

---

# **Protokoll:**

## **Drehkristallverfahren**

Clemens Anschütz  
Markus Pawellek

markuspawellek@gmail.com

---

## **Inhaltsverzeichnis**

<b>1 Aufgaben</b>	<b>1</b>
<b>2 Grundlagen</b>	<b>2</b>
2.1 Erzeugung von Röntgenstrahlung . . . . .	2
2.1.1 Röntgenbremsstrahlung . . . . .	2
2.1.2 Charakteristische Röntgenlinien . . . . .	3
2.2 Absorption und Filterung . . . . .	5
2.3 Kristallsymmetrie . . . . .	7
2.4 Beugung von Röntgenstrahlen in Kristallgittern . . . . .	8
2.4.1 Laue-Bedingungen . . . . .	9
2.4.2 Bragg-Bedingung . . . . .	10
2.5 Drehkristallverfahren . . . . .	10
<b>3 Aufbau und Durchführung</b>	<b>13</b>
3.1 Röntgenquelle . . . . .	13
3.2 Die Kamera . . . . .	13
3.3 Justierung der Kristallachse . . . . .	14
<b>4 Messwerte und Auswertung</b>	<b>16</b>
<b>5 Zusammenfassung</b>	<b>23</b>
<b>A Tabellenwerte</b>	<b>24</b>



## 1 Aufgaben

Bestimmen Sie die Gitterkonstante eines kubischen Kristalls mit Hilfe des Drehkristallverfahrens.

- Präparieren Sie einen Kristalle, indem Sie ihn entlang der Hauptnetzebenen spalten und dann durch ein Goniometer entlang der [100], [110] beziehungsweise [111] Drehachse ausrichten und fixieren.
- Fertigen Sie eine Drehkristallaufnahme mit der jeweiligen Drehachse an und bestimmen Sie den Bravaisgittertyp durch Auswertung der Schichtlinienabstände.
- Indizieren Sie die Reflexe (insbesondere der nullten Schichtlinie).
- Bestimmen Sie die Gitterkonstanten sowohl aus den Schichtlinienabständen als auch aus den Reflexpositionen in der nullten Schichtlinie.
- Identifizieren Sie durch Zuordnung der Gitterkonstanten die von Ihnen untersuchte Substanz.
- Vollführen Sie eine ausführliche Fehlerdiskussion der Gitterkonstanten. Berechnen Sie in diesem Zusammenhang die maximale Probenabsorption und diskutieren Sie auch deren Einfluss auf die Genauigkeit der Gitterkonstantenbestimmung.
- Fertigen Sie eine Aufnahme ohne Absorptionsfilter an und interpretieren Sie das Resultat.

## 2 Grundlagen

### 2.1 Erzeugung von Röntgenstrahlung

Röntgenstrahlung bezeichnet elektromagnetische Wellen mit Energien im Bereich von  $10^0$  bis  $10^3$  keV und demnach einen entsprechenden Wellenlängenbereich von  $10^{-3}$  bis  $10^0$  nm. Röntgenstrahlen liegen im elektromagnetischen Spektrum zwischen dem ultravioletten Licht und der Gammastrahlung, mit der sie sich teilweise überschneiden. Sie besitzen sowohl Teilchencharakter, welcher durch das Auftreten des Compton- oder Photoeffekts gezeigt wird, als auch die für diesen Versuch relevanten Welleneigenschaften, wie zum Beispiel die der Beugung an Kristallgittern.

Vor Allem für diese Strahlungsart lässt sich die Beugung an Kristallgittern besonders gut beobachten, weil die Wellenlänge von Röntgenstrahlen eine ähnliche Größenordnung besitzt wie die Gitterkonstanten eines Kristalls. Diese liegt im Bereich von einigen Pikometern.

Im Versuch wird die benötigte Röntgenstrahlung hauptsächlich durch zwei Mechanismen erzeugt. Beide Vorgänge finden in der sogenannten Röntgenröhre statt.

#### 2.1.1 Röntgenbremsstrahlung

In einer Röntgenröhre, wie sie in Abbildung 1 zu sehen ist, treffen stark beschleunigte Elektronen (10 bis 100 keV) auf eine Metallanode. Dort werden sie auf einer sehr kurzen Strecke abgebremst und übertragen somit, wie aus der Elektrodynamik bekannt, einen Teil ihrer Energie auf ein Photon, welches emittiert wird. Je nachdem wie stark und auf welche Weise und in welchem Material die Ladungsträger abgebremst werden, entstehen unterschiedlich energiereiche Röntgenquanten. Das Spektrum der Röntgenröhre ist somit kontinuierlich. Abbildung 2 zeigt die Intensitätsverteilung der verschiedenen Wellenlängen für unterschiedliche Anodenspannungen  $U_A$ .

Im Allgemeinen steigt die Intensität der ausgesendeten Röntgenstrahlung mit der Kernladungszahl des Anodenmaterials. Abbildung 2 zeigt aber auch, dass es eine minimale Wellenlänge der entstehenden Strahlung gibt. Ein Elektron kann innerhalb einer Röntgenröhre nur entlang eines endlichen Weges beschleunigt werden. Es muss also eine obere Schranke für die aufgenommene Energie eines Elektrons geben. Wird ein Elektron abgebremst, so kann es maximal diese Energie wieder in Form von Strahlung abgeben. Die minimale Wellenlänge  $\lambda_{\min}$

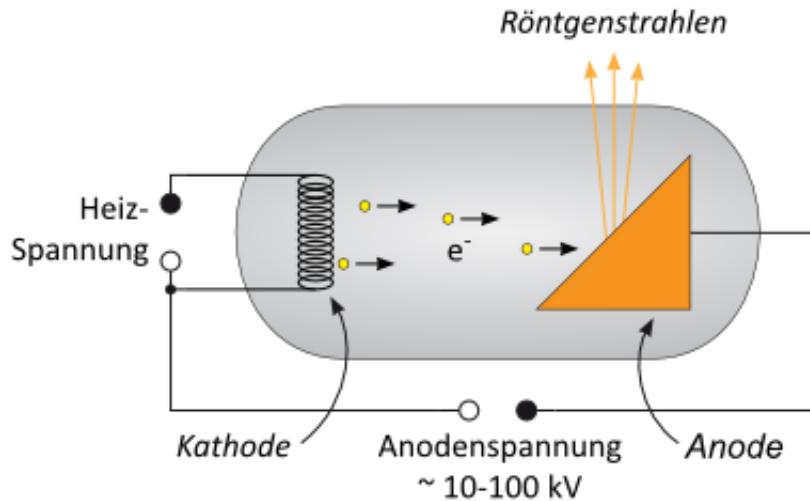


Abbildung 1: grundsätzlicher Aufbau einer Röhre zur Erzeugung von Röntgenstrahlung  
 Quelle: <https://lp.uni-goettingen.de/get/image/6621>

lässt damit über die folgende Beziehung ermitteln.

$$\lambda_{\min} = \frac{hc}{eU_A}$$

### 2.1.2 Charakteristische Röntgenlinien

Wie bereits erwähnt findet in der Röntgenröhre noch ein zweiter Vorgang statt. Beschleunigte Elektronen müssen beim Auftreffen auf ein Atom nicht abgebremst werden, sondern sind in der Lage dies zu ionisieren. Wird ein Elektron aus der K-Schale entfernt, so können Elektronen aus den höheren Schalen seinen Platz einnehmen. Der Übergang sorgt wie üblich für die Emission eines Quants der entsprechenden Differenzenergie. Diese kann nach dem empirischen Moseley-Gesetz abgeschätzt werden.

$$E = A^2 \cdot (Z - B)^2$$

Dabei bezeichnet  $Z$  die Kernladungszahl der Anode und  $A$  beziehungsweise  $B$  speziell gewählte Konstanten. Für den einfachsten Fall gilt

$$A = 13.6 \text{ eV}, \quad B = 1$$

Bei höheren Kernladungszahlen liegt das emittierte Licht im Röntgenbereich.

