

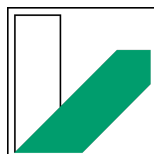
7. Fachsemester

PPD (Master)

Röntgenbeugung

Jonas Köglmayr und Ferdinand Bauer

Gruppe 2



Informationen

Versuchstag	27.11.2023
Versuchsplatz	NWII RaumNr. 2.2.01.489 und BGI RaumNr. 7.2.04
Betreuer	Prof. Dr. S. van Smaalen
Gruppen Nr.	2
Versuchsauswertung	Ferdinand Bauer
Messungen	Jonas Köglmayr
Protokoll	Ferdinand Bauer

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	5
2	Fragen zur Vorbereitung	6
2.1	Röntgenstrahlen	6
2.2	Wechselwirkung zwischen Röntgenstrahlen und Materie	7
2.3	Absorption	7
2.4	Kristall und Kristallstruktur	8
2.5	Beugung von Röntgenstrahlen	8
2.6	Zentriertes Gitter	10
2.7	Pulverdiffraktogramm	11
3	Auswertung und Diskussion	14
3.1	Röntgenstrahlabsorption	14
3.1.1	Kalibrierung	14
3.1.2	Identifizierung der Metallfolie	15
3.1.3	Beurteilung der Messung	19
3.2	Kristallstruktur von NaCl	20
3.2.1	Gitterparameter	20
3.2.2	Systematische Auslöschung und mögliche Raumgruppen	24
3.2.3	Kristallstruktur und Strukturfaktor	24
3.2.4	Gerätefunktion	26
3.2.5	Beurteilung der Messung	27
4	Fazit	28
	Literaturverzeichnis	29

1 Einleitung

Die Röntgenstrahlbeugung und -absorption an Kristallgittern bietet in Wissenschaft, Medizin und Industrie vielseitige Anwendungen zur Strukturanalyse und Diagnostik.

In diesem Versuch soll im ersten Teil das Emissionsspektrum einer Röntgenröhre verstanden werden. Anschließend sollen die Absorptionskoeffizienten und Massenschwächungskoeffizienten von einer Metallfolien in der Umgebung der K-Absorptionskanten un Abhängigkeit der Wellenlänge ermittelt werden. Anhand der Absorptionskanten soll dann bestimmt werden, um welches Metall es sich handelt. Dazu werden das Emissionsspektrum von einem Kristall (CaF_2) gebeugten Röntgenstrahlen aufgenommen und der Strahlengang von dem entsprechenden Metall unterbrochen/gestört.

Im zweiten Versuchsteil sollen die Gitterparameter und -geometrie von NaCl mit den Braggreflexen eines Pulverdiffraktogramms bestimmt werden. Dazu wird monochromatische Röntgenstrahlung an der NaCl Probe gestreut und das entstehende Diffraktogramm detektiert.[4]

2 Fragen zur Vorbereitung

2.1 Röntgenstrahlen

(a) **Was sind Röntgenstrahlen?**

Röntgenstrahlen sind elektromagnetische Wellen im Wellenlängenbereich von $10 \text{ \AA} > \lambda > 0,05 \text{ \AA}$. Im Wellenlängenspektrum befindet sich die Röntgenstrahlung zwischen UV-Licht und γ -Strahlen, wobei die Grenzen nicht genau definiert sind.

(b) **Emissionsspektrum einer Röntgenröhre**

Zur Erzeugung von Röntgenstrahlung werden Röntgenröhren verwendet. Diese sind vakuumierte Röhren, die eine geheizte Kathode beinhalten aus der Elektronen austreten und durch eine Spannung U auf eine Anode beschleunigt werden. Die an der Anode entstehenden Röntgenstrahlen treten dann durch ein gerichtetes Fenster aus.

Das Emissionsspektrum setzt sich dabei aus zwei Komponenten zusammen: *Bremsstrahlung* und *charakteristische Strahlung*. Die Bremsstrahlung entsteht durch das Ablenken der Elektronen im Coulombfeld der Anodenatome, wobei ein Teil der Energie $e \cdot U$ umgewandelt wird. Dadurch dass die Ablenkungen unterschiedlich stark ausfallen, ist das Spektrum kontinuierlich und hängt von der Energie der Elektronen ab. Die charakteristische Strahlung wird durch das Anregen eines Elektrons der Anodenatome aus einer inneren Schale in freie höhere Energiezustände und dem anschließenden Zurückfallens in die niedrigere Schale verursacht. Da die Energien der Schalen diskret sind, ist es die charakteristische Strahlung auch.

(c) **Erzeugung durch ein Synchrotron**

Synchrotronstrahlung wird durch radial beschleunigter relativistischer geladener Teilchen erzeugt. Mit steigender Teilchenenergie nimmt die Wellenlänge der emittierten Strahlung. Zur Erzeugung der Synchrotronstrahlung werden Elektronen oder Positronen in einem Linearbeschleuniger auf hohe Energien beschleunigt (MeV-GeV) und werden durch ein Magnetfeld auf einer Kreisbahn im Speicherring gehalten, s.d. sich Lorentz- und Zentripetalkraft ausgleichen. Da es sich um eine beschleunigte Ladung handelt, strahlt diese ab, dabei handelt es sich dann um Röntgenstrahlen. Diese hat im Vergleich zu einer Röntgenröhre eine sehr viel höhere Intensität, sind vollständig polarisiert und haben durch die Verteilung der Elektronen im Ring eine Zeitstruktur.

Undulatoren erzeuge ein periodisches (cm-Bereich) Magnetfeld im Speicherring, wodurch Elektronen/Positronen eine schmalbandige Synchrotronstrahlung mit geringer Divergenz abstrahlen.

Wiggler sind stärkere Magneten im Speicherring, die durch stärkere Ablenkung ein breitbandiges Spektrum mit großer Divergenz erzeugen. [2, 3, 1]

2.2 Wechselwirkung zwischen Röntgenstrahlen und Materie

(a) Wie können Röntgenstrahlen mit Materie wechselwirken?

Treffen Röntgenstrahlen auf Materie, treten Streuung und Absorption auf. Die Streuung tritt bei Kristallen oder Materialien mit ausreichender Kleinheit der zugrundeliegenden Struktur auf und ist stark abhängig von der Wellenlänge. Es kann sowohl elastische als auch inelastische Streuung auftreten. Die Absorption wird durch drei Effekte geprägt: Dem Photoeffekt (Ionisation eines Elektrons aus tiefer Schale), Compton-Effekt (Übertragung eines Energieteils auf Elektron äußerer Schale) und Paarbildung (Erzeugung eines Elektron- Positron- Paares).[3]

(b) Anwendungen der Röntgenstrahlung

In der Medizin wird Röntgenstrahlung zur Diagnose (Knochenbrüche) und Behandlung (Krebstherapie), in der Technik zur Qualitätsprüfung und Materialuntersuchung und in der Wissenschaft zur Struktur- und Probenanalyse verwendet.

2.3 Absorption

(a) Absorptionsgesetz

Die Absorption $P(x)$ für die Schwächung monochromatischer Strahlung beim Durchgang durch Materie wird durch

$$P(x) = P_0 \cdot \exp^{-\mu \cdot x} \quad (2.1)$$

beschrieben. Hier bei ist x die Eindringtiefe, P_0 die Leistung vor dem Eintritt in das Material und μ der Abschwächungskoeffizient. Dieser setzt sich aus dem Absorptionskoeffizienten μ_A und dem Streukoeffizienten $\mu_S = \mu_{Ph} + \mu_C + \mu_P$ wie folgt zusammen: $\mu = \mu_A + \mu_S$.

(b) Entstehung der Absorptionskanten

Der Absorptionskoeffizient $\mu_A = n \cdot \sigma_a$ setzt sich aus Teilchenzahldichte n und Absorptionsquerschnitt σ_a zusammen. Bei der Messung von σ_a findet man $\sigma_a \propto \lambda^3$, jedoch treten bei bestimmten Wellenlängen λ_k Sprünge auf die als *Absorptionskanten* bezeichnet werden und charakteristisch für Materialien sind. Bei kleinen Energien $h \cdot \nu$ werden Elektronen der obersten Schalen ionisiert. Höhere Energien heben Elektronen aus niedrigeren Schalen in die höheren an bis die Ionisationsenergie $h \cdot \nu_k$ der k -ten Schale erreicht wird und somit dann sehr viel mehr Elektronen zum Absorptionsquerschnitt beitragen. Das Erreichen der k -ten Ionisierungsenergie verursacht dann den Sprung von σ_a bei λ_k . In anderen Worten: Die Übergangswahrscheinlichkeit ein Elektron durch ein Photon anzuregen ist am höchsten, wenn das Photon genau die Übergangsenergie besitzt. Je größer die Differenz zwischen Photonenergie und Anregungsenergie, desto geringer ist Übergangswahrscheinlichkeit.[3]

2.4 Kristall und Kristallstruktur

(a) **Kristall**

Kristalle sind Festkörper, die eine periodische Anordnung von Atomen/Molekülen aufweisen. Dabei kann man zwischen Einkristallen, Quasi-Kristallen und Flüssigkristallen unterscheiden, wobei man normalerweise unter dem Begriff Kristall den Einkristall versteht. Kristallstrukturen kommen in Salzen, Metallen und in organischen Stoffen wie Zucker.

