

Hinweis

Das vorliegende Protokoll wurde im Rahmen der jeweiligen Lehrveranstaltung an der Universität Bonn erstellt. Sofern im oberen Teil der ersten Seite oder auf der unten angegebenen Webseite nicht anders vermerkt, wurde dieses Protokoll von mir, Marvin Zanke, alleine angefertigt und eingereicht. Bei allen handschriftlichen Anmerkungen handelt es sich in der Regel um Korrekturen von mir oder des Tutors. Für mehr Informationen und meine gesamten Unterlagen, siehe:

<https://www.physics-and-stuff.com/>

Ich erhebe keinen Anspruch auf Richtigkeit und Vollständigkeit des vorliegenden Protokolls! Dies gilt ebenso für obengenannte Korrekturen.

Dieses Werk von [Marvin Zanke](#) ist lizenziert unter einer [Creative Commons Namensnennung – Nicht-kommerziell – Weitergabe unter gleichen Bedingungen 4.0 International Lizenz](#).

PRAKTIKUM ATOME, MOLEKÜLE, FESTKÖRPER

P428

Röntgenstrahlung und Materialanalyse

Marvin Zanke
&
Florian Graf Strachwitz

durchgeführt am

Physikalisches Institut der Universität Bonn

am

16.11.2016 & 17.11.2016

Eingereicht am:

28.11.2016

bei

Matthias Kube

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	3
2	Theorie	4
2.1	Aufbau und Funktionsweise einer Röntgenröhre	4
2.2	Bragg-Reflexion	6
2.3	Röntgenfluoreszenz	6
2.4	Laue-Verfahren	7
2.5	Geiger-Müller-Zählrohr	8
2.6	Röntgenenergiedetektor	9
3	Versuch	10
3.1	Aufbau	10
3.2	Durchführung	10
3.2.1	Bragg-Reflexion an NaCl-Einkristall	10
3.2.2	Zerstörungsfreie Analyse chemischer Zusammensetzungen	11
3.2.3	Laue-Aufnahme	13
3.3	Messung und Auswertung	16
3.3.1	Bragg-Reflexion	16
3.3.2	Zerstörungsfreie Analyse chemischer Zusammensetzungen	23
3.4	Laue-Aufnahme	33
4	Fazit	37
5	Anhang	37

1 Einleitung

In diesem Versuch beschäftigen wir uns mit der Röntgenstrahlung und als Mittel zum Zweck mit der Bragg-Reflexion - der Beugung vom Röntgenstrahlen an Kristallgittern. Es soll die charakteristische Röntgenstrahlung einer unbekanntem Röntgenröhre untersucht und dessen Wellenlänge bzw. Energie bestimmt werden, sowie die Feinstruktur der K_α -Linie von Molybdän in der vierten Ordnung aufgelöst werden. Hier bestimmt man die Wellenlängendifferenz im Dublett.

Um die Bestandteile verschiedener Legierungen bestimmen zu können, nimmt man in diesem Versuch mit einem Röntgenenergiedetektor außerdem sogenannte Fluoreszenz-Spektren auf und vergleicht diese mit denen bekannter Metalle. Für eine dieser Legierungen werden zusätzlich die genauen Massenanteile bestimmt. Das ganze funktioniert dabei, ohne die Legierungen zu beschädigen. *→ Industrie relevant...*

In einem letzten Versuchsteil nimmt man eine Laue-Aufnahme eines NaCl-Kristalls bzw. eines LiF-Kristalls auf, entwickelt den Film und untersucht die Gitterstruktur und Symmetrie. *welchen hebt ihn genutzt ???*

2 Theorie ¹

2.1 Aufbau und Funktionsweise einer Röntgenröhre

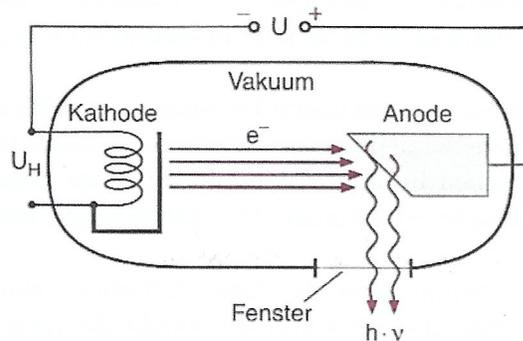


Abb. 7.24. Schematischer Aufbau einer Röntgenröhre

Abbildung 1: Schematischer Aufbau, entnommen aus [1], S.254 ✓

Die für die Erzeugung der 5 keV - \sim 100 keV energiereichen Photonen nötige Apparatur ist in Abbildung 1 schematisch dargestellt. Die (Glüh-)Kathode wird hier durch die Heizspannung U_H auf die für die Austrittsarbeit der Elektronen notwendige Temperatur aufgeheizt, sodass sich um die Kathode eine Wolke aus freien Ladungsträgern bildet.