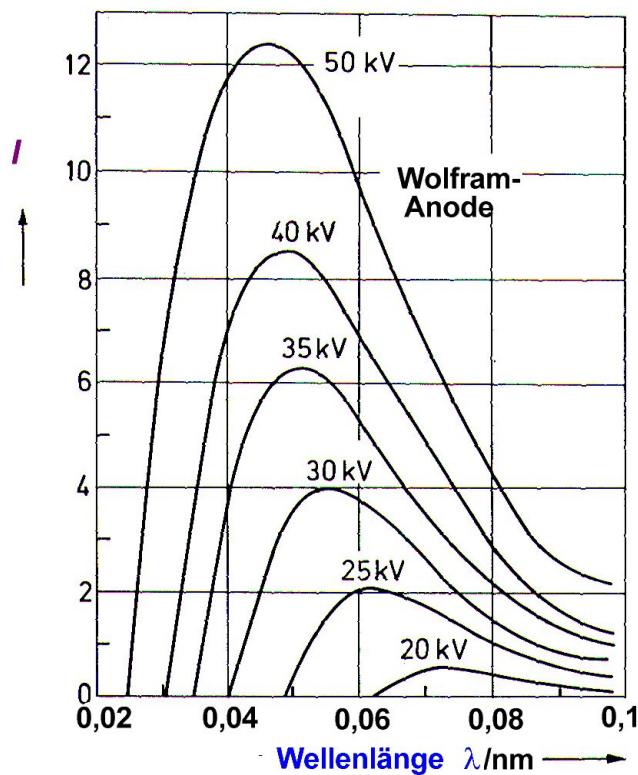


Abbildung 2: Intensitätsverteilung der durch eine Röhre erzeugten Röntgenbremsstrahlung für verschiedene Anodenspannungen

Quelle: <http://users.physik.fu-berlin.de/~wbrewer/IMAGES/ronts.jpg>

Die Spektrallinien werden mit dem Großbuchstaben der Schale des ionisierten Elektrons bezeichnet. Dieser enthält als Index einen griechischen Buchstaben, der angibt, in welcher Schale das zweite Elektron ursprünglich positioniert war.

Wenn zum Beispiel das Elektron auf der innersten Schale ionisiert wurde und eines der Zweiten seinen Platz einnimmt, spricht man vom  $K_\alpha$ -Übergang. Springt stattdessen ein Elektron der dritten Schale in die Erste, so nennt man dies einen  $K_\beta$ -Übergang. Die typischen Röntgenlinien der häufigsten Anodenmaterialien, wie zum Beispiel Chrom, Eisen, Cobalt, Nickel, Kupfer, Molybdän oder Silber, sind im Anhang unter Abschnitt A in Abbildung 18 aufgelistet. In Abbildung 3 ist das komplette Emissionsspektrum einer Molybdän-Anode zu sehen. Man sieht, dass das kontinuierliche Bremspektrum von einigen scharfen charakteristischen Röntgenlinien überlagert ist.

Aus Gründen der hohen Anregungsenergien und damit verbundenen

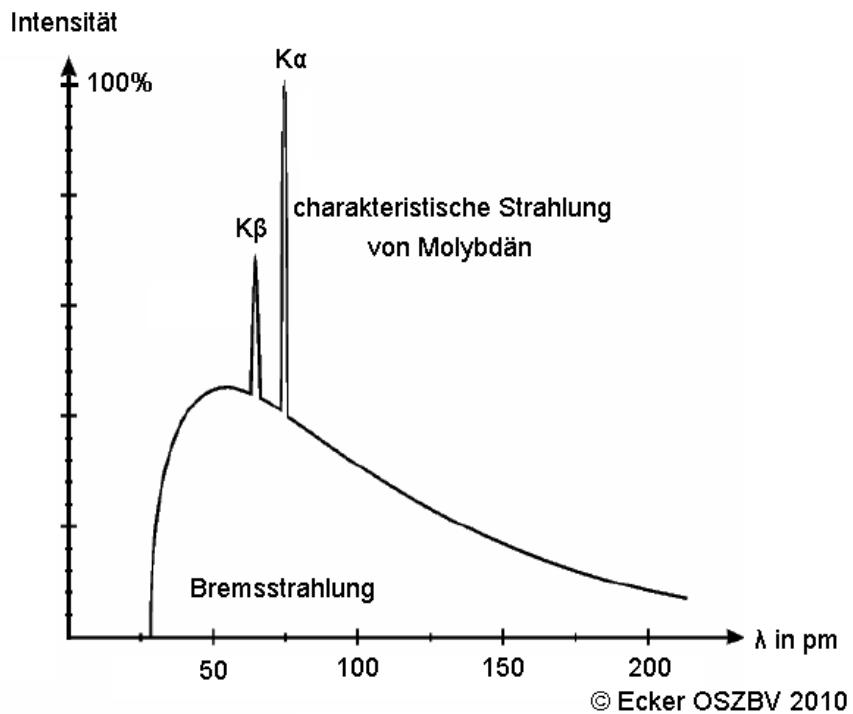


Abbildung 3: Röntgenspektrum einer Röntgenröhre unter Verwendung einer Molybdän-Anode  
 Quelle: [http://physik.osz-buv.de/LK13\\_2010/Bilder/x-ray-spectrum.gif](http://physik.osz-buv.de/LK13_2010/Bilder/x-ray-spectrum.gif)

hohen Röhrenspannungen zur Erzeugung der  $K$ -Strahlung schwerer Elemente spielen auch die energieärmeren  $L$ -Linien eine wesentliche Rolle.

## 2.2 Absorption und Filterung

Zur genauen Analyse der Struktur eines Kristalls möchte man im idealen Falle monochromatische Röntgenstrahlung verwenden. Durch diese Vereinfachung werden die theoretischen Gleichungen analytisch berechenbar und leicht anwendbar. Im vorigen Abschnitt wurde gezeigt, dass im realen Fall keine monochromatische Strahlung vorliegt sondern ein kontinuierliches Bremsspektrum und mehrere  $K$ -Linien.

Die Bremsstrahlung kann für die hier betrachteten Fälle vernachlässigt werden, da deren Intensität im Vergleich zu der der  $K$ -Linien gering ist. In Abbildung 3 ist ersichtlich, dass für Molybdän zwei dicht beieinander liegende  $K$ -Linien mit großer Intensität im Röntgenspektrum erscheinen. Dies führt zu verschiedenen Beugungsmustern durch

welche die Bestimmung der Gitterkonstanten erschwert oder auch unmöglich wird. Deshalb ist es notwendig einen Filter zu verwenden, der eine der beiden  $K$ -Linien absorbiert.

Röntgenstrahlen interagieren mit Materie, welche von ihnen durchstrahlt wird, auf drei verschiedenen Wegen. Photoabsorption wird durch den Photoeffekt hervorgerufen und kann als inelastischer Stoß betrachtet werden. Compton-Streuung ist durch den Compton-Effekt erklärbar. Sie kann als elastische Streuung modelliert werden und tritt dominierend für höhere Energien eines jeweiligen Quants auf. Bei geringeren Energien tritt ebenfalls eine Form der elastischen Impulsübertragung auf, welche auch als Rayleigh-Streuung bekannt ist. Diese drei Wechselwirkungen sind näherungsweise unabhängig von auftretenden Bindungsstrukturen der Elemente, weil Bindungsenergien wesentlich geringer sind, als die Energien der Röntgenstrahlung. Ein typisches Absorptionsspektrum ist in Abbildung 4 zu sehen.