Im menschlichen Körper weisen die Knochen eine kristalline Struktur auf.

(b) **Kristallstruktur**

Die Struktur von Kristallen setzt sich aus dem mathematischen Punktgitter/ Translationsgitter und der atomaren Basis zusammen.

Die Struktur kann helfen den Aufbau von Materialien zu verstehen und verschiedenste Eigenschaften des Kristalls vorherzusagen und zu verstehen.

(c) **Symmetrie**

Symmetrie ist die Eigenschaft eines Objektes unter einer bestimmten Transformation unverändert zu bleiben.

(d) **Kubische Symmetrie und kubisches Gitter**

Das kubische Gitter ist als Bravaisgitter mit gleichen Seitenlängen und identischen Winkeln definiert. Die kubische Symmetrie weist die höchste Symmetrie unter den Bravaisgittern auf. Diese sind Inversionssymmetrie am Mittelpunkt der Einheitszelle, sechs Symmetrieebenen und Rotationssymmetrie.

(e) **Wo in der Elementarzelle sitzen die Atome?**

Die Atome sitzen in der Elementarzelle an den Ecken der Zelle. Hat jede Elementarzelle nur einen Gitterpunkt, nennt man sie primitives Gitter. Bei kubisch raumzentrierten Gittern (bcc-Struktur) sitzt neben den Atomen an den Ecken ein einzelnes im Zentrum der Elementarzelle. Bei kubisch flächenzentrierten Gittern (fcc-Struktur) sitzen zusätzlich zu den Eckatomen Atome in den Zentren der Flächen, die durch die äußeren Atome aufgespannt werden. [3]

2.5 Beugung von Röntgenstrahlen

(a) **Was versteht man unter Beugung?**

Unter Beugung oder auch Diffraktion versteht man die Ablenkung einer Welle (Licht, mechanische Welle, ...) an einem Hindernis.

(b) **Laue-Bedingung**

Man betrachtet ein atomares Gitter. An den einzelnen Atomen kann Licht gebeugt werden. Dieser Effekt ist sichtbar (messbar), wenn die an den einzelnen Atomen elastisch gestreuten Teilwellen konstruktiv interferieren. Dies ist der Fall, wenn der Gangunterschied Δs der gestreuten Teilwellen gleich einem ganzzahligen Vielfachen der Wellenlänge ist - $\Delta s = m\lambda$. Sei nun \vec{k} der Wellenvektor der einfallenden

Strahlung und \vec{k}' der Wellenvektor der ausfallenden Strahlung mit $|\vec{k}| = |\vec{k}'| = k$, da elastische Streuung betrachtet wird. Die beiden Atome, an denen gestreut wird, sind verbunden durch den Translationsvektor $\vec{T} = m_1\vec{a} + m_2\vec{b} + m_3\vec{c}$, wobei $\vec{a}, \vec{b}, \vec{c}$ die Gittervektoren sind und $m_i \in \mathbb{Z}$ gilt. Mithilfe von \vec{T} und den Wellenvektoren kann der Wegunterschied auch folgendermaßen geschrieben werden:

$$\Delta s = \frac{1}{k} \vec{T} \cdot (\vec{k} - \vec{k}') = \frac{1}{k} \vec{T} \cdot \Delta \vec{k} \quad (2.2)$$

Mit $k = 2\pi/\lambda$ und der Bedingung für konstruktive Interferenz $\Delta s = m\lambda$, kann Gl. (2.2) umgeschrieben werden zu:

$$\vec{T} \cdot \Delta \vec{k} = 2\pi m \quad \Leftrightarrow \quad \exp(\vec{T} \cdot \Delta \vec{k}) = 1 \quad (2.3)$$

Vergleicht man diesen Ausdruck mit der Definition für reziproke Gittervektoren \vec{G}

$$\vec{T} \cdot \vec{G} = 2\pi m \quad \Leftrightarrow \quad \exp(\vec{T} \cdot \vec{G}) = 1 \quad (2.4)$$

so fällt auf, dass man nur dann konstruktive Interferenz erhält, wenn die Änderung des Wellenvektors $\Delta \vec{k}$ gleich einem reziproken Gittervektor \vec{G} ist. Dies ist die Laue-Bedingung.

(c) **Bragg-Bedingung**

In der Bragg-Theorie wird angenommen, dass die Atome Ebenen im Abstand d bilden. Einfallende Wellen werden dann an diesen Ebenen um den Winkel ϑ gespiegelt. Wenn der Phasenunterschied zwischen parallel ausfallenden Strahlen passend ist, also wieder einem ganzzahligen Vielfachen der Wellenlänge λ des einfallenden Lichts entspricht, wird konstruktive Interferenz erzielt. Aus geometrischen Überlegungen, welche in Abb. 2.1 nachvollziehbar sind, erhält man die Bragg-Bedingung für konstruktive Interferenz:

$$2d \sin(\vartheta) = m\lambda \text{ mit } m \in \mathbb{Z} \quad (2.5)$$

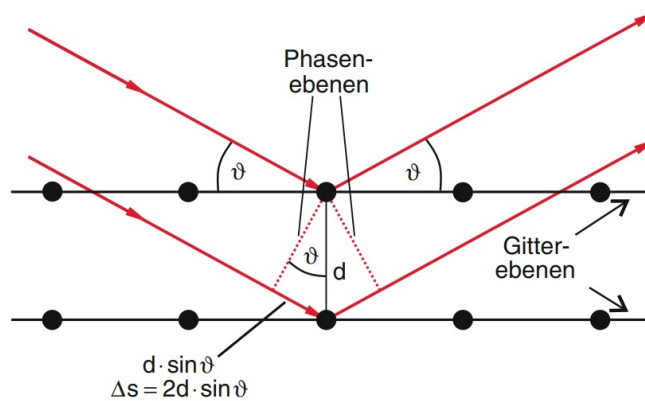


Abbildung 2.1: Bragg-Reflexion an Ebenen eines Kristalls [3]

(d) **Interferenzbedingungen**

Um Beugungsreflexe zu sehen, muss die Laue-Bedingung oder äquivalent die Bragg-Bedingung erfüllt sein. Betrachtet man die Bragg-Bedingung - $2d \sin(\nu) = m\lambda$, fällt auf, dass man Bestrahlung mit monochromatischer Röntgenlicht der Wellenlänge λ noch mehr oder weniger zwei einstellbare Parameter hat. Der Ebenenabstand d ist zwar prinzipiell durch die Probe festgelegt, jedoch lassen sich je nach Kristallstruktur verschiedene Ebenen mit anderen d finden je nach Ausrichtung des Kristalls. Und man kann natürlich den Einfallswinkel ν des Röntgenstrahls kontinuierlich anpassen. [3]

2.6 Zentriertes Gitter

(a) **Was ist ein zentriertes Gitter?**

Oft ist die Symmetrie und Metrik eines Gitters deutlicher, wenn man dieses mit orthogonalen Translationsvektoren $\vec{a}, \vec{b}, \vec{c}$ beschreibt. Jedoch lassen sich dann nicht mehr alle Punkte \vec{R}_i des eigentlichen Translationsgitters durch diese orthogonalen Basisvektoren erzeugen - also durch $\vec{R}_i = n_i\vec{a} + m_i\vec{b} + l_i\vec{c}$ beschreiben mit $n_i, m_i, l_i \in \mathbb{Z}$. Man erhält nun zusätzliche Gitterpunkte. Die Translationsvektoren spannen einen Quader auf. Liegen die zusätzlichen Gitterpunkte jeweils zentriert auf dessen Seitenflächen, spricht man von einem *flächenzentrierten Gitter*. Liegt ein zusätzlicher Gitterpunkt in der Mitte des Quaders, nennt man es ein *raumzentriertes Gitter*. Liegen zwei zusätzliche Gitterpunkte auf zwei gegenüberliegenden Quaderflächen, erhält man ein *basiszentriertes Gitter*. Das basiszentrierte Gitter kann man auch erhalten, wenn nur zwei Translationsvektoren senkrecht aufeinander stehen (monoklin basiszentriert). Die verschiedenen Typen der zentrierten Gitter sind in folgender Abbildung dargestellt:

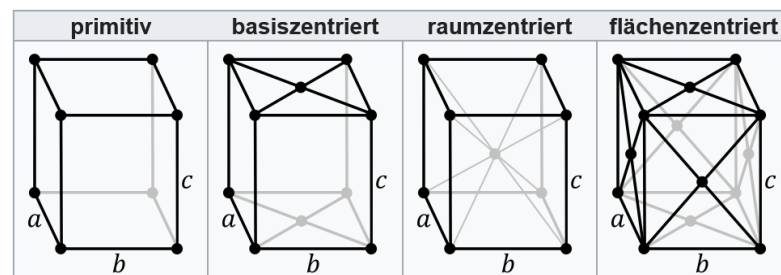


Abbildung 2.2: zentrierte Gitter

Will man nun die Anzahl der Gitterpunkte pro Elementarzelle N_{GP} angeben, muss man beachten, dass Gitterpunkte an den Ecken der Elementarzellen zu je einem Achtel den angrenzenden Zellen gehören und Gitterpunkte an Seitenflächen zur

Hälfte. Man findet:

$$\begin{aligned} \text{basiszentriert : } N_{\text{GP}} &= 2 \\ \text{flächenzentriert : } N_{\text{GP}} &= 4 \\ \text{raumzentriert : } N_{\text{GP}} &= 2 \end{aligned} \quad (2.6)$$

Die zusätzlichen Gitterpunkte findet man bei:

$$\begin{aligned} \vec{R}_i &= n_i \vec{a} + m_i \vec{b} + l_i \vec{c} \text{ mit } n_i, m_i, l_i \in \mathbb{Z} \\ \text{basiszentriert : } \vec{R}_i &+ \frac{1}{2} \vec{a} + \frac{1}{2} \vec{b} \\ \text{flächenzentriert : } \vec{R}_i &+ \frac{1}{2} \vec{a} + \frac{1}{2} \vec{b} \\ &\vec{R}_i + \frac{1}{2} \vec{a} + \frac{1}{2} \vec{c} \\ &\vec{R}_i + \frac{1}{2} \vec{b} + \frac{1}{2} \vec{c} \\ \text{raumzentriert : } \vec{R}_i &+ \frac{1}{2} \vec{a} + \frac{1}{2} \vec{b} + \frac{1}{2} \vec{c} \end{aligned} \quad (2.7)$$

(b) **Systematische Auslösung**

Durch die zusätzlichen Gitterpunkte werden manche Bragg-Reflexe, die man bei einem kubischen Gitter erwarten würde, quasi unsichtbar aufgrund destruktiver Interferenz. Anhand dessen kann man Auswahlregeln für die Gitterindizes (hkl) bestimmen. Für ein fcc-Gitter liefern zum Beispiel nur (hkl)-Tripel einen sichtbaren Beitrag, bei denen alle Einträge gerade oder alle Einträge ungerade sind. [1]

2.7 Pulverdiffraktogramm

(a) **Auswerten eines Diffraktogramms**

Aus einem Diffraktogramm können verschiedene Informationen über den Kristall gewonnen werden. So kann von den Reflexpositionen auf die Gitterstruktur geschlossen werden. Dies geschieht unter Zuhilfenahme der Bragg- oder Laue-Bedingung. Außerdem kann man durch die Intensität, die mit dem Strukturfaktor zusammenhängt - wie im folgenden noch erläutert wird - auf die Lage und Art der einzelnen Atome im Kristallgitter schließen. Anhand der Peakbreite und -form kann man zudem auch auf die Domänengröße und etwaige Kristalldefekte schließen. Die Domänengröße ist ein Maß dafür, auf welchen Skalen der Kristall homogen ist, da ein realer Kristall nur eine endliche Ausdehnung besitzt. Zudem sorgt die endliche Höhe des Fokus und der Zählerblende für den sogenannten Effekt der axialen Divergenz, welcher eine Asymmetrie in der Peakform bewirkt.

(b) **Atomformfaktor und Strukturfaktor**

Der Atomformfaktor f beschreibt die Winkelabhängigkeit der Intensität der gestreuten Strahlung. Mit zunehmenden Streuwinkel ist er monoton abnehmend. Die

2 Fragen zur Vorbereitung

genaue Abhängigkeit vom Streuwinkel geht aus der radialen Elektronendichteverteilung des betreffenden Atoms hervor. Der Strukturfaktor F_{hkl} ist folgendermaßen definiert:

$$F_{hkl} = \sum_{i=1}^n f_i \exp(2\pi \vec{h} \cdot \vec{x}_i) \quad (2.8)$$

Dabei ist n die Anzahl der Atome in der Elementarzelle; der Streuvektor \vec{h} ist durch seine Komponenten h, k, l charakterisiert. f_i ist der Atomformfaktor und \vec{x}_i sind die Koordinaten des jeweils i -ten Atoms. Der Strukturfaktor beschreibt quasi die Gesamtstreuungskraft.

(c) Berechnung der Intensität

Die Intensität eines Röntgenreflexes mit den Indizes hkl ist proportional zum Betragsquadrat des zugehörigen Strukturfaktors:

$$I_{hkl} \propto |F_{hkl}|^2 \quad (2.9)$$

In den Proportionalitätsfaktor fließen verschiedene Faktoren mit ein. Unter anderem die Intensität I_0 und die Wellenlänge λ des Primärstrahls. Außerdem der sogenannte Lorentzfaktor, welcher bei Experimenten mit bewegten Kristallen berücksichtigt, dass Reflexe mit zunehmenden Streuwinkel während der Kristallbewegung länger in Reflexionsstellung bleiben und somit die Intensität scheinbar zunimmt. Der Polarisationsfaktor berücksichtigt, dass die Intensität abhängt vom Winkel zwischen der Eingangs- und Ausgangspolarisation. Oft werden Lorentz- und Polarisationsfaktor zusammengefasst als Lp . Da Röntgenstrahlung nicht nur gestreut, sondern auch von der Probe absorbiert werden kann, benötigt man zudem den Absorptionskorrekturfaktor A . Damit zusammenhängend ist der Extinktionsfaktor E , welcher quasi die Wellenlängenabhängigkeit der Absorption modelliert. Die Flächenhäufigkeit H berücksichtigt die Anzahl symmetrisch äquivalenter Reflexe, die jeweils in einer Pulverlinie zusammenfallen. Außerdem gibt es noch einen Skalierungsfaktor S . Insgesamt ergibt sich für die Intensität:

$$I_{hkl} = I_0 \cdot S \cdot \lambda^3 \cdot A \cdot E \cdot Lp \cdot H \cdot |F_{hkl}|^2 \quad (2.10)$$

(d) Temperaturfaktor

Der Temperaturfaktor oder auch Debye-Waller-Faktor modelliert die Temperaturabhängigkeit des Atomformfaktors f . Da bei zunehmender Temperatur auch die Auslenkung der Schwingungen um ihre Gleichgewichtslage zunimmt, nimmt die Streukraft weiter ab. Für den einfachsten Fall einer isotropen Auslenkung kann man nun den temperaturabhängigen Atomformfaktor f^T schreiben:

$$f^T = f \exp\left(-8\pi^2 U^2 \frac{\sin^2 \theta}{\lambda^2}\right) \quad (2.11)$$

Dabei ist θ der Streuwinkel, λ die Wellenlänge der Primärstrahlung und U die mittlere Auslenkung des Atoms.

(e) **Untergrund eines Pulverdiffraktogramms**

Der Untergrund eines Pulverdiffraktogramms setzt sich aus verschiedenen Komponenten zusammen. Zum einen sorgen fremde Wellenlängenanteile der monochromatischen Strahlung für zusätzlichen Hintergrund. Außerdem spielen Gaspartikel im Strahlengang oder auch die Probenhalterung eine Rolle. Zudem sorgt auch der Compton-Effekt durch unelastische Streuung an der Probe für unerwünschte Effekte. Für kleine Winkel ist der Untergrund oft stärker, da in diesem Bereich der Aufbau sensibler für minimale Änderungen in der Wellenlänge ist. [1]

3 Auswertung und Diskussion

3.1 Röntgenstrahlabsorption

In diesem Teil der Auswertung soll anhand der Lage der Absorptionskanten im Emissionsspektrum der Wolframröhre mit einer Metallfolie (Label 3) der Dicke $x = 2,5 \cdot 10^{-3}$ cm, deren Material bestimmt werden.