Die ausgetretenen Elektronen werden durch eine Beschleunigungsspannung U von einigen kV zu der angeschrägten Anode auf mehrere keV hin beschleunigt, wo der Erzeugungsprozess der Röntgenstrahlen mit Energie

$$E_R = e \cdot U$$

in zwei verschiedenen Formen abläuft: ✓

- sogenannte **Bremsstrahlung** wird emittiert, wenn die energiereichen Elektronen durch die Atomkerne im Anodenmaterial abgelenkt und dadurch abgebremst werden, sodass die frei werdende Energie als Strahlung abgegeben wird. Es entsteht hier ein **kontinuierliches Spektrum** $I(\lambda)$, da die Energie der freien Elektronen ebenfalls kontinuierlich verteilt ist, sodass durch variablen Abstand zum Kern, den unterschiedlichen Materialeigenschaften und der statistischen Energieverteilung der Elektronen um einen Mittelwert ein spezifischer Verlauf der Verteilung entsteht. ✓

¹Unser Theorieteil basiert zu einem großen Teil auf dem Ausschnitt über Röntgenstrahlung im Demtröder [1] und bedient sich unter anderem dort an den Grafiken, greift aber auch auf andere Literatur zurück (s. Literaturverzeichnis) *welche? [1,2,3...?]*

Die maximale Energie eines Photons ist durch die maximale Energieaufnahme beim Beschleunigungsprozess gegeben:

$$E_{\max} = e \cdot U$$

- die **charakteristische Röntgenstrahlung** entsteht durch Elektronenübergänge aus höheren zu tieferen Energiezuständen in der Elektronenhülle schwerer Atome wie Kupfer oder Wolfram. Das zuvor beschleunigte Elektron hat dabei ein Elektron aus dem tieferen Energieniveau rausgeschlagen, sodass ein Elektron aus dem höheren Energieniveau auf dieses springen kann. Sie zeigt ein **diskretes Energiespektrum**, da die möglichen Übergänge durch das Energieniveauschema des Stoffes vorgegeben sind:

$$E_i - E_k = h \cdot \nu$$

wobei die Indices für die unterschiedlichen Energieniveaus stehen und ν die Frequenz des emittierten Photons ist.

Durch das Fenster kann die entstandene Strahlung aus dem evakuierten Glaskolben austreten. Die Strahlung kann eine große Menge an Stoffen durchdringen, ohne dort absorbiert zu werden, was ihren besonderen Charakter ausmacht. Da ein großer Teil der Energie in der Anode **in Wärme** (99% [5]) **umgewandelt** wird, muss man diese gezielt kühlen.

Die Überlagerung von dem kontinuierlichen und dem diskreten Teil des Spektrums ergibt das Röntgenspektrum eines Stoffes und soll hier für Kupfer (Abbildung 2) und Wolfram (Abbildung 3) dargestellt werden:

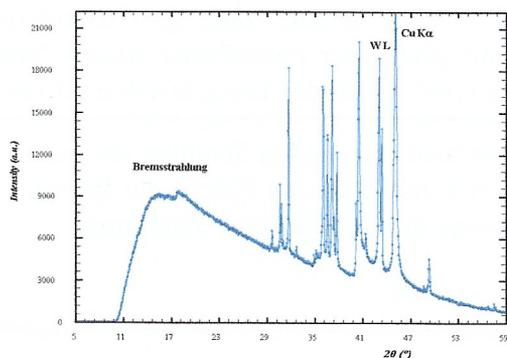


Abbildung 2: Emissionsspektrum Röntgenröhre aus Kupfer, entnommen aus [4]