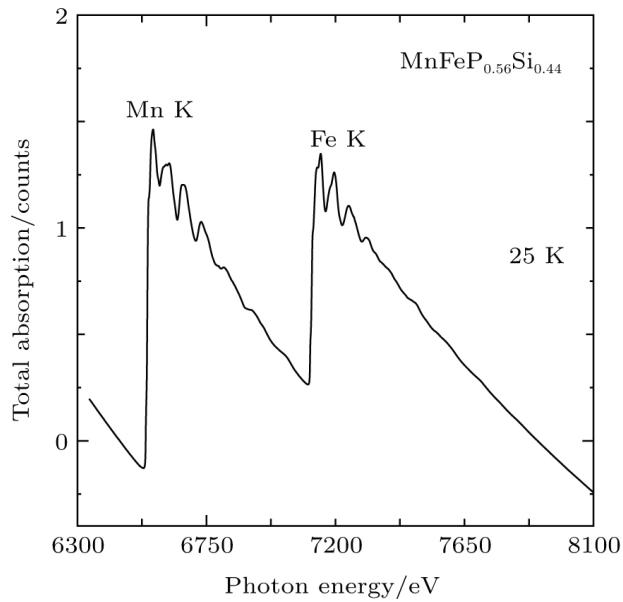


Abbildung 4: Beispiel eines Röntgenabsorptionsspektrum

Quelle: [http://cpb.iphy.ac.cn/article/2015/cpb\\_24\\_8\\_086101/cpb142671f4\\_hr.jpg](http://cpb.iphy.ac.cn/article/2015/cpb_24_8_086101/cpb142671f4_hr.jpg)

Deutlich wird, dass sogenannte Absorptionskanten auftreten, bei welchen das Spektrum nicht stetig verläuft. Für Röntgenenergien nahe der Bindungsenergien von Elektronen innerer Schalen treten aufgrund des Photoeffekts abrupte Änderungen der Absorptionswahrscheinlichkeit auf. Dieses Phänomen wird in Form von verschiedenen Kanten sichtbar.

Diese Absorptionskanten können nun ausgenutzt werden, um eine oder mehrere der charakteristischen Linien im Röntgenspektrum zu filtern. Abbildung 5 stellt ein Beispiel für eine Molybdän-Anode dar. Das verwendete Filtermaterial ist Zirconium, dessen Absorptionskante genau zwischen der  $K_{\alpha}$ - und  $K_{\beta}$ -Linie von Molybdän liegt. Das Resultat ist ein Spektrum, indem die  $K_{\beta}$ -Linie stark gedämpft wurde. Für die Messung selbst wurde eben dieses Prinzip für eine Kupfer-Anode durch Verwendung eines Nickel-Filters angewandt.

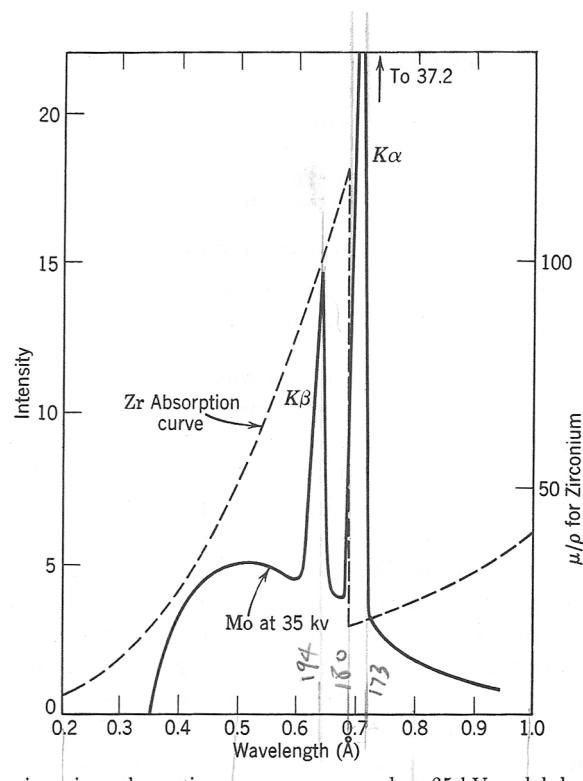


Abbildung 5: Röntgenspektrum einer Molybdän-Anode und Absorptionsspektrum von Zirconium — Die Lage der Absorptionskante ermöglicht die alleinige Verwendung der  $K_{\alpha}$ -Linie von Molybdän.  
Quelle: <http://clay.uga.edu/courses/8550/BetaFilter.png>

## 2.3 Kristallsymmetrie

Im hier durchgeführten Versuch sind nicht alle Eigenschaften eines Kristallgitters unbekannt. Es werden zum Beispiel weder hexagonale noch trikline Kristalle untersucht. Die folgende Theorie wird sich

deshalb auf die einfacheren Fälle von kubischen, tetragonalen und orthorhombischen Kristallen beschränken.

Statt also drei verschiedene Gitterkonstanten  $a, b, c$  und drei verschiedene Winkel  $\alpha, \beta, \gamma$  zu betrachten, werden alle Winkel durch die folgende Bedingung idealisiert.

$$\alpha = \beta = \gamma = \frac{\pi}{2} = 90^\circ$$

Für die Beugung von Röntgenstrahlung an Kristallgittern bilden also nur die drei Gitterkonstanten Freiheitsgrade. Dies ermöglicht in den weiteren Abschnitten eine elementare Theorie.

## 2.4 Beugung von Röntgenstrahlen in Kristallgittern

Trifft Röntgenstrahlung als elektromagnetische Welle auf die Elektronen eines Atoms so regt es diese zu Schwingungen an. Durch diesen Effekt angeregte Elektronen werden entsprechend des Huygensschen Prinzips zum Ausgangspunkt einer Röntgenwelle. Die Welle wird mit anderen Worten gebeugt. Sekundäre Kugelwellen breiten sich im Kristall aus und überlagern einander, wobei konstruktive Interferenz nur für Flächen gleicher Phase auftritt. Diese wiederum lassen sich als Tangenten an die Kugelfronten konstruieren, wie es in Abbildung 6 gezeigt ist.

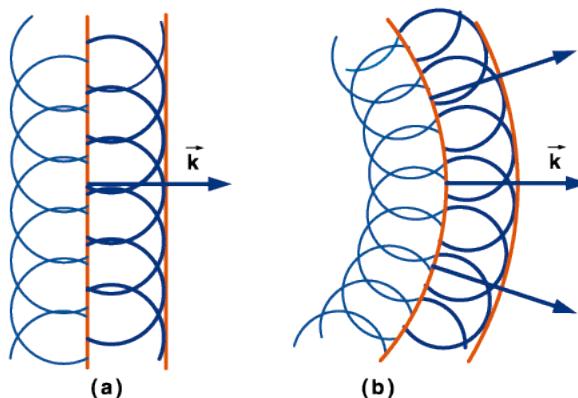


Abbildung 6: schematische Darstellung des Huygensschen Prinzips für eine ebene Welle und eine Kugelwelle  
 Quelle: [https://elearning.physik.uni-frankfurt.de/data/FB13-PhysikOnline/lm\\_data/lm\\_324/daten/bild\\_4/10\\_0060.gif](https://elearning.physik.uni-frankfurt.de/data/FB13-PhysikOnline/lm_data/lm_324/daten/bild_4/10_0060.gif)

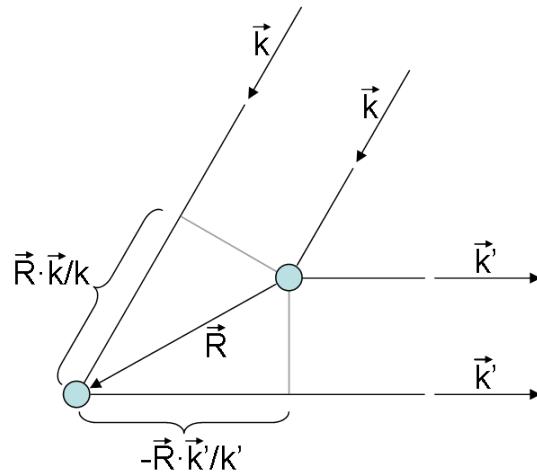


Abbildung 7: Skizze zweier Streuzentren zur Bestimmung der Laue-Bedingungen

Quelle: <https://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/5/53/Laue-Bedingung.png>

Da sehr viele Atome angeregt werden und dementsprechend auch sehr viele Sekundärwellen interferieren, sind die konstruktiv interferierenden Strahlen sehr scharf auf einen kleinen Raumwinkel begrenzt.