3.1.1 Kalibrierung

Dazu soll zunächst anhand des Emissionsspektrums ohne Absorberfolie die "x-Achse" kalibriert werden, also wie sich die Intensität gegenüber des $2\theta = \omega$ -Winkels (vgl. Versuchsaufbau) und damit einhergehend der Wellenlänge λ verhält. Das Spektrum wurde (mit und ohne Absorberfolie) zwischen $5,0^\circ$ und $51,0^\circ$ aufgenommen mit einer Schrittweite von $\Delta\omega = 0,02^\circ$, wobei die Integrationszeit für größere Winkel vergrößert wurde. Zunächst werden mittels der *trial and error*-Methode und durch Berücksichtigung der Intensität, verschiedene Wellenlängen umgerechnet in ω der erlaubten Übergänge von Wolfram, den charakteristischen Peaks im gemessenen Emissionsspektrum zugeordnet. Die Umrechnung von λ in ω kann durch Umstellen der Bragg-Bedingung erzielt werden, da die Peaks im Röntgenspektrum dann sichtbar sein sollten, wenn sie diese Bedingung erfüllen. Es folgt

$$\omega = \arcsin\left(\frac{n\lambda}{2d}\right). \quad (3.1)$$

Dabei ist n die Beugungsordnung und d der Netzebenenabstand des verwendeten kubischen CaF_2 -Kristalls. Dieser besitzt eine Gitterkonstante von $a = (5,463 \pm 0,001) \text{ \AA}$. Da an der Ebene $(hkl) = (220)$ gebeugt wurde, lässt sich d ermitteln über

$$d = \sqrt{\frac{a^2}{h^2 + k^2 + l^2}} \approx 1,9315 \text{ \AA} \quad (3.2)$$

Der Fehler ist klein und wird im Folgenden vernachlässigt. Die Wellenlängen der Übergänge wurden folgender Datenbank entnommen: *National Institute of Standards and Technology: X-ray transition energies database*. Die Peaks ließen sich dann den zugehörigen Peaks der Lyman-Serie zuweisen. Man kann nun die theoretische Lage der Peaks mit der gemessenen vergleichen, wie in folgender Abbildung visualisiert ist:

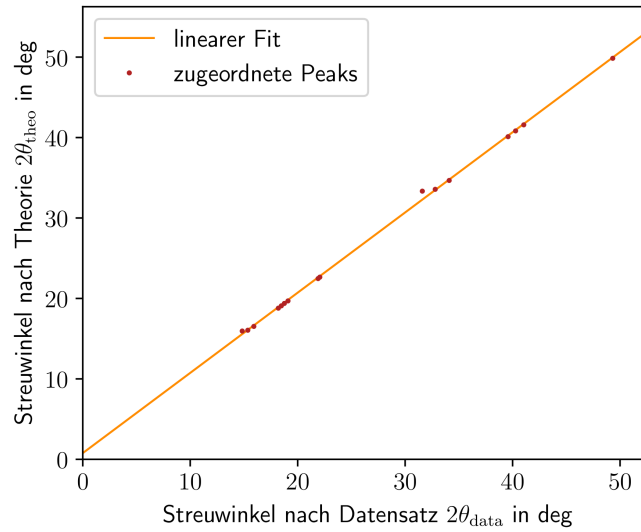


Abbildung 3.1: Gezeigt sind die Lagen der charakteristischen Peaks des Wolfram-Röntgenspektrums. $2\theta_{\text{data}}$ ist dabei die gemessene Lage und $2\theta_{\text{theo}}$ die Theoretische. Durch einen linearen Zusammenhang lassen sich beide verbinden.

Man erkennt, dass sich die theoretischen Werte über eine lineare Transformation aus den gemessenen bestimmen lassen.

$$2\theta_{\text{theo}} = a \cdot 2\theta_{\text{data}} + b \quad (3.3)$$

Mit der Pythonfunktion `scipy.curve_fit` wird die Steigung a und der Offset b ermittelt.

$$\begin{aligned} a &= 0.997 \pm 0.007 \\ b &= 0,7^\circ \pm 0,2^\circ \end{aligned} \quad (3.4)$$

Damit kann das Spektrum korrigiert werden, in dem zunächst die gemessenen Beugungswinkel mit Gl. (3.3) kalibriert wird und dann über folgenden Zusammenhang

$$\lambda = 2d \sin(2\theta) \quad (3.5)$$

in Wellenlänge λ umgerechnet wird, wobei $n = 1$ gesetzt wurde. Das kalibrierte Spektrum mit den beschrifteten Bragg-Reflexen ist in Abb. 3.2 zu sehen.

3.1.2 Identifizierung der Metallfolie

In diesem Teil der Auswertung soll anhand des Emissionsspektrums mit Absorberfolie im Strahlengang das Metall der Absorberfolie bestimmt werden. Das Emissionsspektrum mit und ohne Absorberfolie ist in Abb. 3.3 dargestellt. Um die charakteristischen Absorptionskanten des Metalls gerade bei höheren Wellenlängen besser zu sehen wurde eine logarithmische Darstellung gewählt. Die Lage Element-charakteristischen K -Absorptionskanten

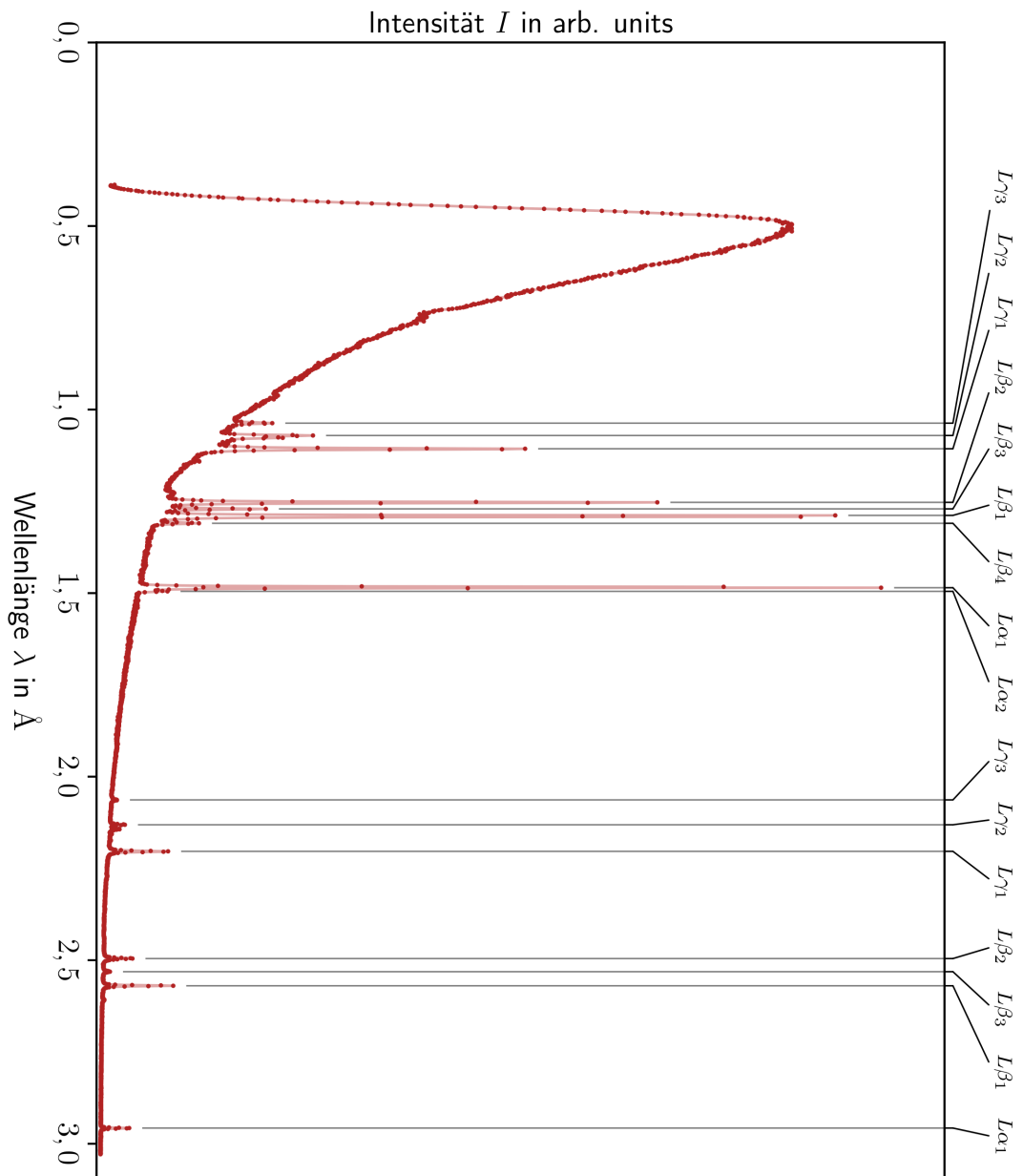


Abbildung 3.2: Kalibriertes Emissionsspektrum der Wolframröhre. Die Peaks sind mit ihrer Siegbahn-Bezeichnung beschriftet. Dabei sind links im Spektrum die Peaks der Beugungsordnung $n = 1$ und rechts $n = 2$.