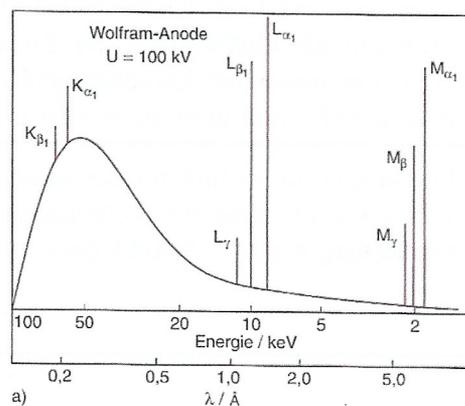


Abbildung 3: ^{erwartet...} Emissionsspektrum Röntgenröhre aus Wolfram, entnommen aus [1]

Bei gewissen Wellenlängen (*bzw. Winkeln*) sind offenbar scharfe und hohe Peaks in der Intensitätsverteilung zu erkennen, was genau der charakteristischen Röntgenstrahlung entspricht,

während das kontinuierliche, breite Spektrum mit einer maximalen Energie (*Vorsicht: große Energien nach links abgetragen*) der Bremsstrahlung entspricht.

Der Nachweis von Röntgenstrahlung erfolgt über Beugung und Untersuchung von Interferenzphänomenen der Strahlung an Kristallen, sowie mit Hilfe von Fotoplatten. ✓

2.2 Bragg-Reflexion

Die **Beugung von Röntgenstrahlen an Kristallgittern** führt zu einem winkelabhängigen Intensitätsverlauf durch **konstruktive und destruktive Interferenz**, wobei die ursprüngliche Intention war, so den Abstand zwischen den Netzebenen zu bestimmen und auf die Struktur von den Materialien zu schließen. Analog zum Doppelspalt oder Gitter muss hier die Spaltbreite (Abstand von zwei Atomen im Kristallgitter) in der Größenordnung der Wellenlänge von der einfallenden Strahlung liegen. In Abbildung 4 sieht man eine Skizze um die

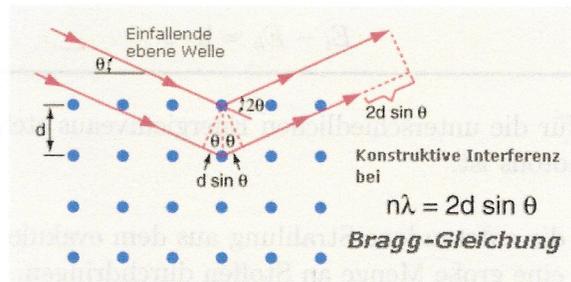


Abbildung 4: Skizze zur Bragg-Reflexion und Herleitung der Bragg-Gleichung, entnommen aus [7] ✓

Bragg-Reflexion zu erklären und die entsprechende Formel für konstruktive bzw. destruktive Interferenz herzuleiten. Dabei bemerkt man, dass für den **Glanzwinkel** α des Strahls gegen das Lot auf die Gitterebene der Zusammenhang $\theta = 90^\circ - \alpha$ gilt. Nach der Streutheorie aus der Theoretischen Quantenmechanik entsteht an jedem der betroffenen Atome "eine" Elementarwelle und überlagert sich mit der "reflektierten" Welle des benachbarten Atoms.

Für konstruktive Interferenz muss der Gangunterschied der beiden Strahlen ein ganzzahliges Vielfaches der Wellenlänge sein, woraus sich mit Hilfe der Skizze die **Bragg-Bedingung** ergibt - λ steht dabei für die Wellenlänge der einfallenden Strahlung:

$$n \cdot \lambda = 2d \cdot \sin \theta, \quad n \in \mathbb{N} \quad \checkmark$$

2.3 Röntgenfluoreszenz

Analog zum Fall bei der charakteristischen Strahlung kann auch durch auftreffende Röntgenstrahlung auf ein metallisches Material ein Elektron aus einem tiefen (*mit Vorsicht zu genießen: "innere Schale"*) Energieniveau (Energie E_g) in ein unbesetztes, höheres Niveau (Energie E_e) angeregt werden oder sogar aus dem Atom herausgeschlagen werden und es so ionisieren.

Daraufhin finden dann die eben erwähnten Elektronenübergänge in diesen unbesetzten Zustand statt, wobei hier ein sogenanntes **Fluoreszenzphoton** mit der Energie

$$h \cdot \nu_{eg} = E_e - E_g \quad \checkmark$$

ausgesendet wird.