#### 2.4.1 Laue-Bedingungen

Der Abstand zweier Streuzentren oder auch Gitterpunkten kann als Gittervektor  $\mathbf{R}$  dargestellt werden. Es sei nun  $\mathbf{k}$  der Wellenvektor der einfallenden Strahlung und  $\mathbf{k}'$  der gestreuten Welle mit

$$\|\mathbf{k}\| = \|\mathbf{k}'\|$$

Anhand von Abbildung 7 erkennt man leicht, dass sich der Gangunterschied  $\Delta x$  aus der nachstehenden Gleichung ergibt.

$$\Delta x = \frac{\langle \mathbf{R}, \mathbf{k} \rangle}{\|\mathbf{k}\|} - \frac{\langle \mathbf{R}, \mathbf{k}' \rangle}{\|\mathbf{k}'\|}$$

Für konstruktive Interferenz muss der Gangunterschied gerade ein ganzzahliges Vielfaches der Wellenlänge  $\lambda = 2\pi/\|\mathbf{k}\|$  der vorhandenen Röntgenstrahlung sein. Es muss also ein  $m \in \mathbb{Z}$  geben, sodass

$$\Delta x = m\lambda \quad \Rightarrow \quad \mathbf{R}(\mathbf{k} - \mathbf{k}') = 2\pi m$$

Diese Bedingung ist aber gerade äquivalent zu

$$\exp[\mathbf{R}(\mathbf{k} - \mathbf{k}')] = 1$$

Man erhält also genau dann konstruktive Interferenz, wenn die Änderung des Wellenvektors  $\mathbf{k}$  ein reziproker Gittervektor ist.

Seien nun  $a, b, c$  wieder die Gitterkonstante des Kristalls mit zugehörigen Gittervektoren  $\mathbf{a}, \mathbf{b}, \mathbf{c}$ . Für diesen Fall schreiben sich die Laue-Gleichungen mit  $h, k, l \in \mathbb{Z}$  in der folgenden Form.

$$a(\cos \bar{\varphi}_a - \cos \varphi_a) = h\lambda$$

$$b(\cos \bar{\varphi}_b - \cos \varphi_b) = k\lambda$$

$$c(\cos \bar{\varphi}_c - \cos \varphi_c) = l\lambda$$

Dabei stehen  $\varphi_a, \varphi_b, \varphi_c$  für die Winkel des einfallenden Strahls im Bezug zum jeweiligen Gittervektor  $\mathbf{a}, \mathbf{b}, \mathbf{c}$ . Analog beschreiben  $\bar{\varphi}_a, \bar{\varphi}_b, \bar{\varphi}_c$  die Winkel des gebeugten Strahls.

### 2.4.2 Bragg-Bedingung

Alle gerade genannten Gleichungen sind äquivalent zur Bragg-Bedingung. Wählt man  $n \in \mathbb{N}$  und sei  $d_{hkl}$  der Abstand zweier Netzebenen, welche durch die Millerschen Indizes  $(hkl)$  beschrieben werden, so ergibt sich mithilfe des Winkels  $\vartheta$  zwischen Röntgenstrahl und Gitterebene

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin \vartheta$$

$\vartheta$  wird der Glanz- oder auch Bragg-Winkel genannt. Jede Netzebene im Kristall ist somit in der Lage einen Beugungsreflex zu erzeugen. Die Reflexe liegen umso weiter außen, je näher die Netzebenen zusammenliegen.

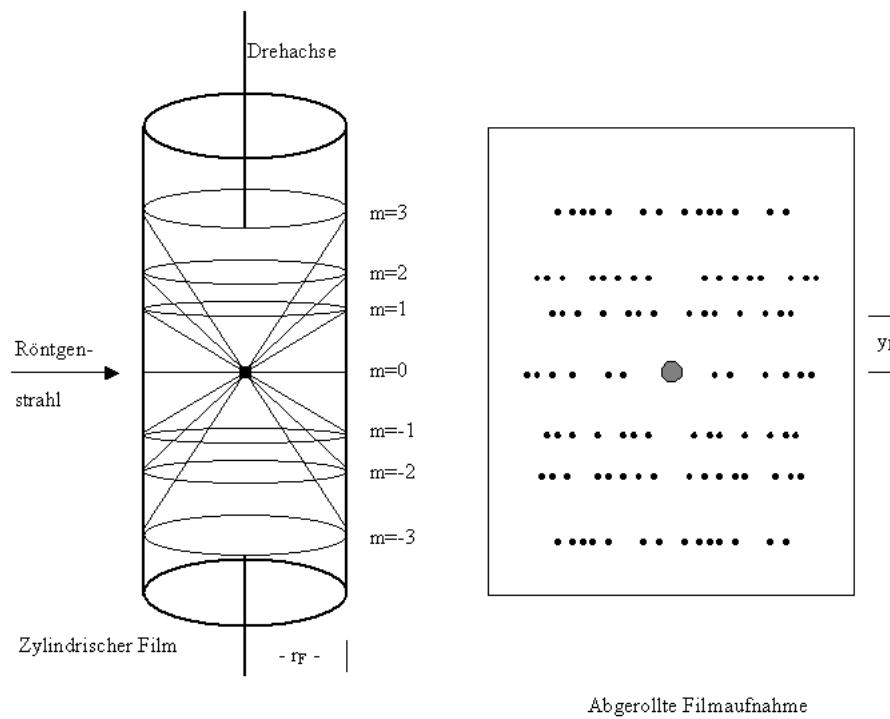
Nach Indizierung der Reflexe mit den oben beschriebenen ganzen Zahlen  $h, k, l$  kann man  $d_{hkl}$  berechnen.

$$d_{hkl} = \left[ \left( \frac{h}{a} \right)^2 + \left( \frac{k}{b} \right)^2 + \left( \frac{l}{c} \right)^2 \right]^{-\frac{1}{2}}$$

## 2.5 Drehkristallverfahren

Wie in Abschnitt 2.4 gezeigt, kann man anhand der Beugungsreflexe Rückschlüsse über die Gitterkonstante des untersuchten Kristalls ziehen. Um jedoch Beugungsreflexe zu erhalten, müssen die Laue-Bedingungen bezüglich Wellenlänge und Winkel erfüllt sein. Dafür

gibt es verschiedene Strategien. Beim Drehkristall-Verfahren wird möglichst monochromatische Strahlung aus der  $K_{\alpha}$ -Linie eines gegebenen Elements verwendet und der Winkel  $\varphi$  zwischen Strahl und Kristall beständig durch Drehung verändert. Durch dieses Vorgehen wird mehrmals der Glanzwinkel für verschiedene Beugungsordnungen erreicht. Durch einen Lichtfilm können so entstehende Beugungsreflexe über die Zeit zur späteren Auswertung festgehalten werden.



Lauekegel bei einer Drehkristallaufnahme  
m: Ordnung des Lauekegels

Abbildung 8: Schema zum Aufbau und Vorgehen des Drehkristallverfahrens  
Quelle: <https://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/9/93/Drehkristall.png>

Im Normalfall liegt die Drehachse senkrecht zum Primärstrahl ( $\varphi = 90^\circ$ ), dadurch vereinfachen sich die Laue Bedingungen zu

$$a \cos \overline{\varphi} = h\lambda$$

Die abgebeugten Strahlen liegen demnach auf einem Kreiskegel mit dem Öffnungswinkel  $2\overline{\varphi}$ . Auf dem zylindrisch angeordneten Film sind die Reflexe für ein festes  $h$  somit auf parallelen Schichtlinien. Bezeichnet  $e/2$  den Abstand der ersten Schichtlinie zum Äquator, so lässt

sich bei gegebenen Kameraradius  $r$  der Glanzwinkel für die Drehachse bestimmen zu

$$\tan(90^\circ - \bar{\varphi}) = \frac{e}{2r}$$

Dann folgt für die Gitterkonstante in Richtung der Drehachse

$$a = \frac{h\lambda}{\cos \bar{\varphi}} \quad \Rightarrow \quad a = \frac{h\lambda}{\sin \arctan \frac{e}{2r}}$$

## 3 Aufbau und Durchführung

### 3.1 Röntgenquelle

Als Quelle der Röntgenstrahlung fungiert, wie unter Abschnitt 2.1.1 beschrieben, eine Röntgenröhre. Der konkrete Aufbau dieser ist in Abbildung 9 zu sehen. In der Mitte der Konstruktion ist ein Würfel zu sehen, der die Röhre beinhaltet. Rechts der Röhre befindet sich ein Schlitten, auf dem die Kamera positioniert wird. Die entstehende Strahlung verlässt den Würfel durch die rechte Fläche und dringt direkt durch eine Blende in die Kamera ein, um den Strahlenschutz zu gewährleisten. Für die Messung mit der Kupfer-Anode wird zwischen Kamera und Röhre noch ein passender Nickel-Filter befestigt. Wie in den Grundlagen beschrieben, ermöglicht dies näherungsweise die Verwendung der reinen  $K_{\alpha}$ -Linie von Kupfer, welche bei ungefähr 1.5425 Å liegt. Der dahinter liegende Spiegel leitet das Licht des Fluoreszenzschirms der Kamera um, sodass während des Betriebs überprüft werden kann, ob Strahlung durch die Kamera läuft. Die Röhre wird mit einer Gleichspannung von 35 kV und einem Strom von circa 10 mA betrieben.