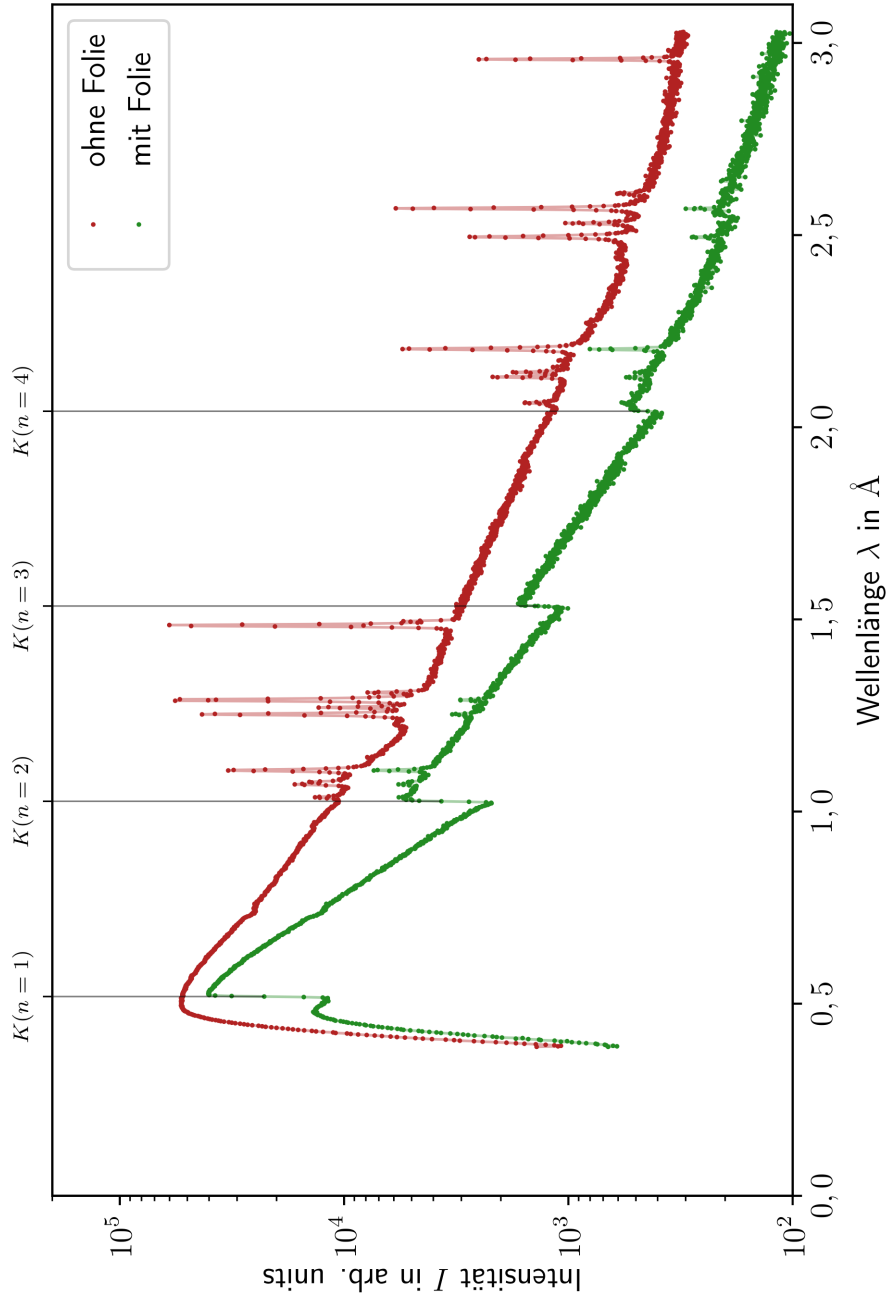


Abbildung 3.3: Kalibriertes Emissionsspektrum der Wolframröhre mit und ohne Absorberfolie. Im Spektrum mit Metallfolie sind die charakteristischen Absorptionskanten erkennbar und beschriftet.

3 Auswertung und Diskussion

bezüglich der Wellenlänge λ nimmt mit steigender Ordnungszahl ab, da quasi ein Photon mit höherer Energie benötigt wird, um ein Elektron aus der K -Schale zu ionisieren. Die linke Absorptionskante im Spektrum kann der Lage der K -Kante des gesuchten Metalls zugeordnet werden. Die Lage im gemessenen Spektrum liegt bei

$$(0,519 \pm 0,018) \text{ \AA}. \quad (3.6)$$

Dies wurde mit den Werten der Datenbank der Universität Washington (URL: <http://skuld.bmsc.washington.edu/scatter/periodic-table.html>) verglichen. Dabei ergab sich die beste Übereinstimmung für Palladium Pd mit einer K -Absorptionskante bei $\lambda_{\text{Pd}} = 0,5092 \text{ \AA}$ und einer Dichte von $\rho = 12,02 \text{ g cm}^{-3}$. Doch auch das Element Rhodium Rh läge mit einer K -Absorptionskante bei $\lambda_{\text{Rh}} = 0,5340 \text{ \AA}$ noch im Fehlerintervall und auch Silber Ag besitzt mit $\lambda_{\text{Ag}} = 0,4859 \text{ \AA}$ auch einen vergleichbaren Wert. In folgenden Rechnungen wird angenommen, dass es sich bei dem Metall um Palladium handelt. Für Palladium sind zudem in der Datenbank noch folgende Kanten angegeben:

$$\begin{array}{ll} L - I & 3,4399 \text{ \AA} \\ L - II & 3,7229 \text{ \AA} \\ L - III & 3,9071 \text{ \AA} \end{array} \quad (3.7)$$

Diese liegen jedoch alle außerhalb des Messbereichs. Die drei weiteren sichtbaren Kanten sind die K -Kanten mit höherer Beugungsordnung n . Diese liegen bei $n \cdot \lambda_{\text{Pd}}$. Im Spektrum 3.3 sind neben $n = 1$ auch die Ordnungen $n = 2, 3, 4$ zu sehen. Nun soll noch der Massenabsorptionskoeffizient $\mu/\rho(\lambda)$ rund um die $K(n = 1)$ -Kante betrachtet werden. Dazu wird das Spektrum links und rechts um die Kante herum im Abstand von 40 Messpunkten ausgeschnitten. Der Massenabsorptionskoeffizient lässt sich folgendermaßen berechnen:

$$\frac{\mu}{\rho}(\lambda) = -\frac{1}{\rho x} \ln \left(\frac{I_{\text{mit}}}{I_{\text{ohne}}} \right) \quad (3.8)$$

Dabei ist $x = 2,5 \cdot 10^{-3} \text{ cm}$ die Dicke der Metallfolie, $\rho = 12,02 \text{ g cm}^{-3}$ die Dichte von Palladium, I_{mit} das Röntgenspektrum mit Palladiumfolie im Strahlengang und I_{ohne} das Röntgenspektrum ohne Palladiumfolie im Strahlengang. Die Ergebnisse sind in folgender Abbildung gezeigt:

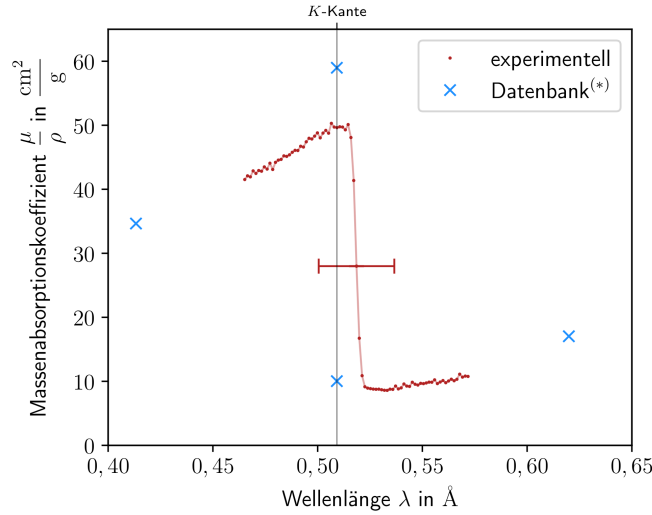


Abbildung 3.4: Massenabsorptionskoeffizient um die K -Kante von Palladium mit zusätzlichen Werten aus der Datenbank des *National Institute of Standards and Technology* (URL: <https://physics.nist.gov/PhysRefData/XrayMassCoef/ElemTab/z45.html>)

Man erkennt, dass die Absorptionskante im Fehlerintervall mit der theoretischen Kante übereinstimmt. Außerdem sind die gemessenen Werte gut vergleichbar mit denen aus der Datenbank. Der Verlauf ist zudem stimmig. Für kleine Wellenlängen, also große Energien, kann ein Elektron aus der K -Schale durch Absorption, ionisiert werden. Dies klappt am besten (vgl. Fragen zur Vorbereitung), wenn die Photonenergie gleich der Ionisierungsenergie der K -Schale ist. Ist die zugehörige Wellenlänge kleiner, also die Energie größer, so ist zwar genug Energie zur Ionisation da, aber es wird weniger absorbiert, da nach quantenmechanischen Regeln, die Übergangswahrscheinlichkeit maximal wird für übereinstimmende Energien (Photonenergie und Ionisationsenergie). Wird die Wellenlänge größer als die Absorptionskante kann das K -Elektron nicht mehr ionisiert werden und somit auch an dieser Stelle kein Photon absorbiert werden. Dies sorgt für die schlagartige Abschwächung des Massenabsorptionskoeffizienten. Für größere Wellenlängen steigt der Koeffizient jedoch wieder an, da es dann immer wahrscheinlicher wird, dass das einfallende Photon ein Elektron aus der L -Schale ionisiert.