Für eine bestimmte Anregungsenergie schlägt man also ein beliebiges Elektron aus seiner Schale raus und hat nun viele Möglichkeiten für Elektronen, die in diese Schale "runterfallen" können. Im **Fluoreszenzspektrum** registriert man deshalb eine Vielzahl von Röntgenlinien. Dieser Vorgang ist **materialabhängig** und erlaubt deshalb Rückschlüsse auf die **Zusammensetzung des Materials**. Durch Messung der Wellenlängen kann man Informationen über die Zusammensetzung und Energien der Elektronenniveaus, sowie über die Abschirmung der Kernladung gewinnen. Die Aufnahme des Röntgenfluoreszenzspektrums erfolgt mit einem speziell dafür vorgesehen Detektor.

Die Höhe eines Peaks und damit die Intensität der Strahlung ist proportional zur Anzahl der strahlenden Atome n , welche in einem **reinen Material** wiederum mit der Dichte ρ des Stoffes, dem Atomgewicht A , der bestrahlten Fläche S und der effektiven Dicke d der durchstrahlten Schicht über den Zusammenhang

$$n_0 = S \cdot d \cdot \frac{\rho}{A} \quad \checkmark$$

zusammenhängt. Mit $V = S \cdot d$ und der Höhe H_0 des Peaks im Fluoreszenzspektrum vom reinen Material folgt mit H : Peak bei Legierung:

$$n = n_0 \cdot \frac{H}{H_0} = V \cdot \frac{\rho}{A} \cdot \frac{H}{H_0} \quad \checkmark$$

Für den Masseanteil folgt dann:

$$C_i = \frac{m_i}{M_{\text{ges}}} = \frac{n_i \cdot A_i}{\sum_j n_j \cdot A_j} = \frac{\rho_i \cdot \frac{H_i}{H_{0,i}}}{\sum_j \rho_j \cdot \frac{H_j}{H_{0,j}}} \quad \checkmark$$

2.4 Laue-Verfahren

Im **Laue Verfahren** wird ein kontinuierliches Spektrum Röntgenstrahlung an **Einkristallen** - d.h. Kristallen mit regelmäßiger/homogener Struktur - gebeugt, analog zur Bragg-Reflexion. Die Phänomene werden hier allerdings im **reziproken Gitter** erklärt. Der Kristall ist dabei **räumlich fixiert** orientiert und so sieht man bei variablen Einfallswinkeln unter bestimmten Voraussetzungen einen Peak im Intensitätsspektrum falls die **Laue-Bedingung** für "eine" der Wellenlängen erfüllt ist. \checkmark

Mit \vec{k} : Wellenvektor der einfallenden Welle und \vec{k}' : Wellenvektor der auslaufenden Welle folgt mit Abbildung 5 aus

$$\vec{R} \cdot \left(\frac{\vec{k}}{k} - \frac{\vec{k}'}{k'} \right) = m \cdot \lambda$$

die folgende sogenannte Laue-Bedingung im reziproken Gitter:

$$\vec{k} - \vec{k}' = \vec{G}$$

wobei \vec{G} einem reziproken Gittervektor entspricht. Dabei ist eingegangen, dass es sich um elastische Streuung handelt, also $k = k'$ gilt. Anders formuliert, entspricht die Änderung des Wellenvektors bei konstruktiver Interferenz einem reziproken Gittervektor. ✓

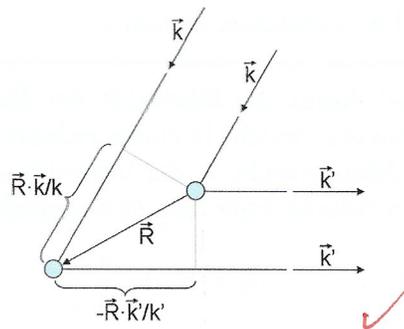


Abbildung 5: Skizze zur Erklärung der Laue-Bedingung, entnommen aus [9]