Abbildung 9: Röntgenapparat mit Röhre, Metallfiltern, Kameraführung und Umlenkspiegel

### 3.2 Die Kamera

Der zu untersuchende Kristall befindet sich auf einer drehbaren Achse gelagert in der Mitte der Kamera, welche in Abbildung 10 zu sehen ist. Der Primärstrahl dringt durch die vordere Öffnung ein, in der die

### 3 AUFBAU UND DURCHFÜHRUNG

---

Blende eingebracht werden kann, um den Strahl möglichst klein und kollimiert auf den Kristall treffen zu lassen. Auf der Rückseite befindet sich der Fluoreszenzschirm vor einem Bleiglasfenster. Die Schwalbenschwanzführung ermöglicht das Positionieren der Kamera vor der Röhre. Der Zahnradkranz am Deckel steuert die Drehung der Achse und lässt sich über den Motor bewegen, der in Abbildung 9 unten rechts zu sehen ist. An den Innenwänden der Kamera wird dann der Film aufgespannt und fixiert. Der Radius der Kamera beträgt 57.5 mm.

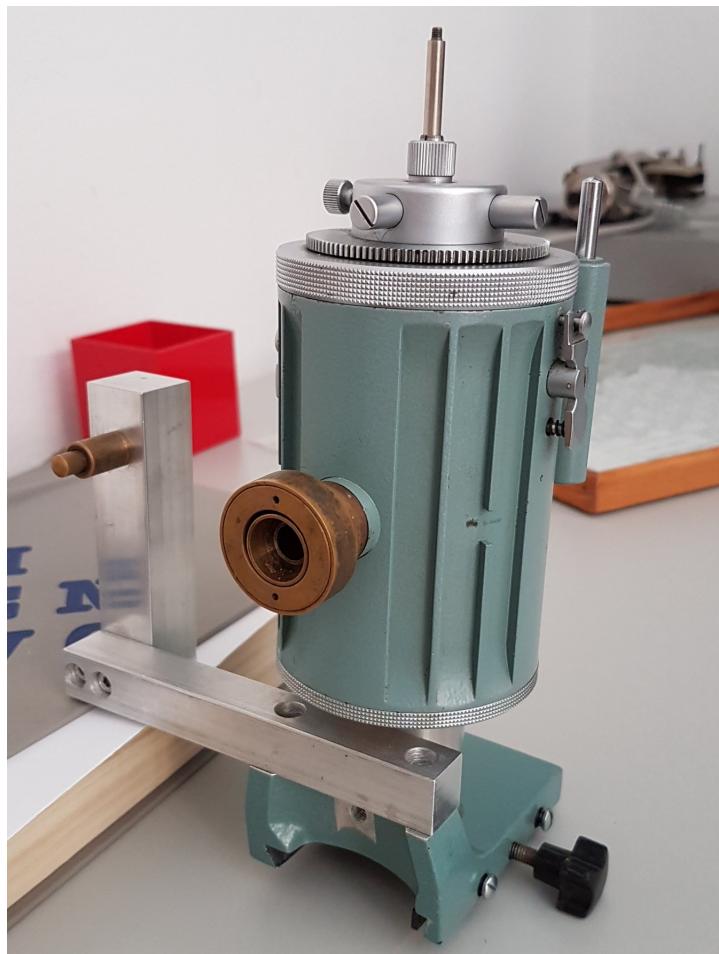


Abbildung 10: Aufnahmekamera mit drehbarer Achse, Zahnradkranz und Primärstrahleintritt

### 3.3 Justierung der Kristallachse

Zunächst wird ein kleinerer Kristall, wie er in Abbildung 12 zu sehen ist, mit einem Meißel von einem größeren Block abgespalten. Da-

### 3 AUFBAU UND DURCHFÜHRUNG

---

bei brechen die Kristalle bevorzugt entlang einer niedrig indizierten Achse, also meist (100), (001) oder (010). Anschließend kann man den Splitter mittels Klebewachs an der Drehachse befestigen. Die genaue Ausrichtung erfolgt am Goniometer, dargestellt in Abbildung 11. Hier wird ein kleiner Leuchtfleck auf eine der Seitenflächen des Kristalls projiziert. Der Kristall wird anschließend über zwei Stellschrauben so lange verkippt, bis die Reflexion des Flecks immer in der gleichen Ebene erfolgt.

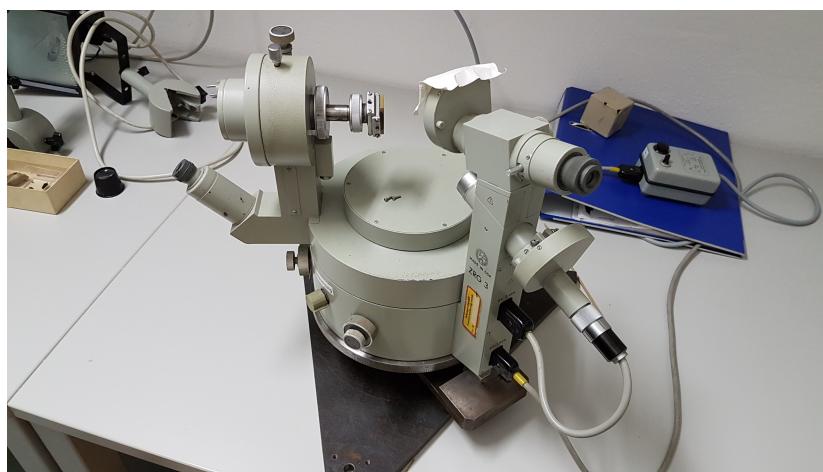


Abbildung 11: Goniometer zur Feinjustage der Kristallachsen

## 4 Messwerte und Auswertung

Für den gesamten Versuch wurden zwei Kristallproben benötigt. Abbildung 12 zeigt die zweite bereits gespaltete Probe. Die erste Probe fiel durch eine zeitweise geringe Haftfähigkeit des Knetwachses von der Halterung im Dunkelraum und war so für immer verloren.



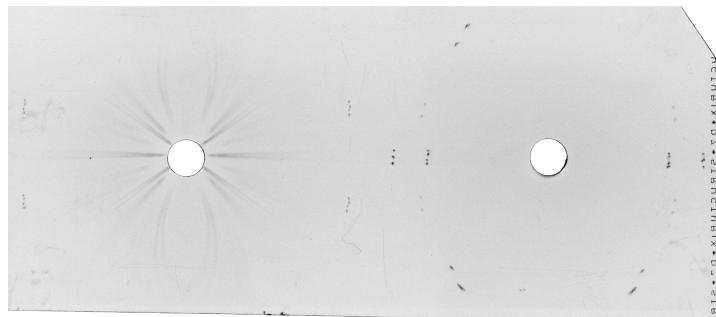
Abbildung 12: Aufnahme des verwendeten, bereits gespaltenen Kristalls

Das gesamte Verfahren zur Belichtung und Auswertung des Röntgenbilds, welches wir in Abschnitt 3 erläuterten, wurde hier nun vier mal für verschiedene Anoden und Achsen durchgeführt. Alle so entstandenen Filme sind in Abbildung 13 zu sehen. Im Folgenden sei die Auswertung am Beispiel der (100)-Achse mit einer Kupfer-Anode als Quelle der Röntgenstrahlung ausführlich erklärt. Der Film 13a zeigt diese Aufnahme.

