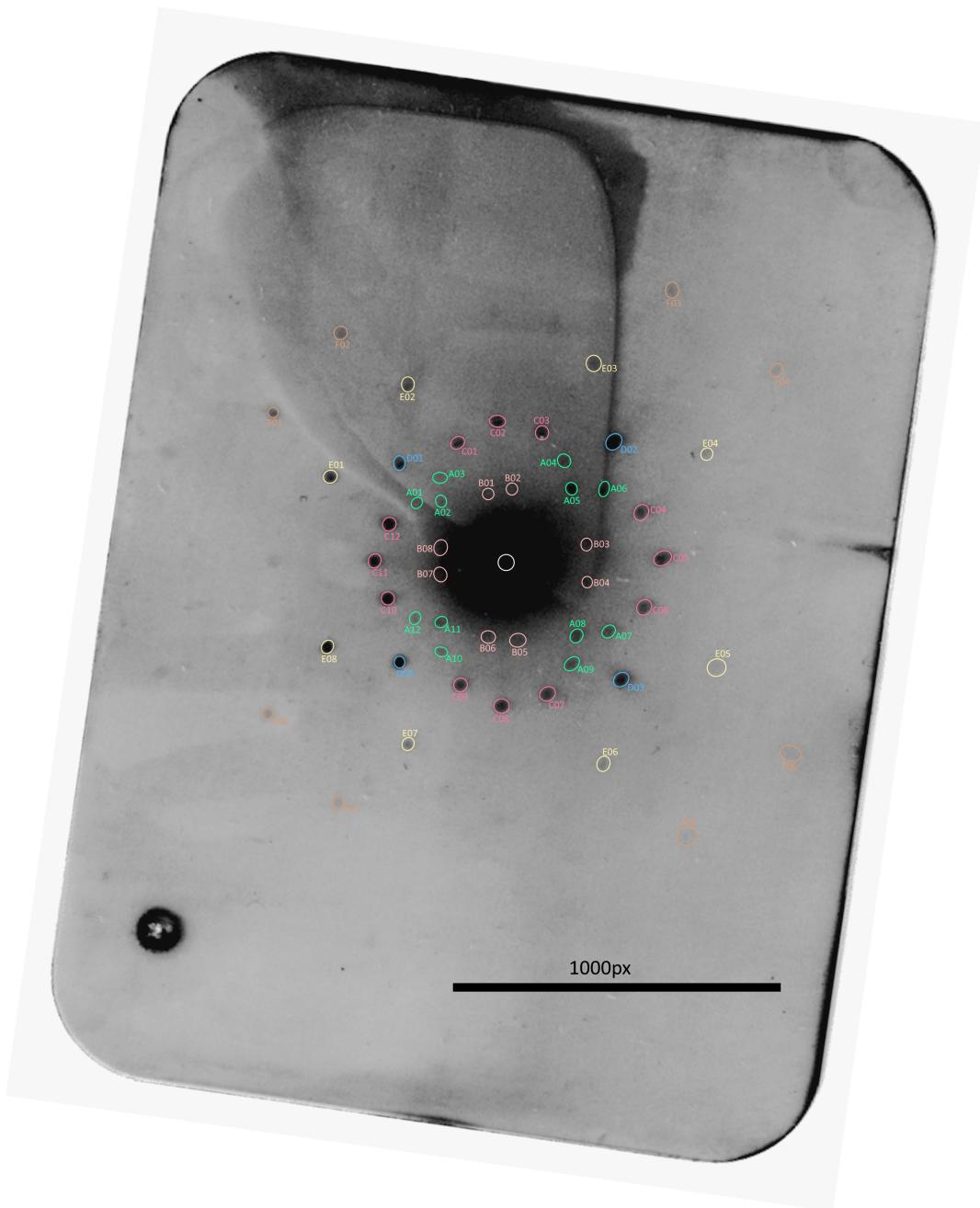


Abbildung 9: Graphische Bearbeitung des Röntgenfilms zur Auswertung der Reflexe und Bestimmung der Millerschen Indizes.