Mit Hilfe der **Millerschen Indices** - oft mit h, k, l bezeichnet - kann man unter Benutzung einer Basis des reziproken Gitters $(b_i)_{i=1,2,3}$ jeden reziproken Gittervektor durch

$$\vec{G} = h \cdot \vec{b}_1 + k \cdot \vec{b}_2 + l \cdot \vec{b}_3$$

darstellen. Durch die Miller Indices ist dabei eine eindeutige Ebene im Raum gegeben, wobei der obige Vektor \vec{G} dann orthogonal zur sogenannten Ebene (hkl) ist. Bei gegebener Ebene kann man die Schnittpunkte dieser mit den Koordinatenachsen s_i nehmen und die Miller Indices ergeben sich aus

$$h : k : l = \frac{1}{s_1} : \frac{1}{s_2} : \frac{1}{s_3}$$

wobei h, k, l um gemeinsame Faktoren gekürzt sind. Eine **Elementarzelle** wird von drei Basisvektoren aufgespannt, wobei man durch sie den ganzen Raum überlappungsfrei durch Translation aufspannen kann.

2.5 Geiger-Müller-Zählrohr

In Abbildung 6 sieht man eine mit einem "Zählgas" gefüllte Ionisationskammer - mit einem durchlässigen Fenster auf einer Seite - in welcher durch die Röntgenstrahlung freie Elek-

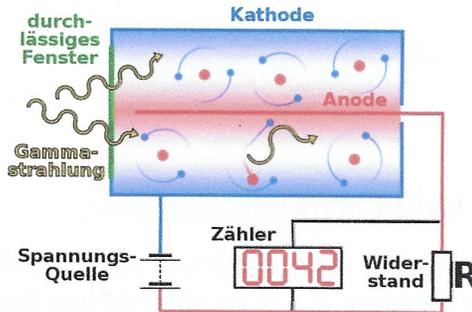


Abbildung 6: Skizze zum Aufbau des Geiger-Müller-Zählrohrs, entnommen aus [10]

tronen entstehen und dann im elektrischen Feld zwischen Kathode und Anode zur Anode abgezogen werden. Die Zahl der registrierten Elektronen ist proportional zu der im Zählrohr deponierten Energie und der Intensität, aber auch zu der angelegten Spannung - diese ist beim GMZ allerdings groß genug, dass keine Rekombinationen ablaufen können, die Elektronen sogar nochmal Sekundärionisationen durchführen. Die Totzeit ist die Zeit, die nach einer Messung verstreichen muss bevor man ein neues Ereignis registrieren kann, da eine Wolke aus ionisierten Elektronen die Anode in gewisser Weise abschirmt und erst rekombinieren muss.

beim GM-Zählrohr stimmt die nicht!!! sonst wäre es ein Proportional-Zählrohr oder ein Proportional-Gasdetektor das GM-Zählrohr ist aber ein Gasdetektor der gerade nicht mehr im Proportionalbereich arbeitet.

2.6 Röntgenenergiedetektor

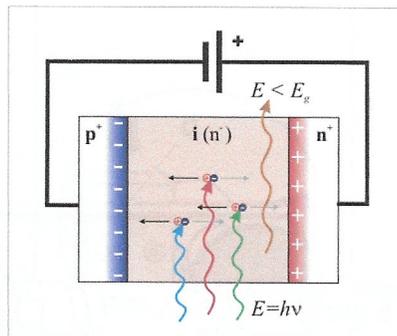


Abbildung 7: Skizze zum Aufbau der Halbleiter-pin-Photodiode [11]

Die in Abbildung 7 schematisch dargestellte PIN-Photodiode macht den Kern des Röntgenenergiedetektors aus. Zwischen der P-N-Schicht ist eine intrinsische (eigenleitend, nicht dotiert) Schicht, durch Anlegen einer Sperrspannung wird hier eine Raumladungszone ausgebildet. In dieser entstehen durch die Strahlung Elektron-Loch-Paare und die Schicht wird leitend, wobei der gemessene Strom proportional zur einfallenden Energie ist.