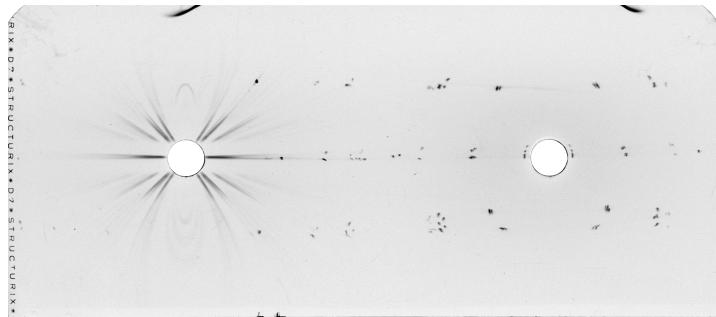
In allen Aufnahmen stellen die linke Lochblende den Eintritt des Röntgenstrahls in die Kamera und die Rechte dementsprechend den Austritt des Strahls dar. Im linken Teilbereich, welcher damit die Reflexion an der Kristalloberfläche darstellt, sind deutliche Streifen zu erkennen. Sie lassen sich auf das Vorhandensein von kontinuierlicher Bremsstrahlung zurückführen (siehe Abschnitt 2.1.1). Dabei entstehen für jede Wellenlänge verschiedene Reflexe. Diese sind alle leicht zueinander versetzt und sehr schwach ausgeprägt im Vergleich zu den Reflexen der  $K_{\alpha}$ -Linie des Kupfers. Der rechte Teilbereich zeigt keine solche Bremsstrahlungsstreifen. Um in diesen Bereich zu gelangen, muss der Röntgenstrahl den Kristall vollständig durchdringen. Dies ist aufgrund der eher geringen Intensität der Bremsstrahlung aber nicht möglich, da der Kristall einen großen Anteil der Strahlung absorbiert.

#### 4 MESSWERTE UND AUSWERTUNG

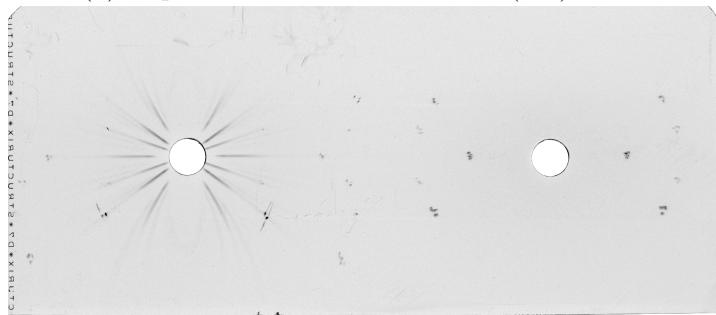
---



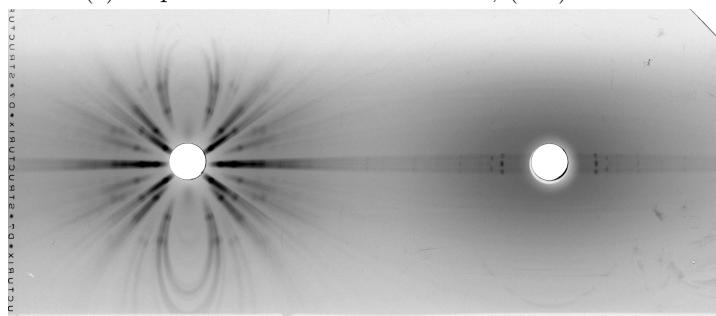
(a) Kupfer-Anode mit Nickel-Filter, (100)-Achse



(b) Kupfer-Anode mit Nickel-Filter, (110)-Achse



(c) Kupfer-Anode mit Nickel-Filter, (111)-Achse



(d) Silber-Anode, (100)-Achse

Abbildung 13: aufgenommene Röntgenfilme zu verschiedenen Achsen und Anoden der unbekannten Probe

#### 4 MESSWERTE UND AUSWERTUNG

---

Die Bremsstrahlungsstreifen werden durch weitere Reflexe, die ihren Ursprung in der  $K_{\alpha}$ -Linie haben, überlagert. Diese Reflexe bilden mehrere sogenannte Schichtlinien (siehe Abschnitt 2.5). Als Beispiel sind die Schichtlinien für die (100)-Achse mit der Kupfer-Quelle in Abbildung 14 eingezeichnet.

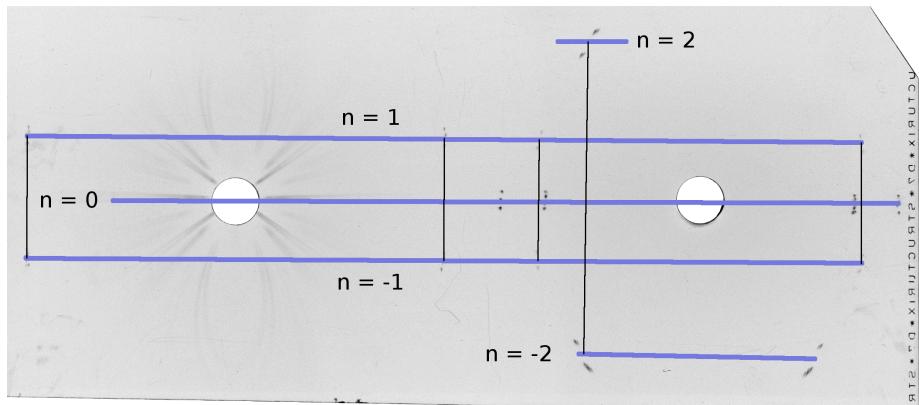


Abbildung 14: Röntgenfilm mit eingezeichneten Schichtlinien und Abstandsmessungen für die (110)-Achse und der Kupfer-Quelle

Für die Bestimmung der Gitterkonstanten und des Kristalltyps ist es nun notwendig die Abstände zwischen diesen Schichtlinien zu bestimmen. Aus der Theorie folgt allerdings, dass die Abstände aller zugehöriger Punkte auf den Schichtlinien gleich sein müssen. Dies ist für die Reflexe auf dem Röntgenfilm nicht der Fall. Aufgrund dieser Tatsache wird im Folgenden immer der Mittelwert aller messbaren Schichtlinienabstände für die Auswertung verwendet. Durch Abschätzungen der Minima und Maxima ist damit auch eine Größtfehlerabschätzung möglich.

In Aufnahme 14 sind neben der nullten Schichtlinie zwei weitere Schichtlinien zu sehen. Diese sind um die Nullte herum symmetrisch verteilt und charakterisieren die Gitterkonstante in Richtung der genannten Drehachse. Die Schichtlinien der ersten Ordnung sind im Vergleich zu denen der Zweiten sehr schwach ausgeprägt. Dies ist auf den Einfluss des Strukturfaktors zurückzuführen. Würde es sich bei dem untersuchten Stoff zum Beispiel um ein flächenzentriertes kubisches Gitter (fcc) bestehend aus einem einzelnen Element handeln, so ist bekannt, dass gewisse ungerade und gerade Reflexe des rein kubischen Gitters sich aufgrund destruktiver Interferenzen aufheben müssen. Besteht dieses Gitter aber aus einer Verbindung mehrerer Atome, so ergibt sich, dass eben diese Reflexe nicht voll und ganz verschwinden.

Bei der Aufnahme 13b der (110)-Achse kann damit auch erklärt wer-

den, warum nur die Schichtlinien erster Ordnung zu sehen sind. Durch die Drehung der Achse um  $45^\circ$  werden gerade die flächenzentrierten Gitterpunkte auf die Drehachse projiziert. Die Gitterkonstante würde in dieser Richtung also nicht das  $\sqrt{2}$ -fache der ursprünglichen Gitterkonstante einnehmen, sondern nur das  $\sqrt{2}/2$ -fache. Die Schichtlinien müssen damit weiter auseinander liegen, wodurch die der zweiten Ordnung außerhalb des Films entstehen.