3.1.3 Beurteilung der Messung

Zunächst soll der Messbereich beurteilt werden. Dazu wird erst berechnet, welchen Wellenlängenbereich der Aufbau theoretisch abdecken würde. Für die minimale Wellenlänge gilt, dass dann die gesamte elektrische Energie aus der Beschleunigungsrohre in Strahlungsenergie umgewandelt worden ist. Also

$$eU = \frac{hc}{\lambda_{\min}} \quad (3.9)$$

3 Auswertung und Diskussion

Dabei ist e die Elementarladung und $U = 50 \text{ keV}$ die Beschleunigungsspannung. c ist die Lichtgeschwindigkeit und h das Planck'sche Wirkungsquantum. Damit ergibt sich für die minimale Wellenlänge

$$\lambda_{\min} \approx 0,25 \text{ \AA} \quad (3.10)$$

beziehungsweise in Winkel umgerechnet

$$2\theta_{\min} \approx 3,68^\circ. \quad (3.11)$$

Eine maximale Wellenlänge gibt es theoretisch nicht, jedoch gibt es das Problem, dass die Intensität mit zunehmender Wellenlänge stark abnimmt und somit schwer detektierbar ist. Der minimale Winkel ist ungefähr vergleichbar mit dem minimal gemessenen Winkel von 5° . Da in diesem Bereich, der nicht aufgezeichnet wurde, die Bremsstrahlung dominant ist, ist es eine sinnvolle untere Grenze. Auch die obere Grenze von 51° ist durchaus sinnvoll, da in diesem Bereich die Intensität nur noch sehr schwach ist und auch die Peaks nicht besonders ausgeprägt sind. Der Intensitätsabnahme kann man noch etwas gegensteuern, indem man die Integrationszeit erhöht, wie es in diesem Versuch gemacht wurde, was auch für größere Wellenlängen schöne - im Sinne von nicht allzu verrauschten - Spektren liefert. Die Schrittweite war sinnvoll, da man auf den meisten Peaks mindestens 6 Messpunkte liegen hatte, was eine klare Abgrenzung zu anderen Peaks ermöglicht. Nun soll noch diskutiert werden, wie groß die Beschleunigungsspannung hätte sein müssen, um die $K\alpha$ -Linien von Wolfram noch detektieren zu können. Dazu setzen wir in Gl. (3.9) $\lambda_{\min} = 0,2 \text{ \AA}$, was der Lage der $K\alpha$ -Linie entspricht. Man findet aufgelöst nach der Spannung, dass diese mindestens 62 keV hätte betragen müssen. Am besten ein bisschen größer, damit der Peak nicht im „Buckel“ der Bremsstrahlung untergeht.

3.2 Kristallstruktur von NaCl

3.2.1 Gitterparameter

In diesem soll die Kristallstruktur von NaCl bestimmt werden. Allerdings stellte sich am Versuchstag nach der Messung heraus, dass das Diffraktometer PDS120 nicht richtig kalibriert war (siehe Abb. 3.5).

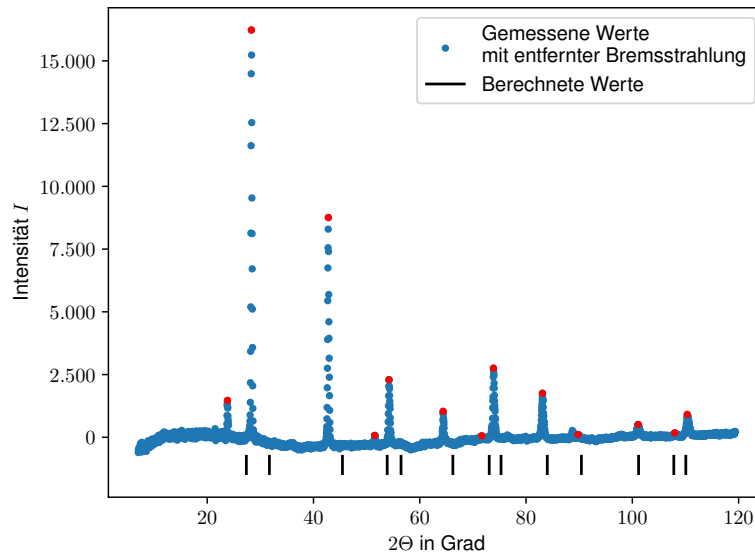


Abbildung 3.5: Diffraktogramm von NaCl mit gemessenen Zählungen als Intensität I in Abhängigkeit vom Streuwinkel 2Θ mit subtrahierter Bremsstrahlung und theoretischen Peaks als vertikale Linien in schwarz

Deswegen wurden zuerst die 2Θ -Winkel berechnet an denen ein Peak zu erwarten war. Dafür wurde auf Wikipedia zurück gegriffen, um den Gitterabstand $5,64 \text{ \AA}$ zu ermitteln und das Wissen, dass es sich um ein kubisches Gitter handelt genutzt. Um das eigene Diffraktogramm zu korrigieren, wurde mit `python` eine gefittete Funktion der Form $f(\Theta) = a + b \exp(-(c\Theta + d))$ von der Intensität subtrahiert um dem Beitrag der Bremsstrahlung zu minimieren. (Fit-Parameter: $a = 483$, $b = 73,6$, $c = 4,69 \cdot 10^{-2}$, $d = -4,55$, Fitting mit `scipy.optimize.curvefit`)

3 Auswertung und Diskussion

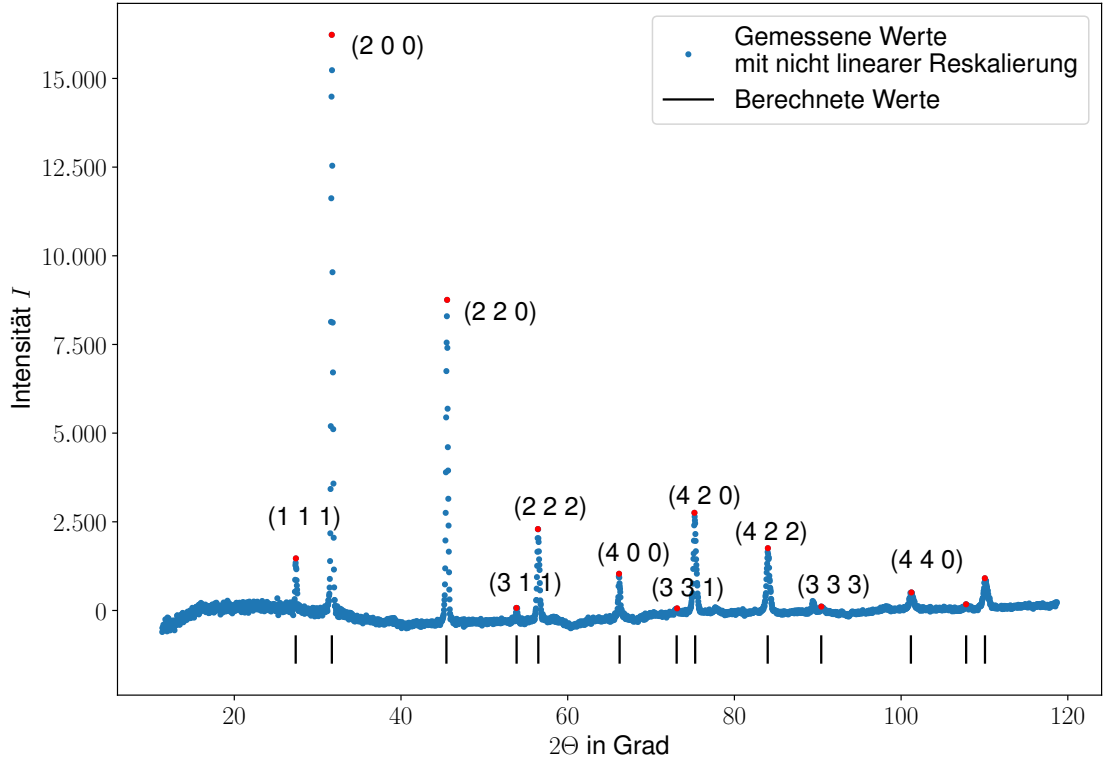


Abbildung 3.6: Diffraktogramm von NaCl mit gemessenen Zählungen als Intensität I in Abhängigkeit vom Streuwinkel 2Θ mit subtrahierter Bremsstrahlung und theoretischen Peaks als vertikale Linien in schwarz mit reskalierter 2Θ -Achse. Zusätzlich Laue-Indizes an jeweiligen Peaks und abgelesene Peaks in rot.