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 (7) 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

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

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

$$c_i = \frac{l_{\text{px}}}{l_{\text{mm}}}, \quad \Delta c_i = \sqrt{\left(\frac{\Delta l_{\text{px}}}{l_{\text{mm}}} \right)^2 + \left(\frac{l_{\text{px}}}{l_{\text{mm}}^2} \Delta l_{\text{mm}} \right)^2} \quad (i = 1, 2),$$

wobei die Länge l entweder die Breite oder Höhe des Röntgenfilms (in px oder mm) beschreibt. Für die Breite des Röntgenfilms wurde 57(1) mm (bzw. 2382 px) und für die Höhe 76(1) mm (bzw. 3182 px) gemessen (bzw. abgelesen). Es ergibt sich

$$c_1 = 41,8(8) \frac{\text{px}}{\text{mm}}, \quad c_2 = 41,9(6) \frac{\text{px}}{\text{mm}}$$

und damit

$$c = 42,8(5) \frac{\text{px}}{\text{mm}}.$$

Nun kann z_Q in px berechnet werden. Die Koordinaten x_P , y_P und z_Q (inklusive Δz_Q) sind in Tabelle 3 eingetragen. Wie schon zuvor erwähnt, wird für x_P und y_P eine Unsicherheit von 10 px gewählt. Somit können nun die Millerschen Indizes der für die Reflexe verantwortlichen Netzebenenscharen nach Gleichung (8) bestimmt werden.

Hierzu wird wie folgt vorgegangen: Zuerst wird willkürlich $l = 1$ gesetzt. Dann sind die Indizes h und k durch die Verhältnisse $h = \frac{x_P}{z_Q}$ und $k = \frac{y_P}{z_Q}$ eindeutig bestimmt. Anschließend werden die Indizes (hkl) mit einem ganzzahligen Faktor multipliziert, sodass die Indizes h und k möglichst eine ganze Zahl annehmen und die Indizes (hkl) entweder alle gerade oder alle ungerade sind (wie bereits zuvor erläutert). Hierbei tritt natürlich häufig die Schwierigkeit auf, dass durch das Multiplizieren mit einem ganzzahligen Faktor die Indizes h und k nicht exakt eine ganze Zahl annehmen, sondern meistens nur in der Umgebung einer naheliegenden ganzen Zahl liegen. Dies ist jedoch meist kein Problem bei der Zuordnung der Millerschen Indizes, da x_P , y_P und z_Q allesamt eine Unsicherheit besitzen. In den meisten Fällen ist jedoch klar ersichtlich, welche ganze Zahl am nächsten liegt. Es werden stets die Millerschen Indizes gemeinsam bestimmt, die aus Symmetriegründen sich nur durch Vorzeichen und Permutation von einander unterscheiden. Hier können dann leicht Ausreißer erkannt und entsprechend korrigiert werden, sodass die verschiedenen Paare an Millerschen Indizes mit den Symmetrieeigenschaften des NaCl-Kristalls übereinstimmen. Alle bestimmten Millerschen Indizes sind ebenfalls in Tabelle 3 eingetragen.

Tabelle 3: 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)

Mithilfe der Millerschen Indizes (hkl) können nun Netzebenenabstand d_{hkl} einer für einen Reflex verantwortlichen Netzebenenschar, der Glanzwinkel θ und die Wellenlänge λ der für die einzelnen Reflexe verantwortlichen Röntgenstrahlung bestimmt werden.

Der Netzebenenabstand berechnet sich nach [9] gemäß

$$d_{hkl} = \frac{a_0}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}},$$

wobei a_0 die Kantenlänge einer NaCl-Elementarzelle ist und $a_0 = 564 \text{ pm}$ beträgt (siehe [12]). Eine Unsicherheit kann für den Netzebenenabstand nicht angegeben werden, da a_0 in der Literatur ohne Unsicherheit angegeben ist und die Millerschen Indizes (hkl) ganze Zahlen mit einer nicht klar zuordenbaren Unsicherheit sind.