Analoge Betrachtungen sind für alle anderen Aufnahmen durchzuführen. Es sollen nun die Werte der Gitterkonstanten berechnet werden.

Es stehe  $n$  für die Ordnung einer Schichtlinie und  $d_n$  für den jeweiligen Abstand der Schichtlinien dieser Ordnung. Für die Messung aller Schichtlinienabstände ergaben sich die in Tabelle 1 gezeigten Werte.

Achse	$d_1 \pm \Delta d_1$ [ cm ]	$d_2 \pm \Delta d_2$ [ cm ]
(100)	$2.38 \pm 0.33$	$6.05 \pm 0.45$
(110)	$3.50 \pm 0.30$	—
(111)	$1.25 \pm 0.15$	$2.75 \pm 0.15$

Tabelle 1: Schichtlinienabstände der Röntgenfilme aufgenommen durch die Kupfer-Anode

Aus diesen lassen sich jetzt mit der aus den Grundlagen bekannten Gleichung die Gitterkonstanten der jeweiligen Achsen bestimmen. Als Beispiel sei hier die Rechnung für  $d_1$  der (100)-Achse aufgeführt.  $a_{(hkl)}$  beschreibe hierbei die Gitterkonstante der  $(hkl)$ -Achse.

$$a_{(100)} = \frac{n\lambda}{\sin \arctan \frac{d_1}{2r}} = \frac{1.5425 \text{ \AA}}{\sin \arctan \frac{2.38 \text{ cm}}{57.5 \text{ mm}}} \approx 4.03 \text{ \AA}$$

Wie bereits gesagt, handelt es sich bei den folgenden Fehlertoleranzen um Größtfehlerabschätzungen. Sie wurden auf genau dieselbe Art und Weise berechnet, wie  $a_{(100)}$ . Alle berechneten Gitterkonstanten werden in Tabelle 2 aufgeführt.

Achse	$a^{(1)} \pm \Delta a^{(1)}$ [ \AA ]	$a^{(2)} \pm \Delta a^{(2)}$ [ \AA ]	$\bar{a} \pm \Delta \bar{a}$ [ \AA ]
(100)	$4.03 \pm 0.56$	$4.26 \pm 0.17$	$4.14 \pm 0.37$
(110)	$2.97 \pm 0.21$	—	$2.97 \pm 0.21$
(111)	$7.26 \pm 0.95$	$7.15 \pm 0.34$	$7.21 \pm 0.65$

Tabelle 2: berechnete Gitterkonstanten entlang der untersuchten Kristallachsen

#### 4 MESSWERTE UND AUSWERTUNG

---

Die somit ermittelten Gitterkonstanten sprechen wieder für eine kubisch flächenzentriertes Kristallgitter (fcc). In diesem wäre zu erwarten, dass für die Gitterkonstanten  $a_{(hkl)}$  gilt

$$2a_{(110)} = \sqrt{2}a_{(100)}, \quad a_{(111)} = \sqrt{3}a_{(100)}$$

Demnach sollten die theoretischen Werte  $a_{(hkl)}^{\text{th}}$  bei

$$a_{(110)}^{\text{th}} = (2.93 \pm 0.26) \text{ \AA}, \quad a_{(111)}^{\text{th}} = (7.17 \pm 0.64) \text{ \AA}$$

liegen. Ein Vergleich mit den Werten aus 1 zeigt eine sehr gute Übereinstimmung im Rahmen des Fehlerintervalls. Auch der Fakt, dass die Reflexe mit gemischter Indizierung nur sehr schwach zu sehen sind, spricht stark für eine fcc-Struktur.

Über die nun ermittelte Gitterkonstante  $a_{(100)}$  und die Struktur kann auf die Verbindung geschlossen werden. Aus der im Anhang A in Abbildung 17 gezeigten Tabelle folgt, dass es sich bei der untersuchten Substanz am wahrscheinlichsten um Lithiumfluorid handelt.

$$a_{(100)}^{\text{m}} = (4.14 \pm 0.37) \text{ \AA}, \quad a_{(100)}^{\text{t}} = 4.026 \text{ \AA}$$

Der Stoff war, wie in Abbildung 12 zu sehen, durchsichtig und konnte leicht gespalten werden. Aus dem bereits Diskutierten kann also geschlossen werden, dass der untersuchte Stoff weder ein Metall noch eine Verbindung aus einem einzigen Elemente sein kann. Damit fallen Stoffe wie Platin, Aluminium und Silber, die eine ähnliche Gitterkonstante und den gleichen Bravais-Gittertyp haben, weg.

Aufnahme 13d zeigt eine weitere Messung, für welche die Silber-Anode ohne einen Filter verwendet wurde. Es ist erkennbar, dass mehr Bremsstrahlung sichtbar ist. Ohne vorhandenen Filter kann diese natürlich nicht abgeschwächt werden und tritt auf den Aufnahmen verstärkt auf. Ebenso sind aber auch doppelt so viele Schichtlinien, wie in den bereits diskutierten vorherigen Fällen zu sehen. Dies ist darauf zurückzuführen, dass die effektive Wellenlänge der Röntgenstrahlung bei einer Silber-Anode mit rund 0.5 Å viel kleiner ist als bei einer Kupfer-Anode mit rund 1.5 Å. Fast alle Informationen sind im linken Teilbereich der Aufnahme zu finden. Wahrscheinlich absorbiert Lithiumfluorid also die geringere Wellenlänge besser. Auch für diese Schichtlinienabstände lässt sich die Gitterkonstante  $a_{(100)}$  ermitteln. Hierfür soll die Wellenlänge der  $K_{\alpha}$ -Linie von Silber mit  $\lambda = 0.559 \text{ \AA}$  verwendet werden.

Ordnung	1	2	3	4
Abstände [ mm ]	8.0	17.0	26.5	38.5
Gitterkonstante [ Å ]	4.06	3.94	4.01	4.02

Tabelle 3: gemessene und berechnete Werte der (100)-Silber-Aufnahme

Die berechneten Gitterkonstanten aus Tabelle 3 stimmen mit bereits Berechneten sehr gut überein und lassen ebenfalls auf Lithiumfluorid schließen. Der Grund für die gute Übereinstimmung der Werte, obwohl nur die Wellenlänge  $K_{\alpha}$ -Linie verwendet wurde, erhält man aus der Tatsache, dass die Intensität der  $K_{\beta}$ -Linie von Silber nur rund ein Fünftel der Intensität der  $K_{\alpha}$ -Linie beträgt.<sup>1</sup> Ohne den vorhandenen Filter geht die  $K_{\beta}$ -Linie im Rauschen der Bremsstrahlung unter. Die Röntgenstrahlung kann also immer noch näherungsweise als monochromatisch gesehen werden.

Auch der Intensitätsverlauf der Bremsstrahlungsstreifen lässt sich auswerten. Im Diagramm 16 ist der bearbeitete Verlauf der Schwärzung entlang der nullten Schichtlinie für einen kleinen Ausschnitt um das Austrittsfenster gezeigt. Die genaue Position des untersuchten Gebiets kann man in Abbildung 15 sehen.