Anschließend wurden, da die Verschiebung nicht linear war, peak- Wert an die theoretischen Werte von Θ angepasst. Dazu wurde folgende Fit-Funktion, die in erster Näherung an die Sinusmodulation herankommen sollte, verwendet

$$f(\Theta_{[\text{Auge}]}) = g + h * \Theta_{[\text{Auge}]} \quad (3.12)$$

mit $g \approx 4,64$ und $h \approx 0,955$. Das Resultat kann man in Abb. 3.6 sehen. Die so angepassten Werte stimmen relativ gut überein. Um $2\Theta_{[\text{Fit}]}$ und $FWHM$ in $^\circ$ zu erhalten wurde überall die pseudo-Voigt-Funktion (`lmfit.models.PseudoVoigtModel`) verwendet, allerdings stellte sich das Integrieren als nicht trivial heraus, weswegen es ausgelassen wurde. Die so ermittelten Daten stehen in Tabelle 3.2.1. Dabei fällt auf, dass die Halbwertsbreite $FWHM$ für steigenden 2Θ -Winkel fast kontinuierlich abnimmt.

3.2 Kristallstruktur von NaCl

Peak-Nr.	$2\Theta_{[\text{Auge}]}$ in $^\circ$	$2\Theta_{[\text{Fit}]}$ in $^\circ$	$FWHM$ in $^\circ$
1	$27,72 \pm 0,03$	$27,716 \pm 0,003$	$0,215 \pm 0,011$
2	$31,97 \pm 0,03$	$31,9775 \pm 0,0011$	$0,214 \pm 0,003$
3	$45,63 \pm 0,03$	$45,6119 \pm 0,0024$	$0,259 \pm 0,006$
4	$53,87 \pm 0,06$	/	/
5	$56,40 \pm 0,03$	$56,423 \pm 0,007$	$0,283 \pm 0,019$
6	$65,99 \pm 0,03$	$66,018 \pm 0,012$	$0,21 \pm 0,03$
7	$72,79 \pm 0,06$	/	/
8	$74,92 \pm 0,03$	$74,9735 \pm 0,0023$	$0,364 \pm 0,007$
9	$83,63 \pm 0,03$	$83,647 \pm 0,003$	$0,433 \pm 0,009$

Die am Anfang ermittelten theoretischen Werte der Peaks wurden mit der Bragg-Bedingung

$$2d \sin(\Theta) = m\lambda \quad (3.13)$$

und der Annahme, dass es sich um ein kubisches Gitter handelt und somit der Abstand der Netzebenen

$$d_{\text{hkl}}^2 = \frac{a^2}{h^2 + k^2 + l^2} \quad (3.14)$$

mit den Laue-Indizes h , k , l und dem Gitterabstand a berechnet. Dafür wurde angenommen, dass $m = 1$ ist und konstruktive Interferenz nur dann auftritt, wenn die Laue-Indizes alle gerade oder ungerade sind. Durch Umstellen und Einsetzen erhält man

$$\sin^2(\Theta) = (h^2 + k^2 + l^2) \frac{\lambda^2}{4a^2} \quad (3.15)$$

Da $\frac{\lambda^2}{4a^2}$ konstant ist, kann man daraus die Gitterkonstante a bestimmen.

Peak-Nr.	$2\Theta_{[\text{Fit}]} / ^\circ$	$d / \text{\AA}$	$\sin^2 \Theta$	$\frac{\lambda^2}{4a^2}$	$(h^2 + k^2 + l^2)$	$a / \text{\AA}$	$(h \ k \ l)$
1	$27,716 \pm 0,003$	3,22	0,057	0,0191	3	5,5704	(1 1 1)
2	$31,9775 \pm 0,0011$	2,80	0,076	0,0190	4	5,5930	(0 0 2)
3	$45,6119 \pm 0,0024$	1,99	0,150	0,0137	11	6,5911	(0 2 2)
5	$56,423 \pm 0,007$	1,63	0,224	0,0186	12	5,6447	(2 2 2)
6	$66,018 \pm 0,012$	1,41	0,297	0,0185	16	5,6559	(0 0 4)
8	$74,9735 \pm 0,0023$	1,27	0,370	0,0185	20	5,6605	(0 2 4)
9	$83,647 \pm 0,003$	1,16	0,445	0,0185	24	5,6590	(2 2 4)

Damit ergibt sich der Mittelwert der Gitterkonstante als $\bar{a} = 5,76 \text{\AA}$ was keine große Abweichung von den Anfangs angenommenen $5,64 \text{\AA}$ ergibt. Da für den Fit die Netzebenen und Peakpositionen bereits berechnet wurden, wird der restliche Teil dieser Teilaufgabe ausgelassen.

3.2.2 Systematische Auslöschung und mögliche Raumgruppen

Um die Formeleinheit Z zu bestimmen, wird folgende Formel verwendet

$$Z = \frac{\rho_x \cdot V_{EZ} \cdot N_A}{M_M} = 4 \quad (3.16)$$

Hierbei ist $\rho_x = 2,17 \text{ g/cm}^3$, $V_{EZ} = a^3$, $M_M = 58,44 \text{ g mol}^{-1}$ und $N_A = 6,022 \cdot 10^{23} \text{ mol}^{-1}$. Die Reflexe der Tabelle 3.2.1 werden nun den Reflexklassen hkl , $0kl$, hhl und $00l$ zugeordnet. Dabei ist die gegebene Reflexbedingung immer geradzahlig, d.h. $l = 2n$ oder $h + k = 2n$.

Peak-Nr.	($h \ k \ l$)	Reflexklasse	Reflexbedingung
1	(1 1 1)	hkl	$h + k, h + l, k + l$
2	(0 0 2)	$00l$	l
3	(0 2 2)	hhl	$h + l, l, h$
5	(2 2 2)	hhl	$h + l, l, h$
6	(0 0 4)	$00l$	$l, l = 4n$
8	(0 2 4)	$0kl$	k, l
9	(2 2 4)	hhl	$h, l, h + l$

Damit lässt sich mit der Tabelle aus dem Praktikumsskript die Auswahl auf die folgenden Gruppen einschränken: $F23$, $Fm\bar{3}$, $F432$, $F43m$, $Fm\bar{3}m$, $F43c$ und $Fm\bar{3}c$.

Da es sich also um ein Gittertyp F handelt, ist NaCl folglich flächenzentriert und man hat somit genau 4 Gitterpunkte in einer Elementarzelle, was mit der berechneten Formeleinheit übereinstimmt.

3.2.3 Kristallstruktur und Strukturfaktor

Im folgenden soll anhand der Intensitäten entschieden werden, ob es sich um das vorgeschlagene Strukturmodell A oder B handelt. Sitzt das Natriumatom an $xyz = 0 \ 0 \ 0$ und das Chloridatom auf $xyz = 1/2 \ 1/2 \ 1/2$, dann beträgt der Besetzungsfaktor $n = 1$. Für $xyz = 0 \ 0 \ 0$ und $xyz = 1/4 \ 1/4 \ 1/4$ beträgt der Besetzungsfaktor ebenfalls $n = 1$.

Um die theoretischen Intensitäten der Vorschläge zu berechnen wurden die Tabelle 3.1 als Zwischenschritt verwendet. Dort sind hkl die Laue-Indizes, $L(\Theta) = \frac{1}{\sin \Theta \cos \Theta}$ der Lorentzfaktor, $P(\Theta) = \frac{1 + \cos^2(2\Theta)}{2}$ der Polarisationsfaktor, H_hkl ist die Flächenhäufigkeit,

$$f\left(\frac{\sin \Theta}{\lambda}\right) = \sum_{i=1}^4 \left[a_i \exp\left(-b_i \cdot \left(\frac{\sin \Theta}{\lambda}\right)^2\right) \right] + c \quad (3.17)$$

der Atomformfaktor wobei die Koeffizienten a und b jeweils aus dem Praktikumsskript entnommen wurden,

$$F_{hkl} = \sum_{j=1}^2 [n_j f_j \cdot \exp\{2\pi i \cdot (hx_j + ky_j + lz_j)\}] \quad (3.18)$$

3.2 Kristallstruktur von NaCl

die Strukturamplitude und

$$|F_{hkl}|^2 = F_{hkl} \cdot F_{hkl}^* \quad (3.19)$$

die Strukturamplitude.