3 Versuch

3.1 Aufbau

3.2 Durchführung

3.2.1 Bragg-Reflexion an NaCl-Einkristall

Im ersten Versuchsteil nutzen wir die Bragg-Reflexion an einem Natrium-Chlorid-Einkristall, um auf die Wellenlänge bzw. Energie des charakteristischen Spektrums der Röntgenstrahlung einer unbekanntes Röntgenröhre zu schließen. Dazu baut man zuerst - falls noch nicht geschehen - das Goniometer ein, indem man sich die Anleitung aus dem Versuchsraum dazu zu Hilfe nimmt. Als nächstes muss man die unbekanntes Röntgenröhre einbauen, wozu man nach Ausschalten und kurzem Abkühlen der bereits eingesetzten Röhre das rote Hochspannungskabel aus dem Kühlkörper zieht, eine Schraube am Röhrensockel **leicht** löst und die Röntgenröhre am Kühlkörper aus dem Sockel zieht. Der Kühlkörper wird abgeschraubt, die unbekanntes Röhre wird in den Bleiglas-Zylinder eingetaucht, in die Fassung gesteckt und wieder am Röhrensockel festgeschraubt. Erst dann wird der Kühlkörper angeschraubt und das Hochspannungskabel eingeführt. Wir bauen den Kollimator mit 1 mm Spaltbreite in die dafür vorgesehene Aufnahme ein und befestigen den Sensorarm mit Geiger-Müller-Zählrohr am Goniometer, welcher an "GM-Tube" angeschlossen werden muss. Als letztes muss der Targethalter in das dafür vorgesehene Loch am Goniometer eingebaut werden. In Abbildung 8 ist dies schematisch dargestellt. ✓

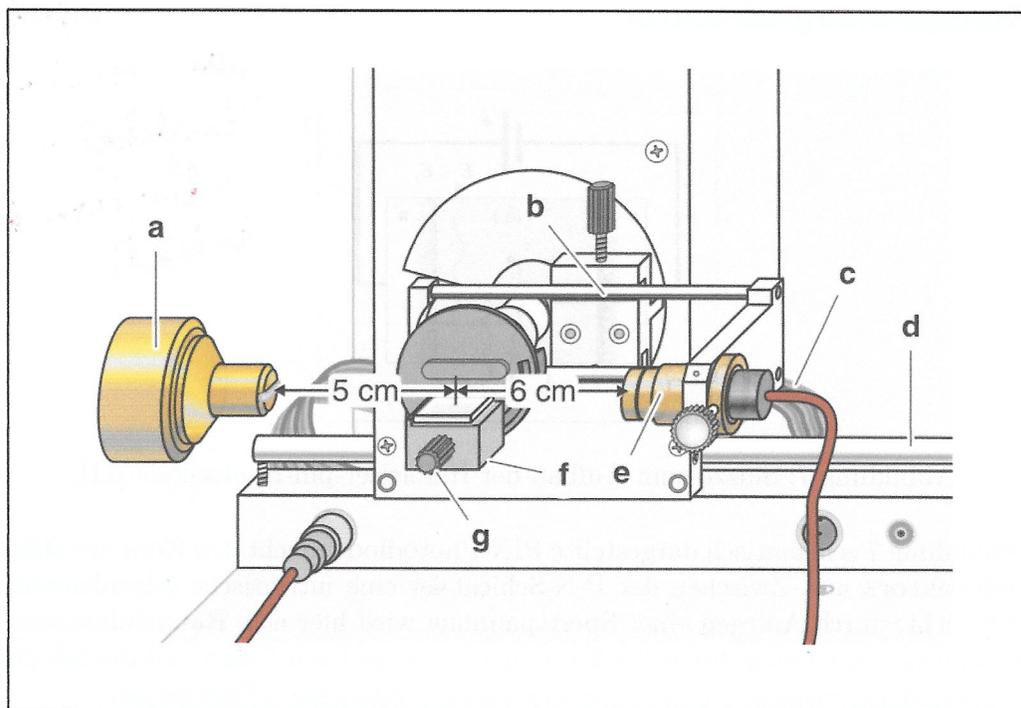


Abbildung 8: Schematischer Aufbau in Bragg'scher Anordnung, entnommen aus [12]

Nun ist folgendermaßen vorzugehen:

- Abstand Spaltblende - Targethalter auf ca. 5 cm einstellen
- Abstand Targethalter - Zählrohr: ca. 6 cm
- NaCl-Kristall flach auf Targettisch legen, Targettisch anheben um Schraube fest-zuziehen
- Mit F5 das Programm "Röntgengerät" starten
- Spannung auf $U = 35 \text{ kV}$ setzen
- Strom $I = 1 \text{ mA}$ wählen
- $\Delta t = 10 \text{ s}$, $\Delta\beta = 0,1^\circ$, $\beta_{\min} = 2,0^\circ$, $\beta_{\max} = 25,0^\circ$
- COUPLED einstellen um die gesamte Apparatur zu drehen und so die Winkel-differenzen konstant zu halten
- Mit SCAN starten und anschließend Tabelle speichern ✓