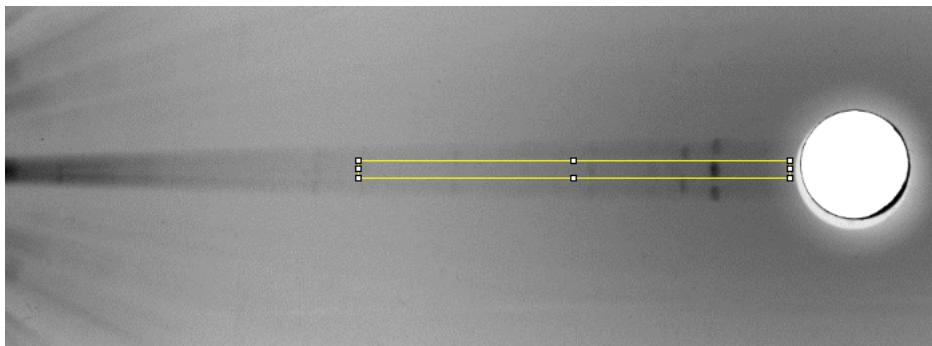


Abbildung 15: Vergrößerter Bereich des Röntgenfilms der (100)-Achse und der Silber-Quelle mit markiertem Bereich

Die Schwärzung des Films erfolgt in der Regel proportional zur Aufnahmzeit und Intensität, wenn wir Überbelichtung vermeiden. Aus der Bragg-Bedingung folgt, dass kleinere Wellenlängen weniger stark abgebeugt werden als große, was wiederum impliziert, dass man die x-Achse in Abbildung 16 qualitativ als verzerrte Darstellung der Wellenlänge ansehen kann. Hohe Intensitäten bedeuten stärkere Schwärzung und sind deshalb mit geringeren Werten von *ImageJ* belegt worden. Deshalb wurde die y-Achse invertiert und ist ebenfalls als leicht

---

<sup>1</sup>siehe [http://xdb.lbl.gov/Section1/Table\\_1-3.pdf](http://xdb.lbl.gov/Section1/Table_1-3.pdf)

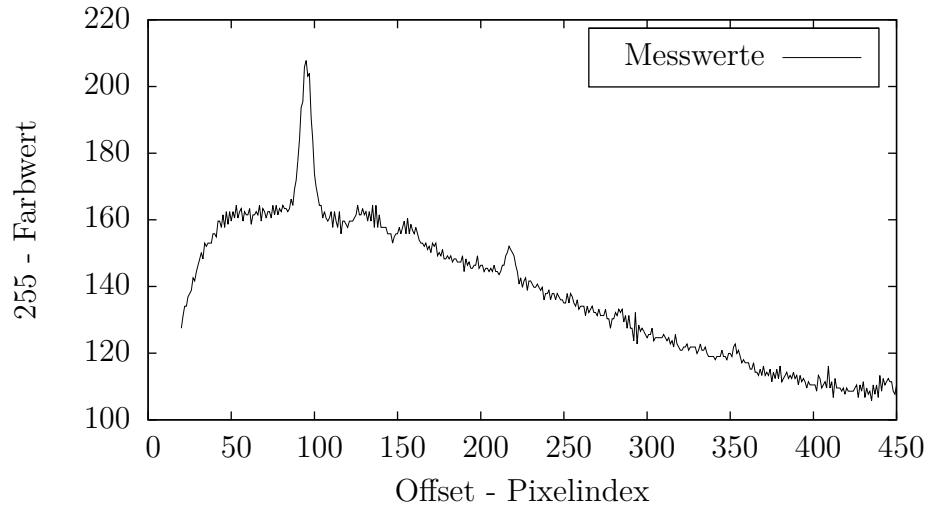


Abbildung 16: Farbverlauf aus dem in Abbildung 15 markierten Bereich

verzerrte Intensität zu begreifen. Demnach ergibt sich eine Art qualitatives Spektrum der Röntgenquelle. Ein Vergleich zeigt schnell eine gute Übereinstimmung mit dem theoretischen Verlauf wie er unter Abschnitt 2.1.2 beschrieben wurde. Insbesondere lässt sich die  $K_{\alpha}$ -Linie gut erkennen,  $K_{\beta}$  verschwindet wegen der, wie weiter oben bereits erklärt, wesentlich geringeren Intensität.

## 5 Zusammenfassung

Im Versuch sollten die Analyse von Kristallstrukturen mittels des Drehkristallverfahrens erlernt und angewendet werden. Dazu wurden Aufnahmen in den drei Richtungen der (100)-, (110)- und (111)-Achsen angefertigt und vermessen. Aus den entstandenen Reflexen konnten nun mittels beugungstheoretischer Grundlagen sowohl Gitterkonstanten als auch die konkrete Kristallstruktur ermittelt werden. Die Röntgenfilme zeigten zunächst die erwarteten Eigenschaften. Alle Reflexe ließen sich einer konkreten Schichtlinie zuordnen und ihr Abstand bestätigte die theoretischen Formeln. Die Auswertung ergab eine fcc-Struktur mit der Gitterkonstanten von LiF. Bei genauerer Betrachtung zeigten sich kleine Abweichungen beziehungsweise das mehrfache Auftreten von Reflexen. Dies deutet auf leichte Abweichungen in der Kristallstruktur sowie kleinere Fehler bei der Justage der Drehachse hin. Um diese zu beheben könnte man die Kristalle kleiner wählen und eventuell eine Nachjustierung anhand der ersten Röntgenaufnahme vornehmen. Eine etwas längere Belichtungszeit könnte eventuell auch noch mehr Reflexe hervorbringen beziehungsweise die sehr undeutlichen und schwach ausgeprägten stärker hervorheben. Dennoch deckten sich die gemessenen Beugungsbilder gut mit den Erwartungen und die vorausgesagten Effekte wie Bragg-Reflexion und Einfluss des Strukturfaktors konnten nachgewiesen werden. Die Gegenüberstellung der Aufnahmen mit der Ag-Anode zeigte die Vorteile eines Metallfilters, da hier die Aufnahmen noch stark mit Bremsstrahlung überlagert waren. Durch die veränderten Schichtlinienabstände konnte auf die kleinere Wellenlänge der  $K_{\alpha}$ -Linie von Silber in Vergleich zu Kupfer geschlossen werden. Auch konnten aus dem Intensitätsverlauf die Abstrahlcharakteristik der Ag-Anode qualitativ nachvollzogen werden.

Zusammenfassend kann man sagen, dass das Drehkristallverfahren eine einfache und effektive Methode der Festkörperanalyse darstellt, die bei exakter Justage präzise Ergebnisse über Aufbau und Struktur liefern kann.

## A TABELLENWERTE

---

### A Tabellenwerte

**Anhang E:  
Gitterkonstanten-/typen kubischer Kristalle**

Kristallart	Gitterkonstante [nm]	Bravais- gittertyp 1)	Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]
Ag	0,4086	F	10,49
Al	0,4050	F	2,70
BaF <sub>2</sub>	0,6196	F	4,89
CaF <sub>2</sub>	0,5462	F	3,18
CsJ	0,4567	P	4,51
Cu	0,3614	F	8,94
Fe(α)	0,2866	I	7,89
Fe(γ)	0,3647	F	7,65
Ge 2)	0,5658	F	5,33
KBr	0,6599	F	2,75
KCl	0,6293	F	1,99
KJ	0,7066	F	3,13
KF	0,5344	F	2,50
LiF	0,4026	F	2,64
NaCl	0,5640	F	2,17
NaF	0,4623	F	2,81
Mo	0,3147	I	10,28
Ni	0,3524	F	8,90
Si 2)	0,5431	F	2,33
W	0,3165	I	19,25
Pt	0,3929	F	21,47
Ta	0,3029 0,3303	I	16,6
Nb	0,3299	I	8,59

1)

P...primitiv (keine systematischen Auslöschungen)

F...flächenzentriert (Ausl.: h, k, l gemischt)

I...innenzentriert (Ausl.: h + k + l = ungerade)

2)

Diamantstruktur: Ausl.: h, k, l gemischt  
oder h+k+l = 4n +2

Abbildung 17: Tabelle von kristallinen Stoffen mit bekannter Gitterkonstante

Die Zahlenwerte der K-Tabelle zeigen die Abhängigkeit der Wellenlänge der Eigenstrahlung von der Atomnummer Z. Die Werte liegen um so höher, je kürzer die Wellenlänge der Eigenstrahlung ist.

Tafel 46. Die Wellenlängen der K-Linien einiger Elemente (in Å)

Element	Z	K <sub>α2</sub>	K <sub>α1</sub>	K <sub>β</sub>
Cr	24	2,294	2,290	2,085
Fe	26	1,940	1,936	1,757
Co	27	1,793	1,789	1,621
Ni	28	1,662	1,658	1,500
Cu	29	1,544	1,541	1,392
Mo	42	0,714	0,709	0,632
Ag	47	0,564	0,559	0,497

#### 4.10.2. Beugung der Röntgenstrahlen an einem Kristallgitter

Abbildung 18: Wellenlängen der K-Linien verschiedener Elemente