Außerdem berechnet sich nach [9] der Glanzwinkel nach (hier gibt es aufgrund der Millerschen Indizes ebenfalls keine Unsicherheit)

$$\theta = \arctan\left(\frac{l}{\sqrt{h^2 + k^2}}\right).$$

Schließlich können mit dem gewonnenen Netzebenenabstand und dem Glanzwinkel die Wellenlängen verschiedener Beugungsordnungen mithilfe der Bragg-Bedingung (auch hier gibt es keine Unsicherheit)

$$n\lambda = 2d \sin(\theta)$$

bestimmt werden. Weiteres zur Bragg-Bedingung ist in [13] zu finden. Alle berechneten Werte sind in Tabelle 4 zu finden.

Abschließend werden noch einige Fehler bei der Zuordnung der Millerschen Indizes diskutiert. Die Fehler bei der Zuordnung der Millerschen Indizes werden im Wesentlichen durch Unsicherheiten der Koordinaten x_P , y_P und z_Q generiert. Die Unsicherheiten der Koordinaten x_P und y_P haben hier mehrere Ursachen. Die Reflexe auf dem Röntgenfilm sind allesamt leicht verschmiert, sodass eine genaue Bestimmung der Koordinaten der Mittelpunkte der angepassten Ellipsen erschwert wird. Die sollte jedoch nur einen geringen Einfluss haben, da sich die Ellipsen in nahezu allen Fällen sehr eindeutig anpassen ließen. Eine wesentlich gravierendere Ursache ist die Wölbung des Bildes auf dem Röntgenfilm. Dies ist ein systematischer Fehler, welcher prinzipiell mithilfe von modernen und professionellen Bildbearbeitungswerkzeugen korrigiert werden kann. Allerdings standen diese für die Auswertung nicht zur Verfügung. Außerdem konnte in der Versuchsdurchführung der Abstand zwischen Kristall und Röntgenfilm L nicht allzu genau eingestellt werden, wodurch die Koordinate z_Q eventuell stark von ihrem „richtigen“ Wert abweicht. Um dies zu kompensieren, wurde L mit einer vergleichsweise großen Unsicherheit versehen. Werden diese Unsicherheiten bei der Zuordnung der Millerschen Indizes berücksichtigt, treten trotzdem noch einige Schwierigkeiten auf, da das Bestimmen der Indizes nach Gleichung (8) nicht immer ganz eindeutig ist. Die Berücksichtigung der Symmetrieeigenschaften des verwendeten NaCl-Kristalls kann hier das Bestimmen der Indizes erleichtern, da Ausreißer in den Messpunkten einfacher identifiziert werden können.

Tabelle 4: Bestimmung von Netzebenenabstand, Glanzwinkel und Wellenlänge zu den verschiedenen Millerischen Indizes

(hkl)	d_{hkl} / pm	$\theta / {}^\circ$	$n\lambda / \text{pm}$
(642)	75,4	15,5	40,3
($\bar{3}\bar{3}1$)	129	13,3	59,4
($\bar{4}\bar{6}2$)	75,4	15,5	40,3
(4 $\bar{6}2$)	75,4	15,5	40,3
(3 $\bar{3}1$)	129	13,3	59,4
(6 $\bar{4}2$)	75,4	15,5	40,3
(642)	75,4	15,5	40,3
(331)	129	13,3	59,4
(462)	75,4	15,5	40,3
($\bar{4}\bar{6}2$)	75,4	15,5	40,3
(331)	129	13,3	59,4
($\bar{6}42$)	75,4	15,5	40,3
($\bar{2}(1\bar{2})2$)	45,7	9,3	14,8
(2(1 $\bar{2}$)2)	45,7	9,3	14,8
((12) $\bar{2}2$)	45,7	9,3	14,8
((12)22)	45,7	9,3	14,8
(2(12)2)	45,7	9,3	14,8
($\bar{2}(1\bar{2})2$)	45,7	9,3	14,8
((1 $\bar{2}$)22)	45,7	9,3	14,8
((1 $\bar{2}$) $\bar{2}2$)	45,7	9,3	14,8
($\bar{1}\bar{3}1$)	170	17,5	102
(031)	178	18,4	112
(1 $\bar{3}1$)	170	17,5	102
(3 $\bar{1}1$)	170	17,5	102
(301)	178	18,4	112
(311)	170	17,5	102
(131)	170	17,5	102
(031)	178	18,4	112
(1 $\bar{3}1$)	170	17,5	102
($\bar{3}11$)	170	17,5	102
($\bar{3}01$)	178	18,4	112
($\bar{3}\bar{1}1$)	170	17,5	102
($\bar{4}\bar{4}2$)	94,0	19,5	62,8
(4 $\bar{4}2$)	94,0	19,5	62,8
(442)	94,0	19,5	62,8
($\bar{4}\bar{4}2$)	94,0	19,5	62,8
($\bar{4}22$)	115	24,1	93,9
($\bar{2}\bar{4}2$)	115	24,1	93,9
(2 $\bar{4}2$)	115	24,1	93,9
(422)	115	24,1	93,9
(422)	115	24,1	93,9
(242)	115	24,1	93,9
($\bar{2}42$)	115	24,1	93,9
(422)	115	24,1	93,9
($\bar{6}44$)	68,4	29,0	66,3
($\bar{4}\bar{6}4$)	68,4	29,0	66,3
(4 $\bar{6}4$)	68,4	29,0	66,3
(644)	68,4	29,0	66,3
(644)	68,4	29,0	66,3
(464)	68,4	29,0	66,3
(464)	68,4	29,0	66,3
($\bar{6}44$)	68,4	29,0	66,3