Wahlweise wird durch anfitten von Gaußfunktionen oder über das Programm selbst der Schwerpunkt der charakteristischen Röntgenlinien ermittelt, woraus die Wellenlänge mit Hilfe des Bragg-Gesetzes ermittelt wird um daraus auf das Anodenmaterial zu schließen. ✓
 Außerdem wird die Feinstruktur der K_α -Linie von Molybdän in der vierten Ordnung untersucht und daraus der Wellenlängenabstand $\Delta\lambda$ in dem Dublett bestimmt. Dazu baut man nun die Molybdän-Anode ein und benutzt den hochauflösenden Kollimator, sowie den Zählrohrhalter mit dem 0,3 mm Spalt. Es wird nun analog zu der Vorgehensweise bei der unbekanntem Röntgenröhre verfahren, wobei der Punkt mit den zwei Kreisen abgeändert wird zu:

- $\Delta t = 120 \text{ s}$, $\Delta\beta = 0,01^\circ$, $\beta_{\min} = 28,5^\circ$, $\beta_{\max} = 32,0^\circ$ ✓

Hier soll bei der Auswertung nun $\Delta\lambda$ des Dubletts angegeben werden. Die Werte werden mit den Literaturwerten verglichen und es wird diskutiert, wieso die Aufspaltung der Feinstruktur erst in höherer Ordnung sichtbar wird.

3.2.2 Zerstörungsfreie Analyse chemischer Zusammensetzungen

Mit dem Röntgenenergiedetektor sollen hier Fluoreszenz-Spektren von vier verschiedenen Legierungen aufgenommen werden und daraus deren einzelnen Stoffe, sowie für eine Legierung die genaue Massenzusammensetzung bestimmt werden. Für diesen Teil baut man die Kupfer-Röntgenröhre nach der oben beschriebenen Vorgehensweise ein und fährt folgendermaßen fort: Man schließt die Stromversorgung des Röntgenenergiedetektors vom Tischnetzgerät an die Mini-DIN-Buchse von diesem an und befestigt den Sensorarm mit Röntgenenergiedetektor am Goniometer. Der Signalausgang des Detektors wird mit einem BNC-Kabel an den Eingang des Röntgengeräts gelegt und das Tischnetzgerät an das Stromnetz angeschlossen.

In Abbildung 9 ist wieder der schematische Aufbau zu sehen.