Nr.	$2\Theta_{\text{Fit}}$	hkl	L	P	H_{hkl}	f_{Na}	f_{Cl}
1	27,716	(1 1 1)	4,3	0,93	1	8,96	13,53
2	31,9775	(0 0 2)	3,78	0,91	3	8,66	12,69
3	45,6119	(0 2 2)	2,8	0,82	3	7,62	10,55
5	56,423	(2 2 2)	2,4	0,74	1	6,79	9,4
6	66,018	(0 0 4)	2,19	0,67	3	6,11	8,69
8	74,9735	(0 2 4)	2,07	0,6	6	5,54	8,21
9	83,647	(2 2 4)	2,01	0,54	3	5,05	7,85

Nr.	$F_{hkl,A}$	$F_{hkl,B}$	$ F_{hkl} _A^2$	$ F_{hkl} _B^2$
1	8,9+4,81 <i>i</i>	-2,64-2,59 <i>i</i>	102,34	13,66
2	7,74+5,13 <i>i</i>	9,51+2,83 <i>i</i>	86,17	98,48
3	5,57+6,33 <i>i</i>	-1,94-3,90 <i>i</i>	71,13	19,0
5	3,63+6,67 <i>i</i>	8,24+4,66 <i>i</i>	57,66	89,69
6	2,64+7,17 <i>i</i>	8,94+5,80 <i>i</i>	58,3	113,55
8	0,95+6,53 <i>i</i>	0,57-6,31 <i>i</i>	43,49	40,2
9	-0,495,53 <i>i</i>	7,42+6,72 <i>i</i>	30,86	100,22

Tabelle 3.1: Größen zur Berechnung der Intensitäten der Strukturvorschläge A und B

Mit diesen Größen konnten nun die Intensitäten berechnet werden

$$I_{hkl} \propto K \cdot A \cdot L \cdot P \cdot E \cdot H_{hkl} \cdot T \cdot |F_{hkl}|^2 \quad (3.20)$$

Wobei die er Absorptionsfaktor A, der Extinktionsfaktor E und die Temperaturfaktoren T auf 1 gesetzt wurde. Anschließend wurden die Intensitäten noch durch den (2 0 0) Reflex normiert

$$I^{norm} = I_{hkl}/I_{(200)} \quad (3.21)$$

Nr.	hkl	I_A	I_B	I_A^{norm}	I_B^{norm}
1	(1 1 1)	84,0	1053,0	0,018	6,316
2	(0 0 2)	4689,0	167,0	1,0	1,0
3	(0 2 2)	2279,0	2279,0	0,486	13,667
5	(2 2 2)	468,0	12,0	0,1	0,073
6	(0 0 4)	964,0	964,0	0,206	5,783
8	(0 2 4)	1415,0	53,0	0,302	0,321
9	(2 2 4)	544,0	544,0	0,116	3,26

Tabelle 3.2: Berechnete Intensitäten der Strukturvorschläge A und B

3 Auswertung und Diskussion

Da die Integration, wie schon in Kapitel 3.2.1 erwähnt, nicht möglich war, muss hier quantitativ argumentiert werden.

Man kann anhand der Tabelle 3.2 sehen, dass Strukturvorschlag A deutlich besser mit Abbildung 3.6 übereinstimmt als Strukturvorschlag B, wenn man die Höhe der Peaks den Intensitäten ungefähr gleichsetzt. Eventuelle Abweichungen können durch die approximierten Faktoren A, E und T zustande kommen.

3.2.4 Gerätefunktion

Das in Abbildungen 3.5 und 3.6 beobachtete Peakprofil kann als Faltung der Gerätefunktion des Pulverdiffraktometers mit der Probenfunktion betrachtet werden. Die Gerätefunktion hängt von der Geometrie des Diffraktometers ab. Der Beitrag von NaCl zum Peakprofil kann als δ -Distributionen an den jeweiligen Winkeln genähert werden. Deswegen kann die Halbwertsbreitenfunktion als Gerätefunktion genähert werden. Die Halbwertsbreite wird durch

$$FWHM(\Theta) = \sqrt{U \cdot \tan^2 \Theta + V \cdot \tan \Theta + W} \quad (3.22)$$

beschrieben. Um die Parameter $U = 0,407$, $V = -0,278$ und $W = 0,095$ zu ermitteln, wurde wieder `scipy.optimize.curve_fit` verwendet und auf die Werte von Tabelle 3.2.1 zurückgegriffen, wodurch sich Abbildung 3.7 ergab.

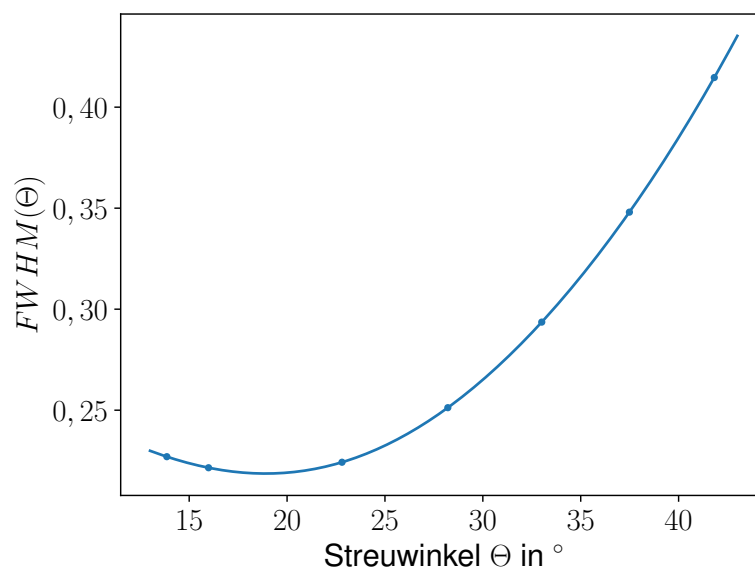


Abbildung 3.7: Halbwertsbreite $FWHM$ als Funktion des Streuwinkels Θ , wobei die Halbwertsbreite etwa der Gerätefunktion entspricht.

Wie man in Abbildung 3.7 erkennen kann, hat die Gerätefunktion bei ungefähr $19,5^\circ$ ein Minimum. Dieses Minimum lässt sich als der Punkt interpretieren, an dem die Streuung

des einfallenden Strahls am Detektor am geringsten ist. Somit geht an diesem Punkt am wenigsten Information verloren und die Messwerte sind dort am genauesten.

3.2.5 Beurteilung der Messung

Da das Pulverdiffraktometer nicht richtig kalibriert war, mussten die zu ermittelten Größen und Geometrien im Vorfeld als Annahmen recherchiert werden um die nicht lineare Verschiebung des Streuwinkels vollziehen zu können. Somit steckten die zu ermittelnden Resultate schon in der Voraussetzung für diese Messung. Mit den angepassten Werten konnten dann allerdings alle gewünschten Größen nachvollzogen werden, z.B. die Intensitätsverteilung, die nicht als Annahme für die Verschiebung der Skala verwendet wurde.

Mit der Annahme, dass das Diffraktometer kalibriert ist, könnte eine Messung durch längere Messungen zum Unterdrücken des Rauschens und einem größeren Streuwinkelbereich, um mehr Peaks zu erfassen, optimiert werden.

4 Fazit

In diesem Versuch haben wir uns mit zwei Anwendungen der Röntgenstrahlung beschäftigt. Zunächst wurde anhand der *Röntgenstrahlabsorption* ein Metall bestimmt. Im anderen Versuchsteil wurde mithilfe von *Röntgenbeugung* mittels eines Pulverdiffraktometers die Kristallstruktur von Kochsalz untersucht.

Literaturverzeichnis

- [1] BOHM, JOACHIM, KLIMM, DETLEF, MÜHLBERG, MANFRED & WINKLER, BJÖRN
2021 *Einführung in die Kristallographie*. Berlin, Boston: De Gruyter.
- [2] DEMTRÖDER, WOLFGANG 2013 *Experimentalphysik 2*. Berlin, Heidelberg: Springer.
- [3] DEMTRÖDER, WOLFGANG 2016 *Experimentalphysik 3*, 7. Berlin, Heidelberg: Springer
Spektrum.
- [4] LEHRSTUHL FÜR KRISTALLOGRAPHIE 2019 Absorption und Beugung von Röntgen-
strahlen.