4. Fazit

Literaturverzeichnis

- [1] Wikipedia. *Bragg-Bedingung* — Wikipedia, -Die freie Enzyklopädie. [Online; Datum: 21.11.2023]. URL: <https://de.wikipedia.org/wiki/Bragg-Gleichung>.
- [2] Wikipedia. *Röntgenröhre* — Wikipedia, -Die freie Enzyklopädie. [Online; Datum: 21.11.2023]. URL: <https://de.wikipedia.org/wiki/R%C3%BCntgenr%C3%BChre>.
- [3] LD Didactic. *Bragg-Reflexion: Beugung von Röntgenstrahlen an einem Einkristall*. [Online; Datum: 21.11.2023]. URL: https://www.ld-didactic.de/literatur/hb/d/p6/p6331_d.pdf.
- [4] Hermann Kolanoski und Norbert Wermes. *Teilchendetektoren Grundlagen und Anwendungen*. ger. 1. Aufl. 2016. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2016. ISBN: 9783662453506.
- [5] Wikipedia. *Reduced chi-squared statistic* — Wikipedia, -Die freie Enzyklopädie. [Online; Datum: 25.10.2023]. URL: https://en.wikipedia.org/wiki/Reduced_chi-squared_statistic.
- [6] Wikipedia. *Fehlerfortpflanzung* — Wikipedia, -Die freie Enzyklopädie. [Online; Datum: 25.10.2023]. URL: <https://de.wikipedia.org/wiki/Fehlerfortpflanzung>.
- [7] Wolfgang Demtröder. *Experimentalphysik 3: Atome, Moleküle und Festkörper*; 3rd ed. Springer-Lehrbuch. Berlin: Springer, 2005. URL: <https://cds.cern.ch/record/829119>.
- [8] *NIST X-ray transition energies database (2005)*. [Online; Datum: 21.11.2023]. URL: <https://physics.nist.gov/cgi-bin/XrayTrans/search.pl?element=Ag&trans=KL1&trans=KL2&trans=KL3&trans=KM1&trans=KM2&trans=KM3&trans=KM4&trans=KM5&lower=&upper=&units=A>.
- [9] 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.
- [10] LD Didactic. *Gebrauchsanweisung 554 896*. ld-didactic.de/documents/de-DE/GA/GA/5/554/554896d.pdf. Zugriff: 20.11.2023.
- [11] Martin J. Buerger. *Kristallographie*. De Gruyter, 1977.
- [12] W. T. Barrett und W. E. Wallace. *Studies of NaCl-KCl Solid Solutions*. Journal of the American Chemical Society, 1954.
- [13] Wolfgang Demtröder. *Experimentalphysik 3: Atome, Moleküle, Festkörper*. Springer, 2016.