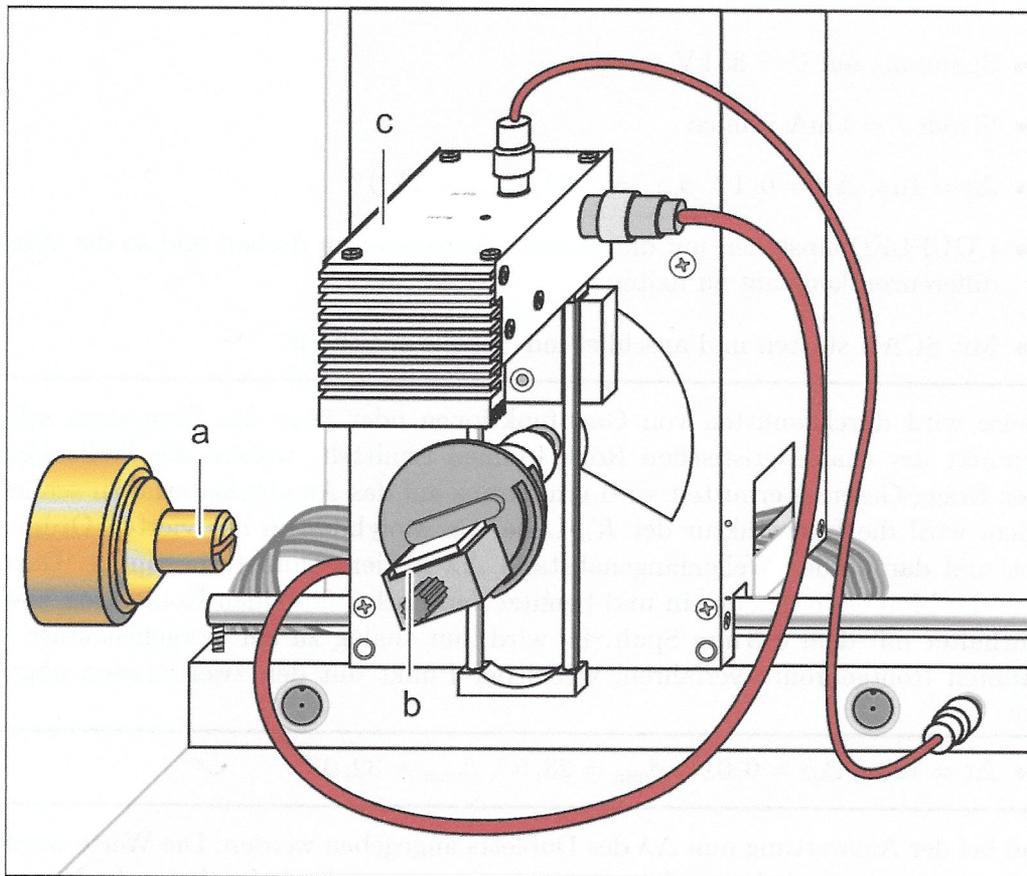


Abbildung 9: Schematischer Versuchsaufbau zur Aufnahme eines Röntgenenergiespektrums, entnommen aus [13] ✓

Nun stellt man den Versuchsaufbau folgendermaßen ein:

- Abstand Spaltblende - Drehachse und Drehachse - Eintritt Energiedetektor auf 5 – 6 cm einstellen
- COUPLED drücken und Winkel auf 45° einstellen, damit ist Target auf 45° und der Sensor dementsprechend bei 90°
- Um den Aufbau zu kalibrieren wird das FeZn-Plättchen auf den Targettisch gelegt
- “Cassy-Lab“ starten und die Vielkanalmessung auf 512 Kanäle einstellen mit negativen Pulsen, einer Verstärkung von -2,5 und einer Messdauer von 180 s
- $U = 35,0 \text{ kV}$, $I = 1,00 \text{ mA}$, HV auf ON
- Mit F9 die Spektromaufnahme starten und die aufgenommene Tabelle speichern
- Die Messung mit vier unbekanntes Legierungen wiederholen
- Die Messung mit den Elementen Blei, Eisen, Gold, Indium, Kupfer, Nickel, Silber, Titan, Wolfram, Zinn, Zink und Zirkonium wiederholen um die Referenzspektren aufzunehmen

Mit dem FeZn-Plättchen kann die Energie geeicht werden, da die K_α - und K_β -Linien von Eisen und Zink gut sichtbar sind und die entsprechenden Energien bekannt sind, sodass durch einen Geradenfit der Zusammenhang zwischen Kanal und Energie ermittelt werden kann. Diese Kalibrierung kann man auf die vier Messungen der Legierung anwenden und daraus die Bestandteile bestimmen. Für die Bestimmung der Massenanteile einer dieser Legierungen muss zusätzlich die Höhe der Peaks in dieser Legierung mit der Höhe des Peaks in den Referenzspektren verglichen werden. Anhand dieser Zusammensetzung ermittelt man das chemische Molekül und erklärt mögliche Ursachen für Verfälschungen.

3.2.3 Laue-Aufnahme

Im letzten Teil soll eine Laue-Aufnahme eines NaCl-Kristalls bzw. LiF-Kristalls gemacht und der entsprechende Film entwickelt werden. Damit soll die Symmetrie und Gitterstruktur untersucht werden. Man geht dabei man folgendermaßen vor: Der Sensorarm mit dem Targethalter wird ausgebaut und man legt den Röntgenfilm mittig auf den Filmhalter. Dieser wird auf der Experimentierschiene verschoben und für den NaCl-Kristall ein Abstand von 15 mm und für den LiF-Kristall 11 mm zwischen Kristall und Film eingestellt. Lochblende und Kollimator werden aufgesetzt und so gedreht, dass Außenkanten vom Kristall horizontal/vertikal sind. In Abbildung 10 ist erneut der schematische Aufbau zu sehen.

Die Parameter werden wie folgt gewählt:

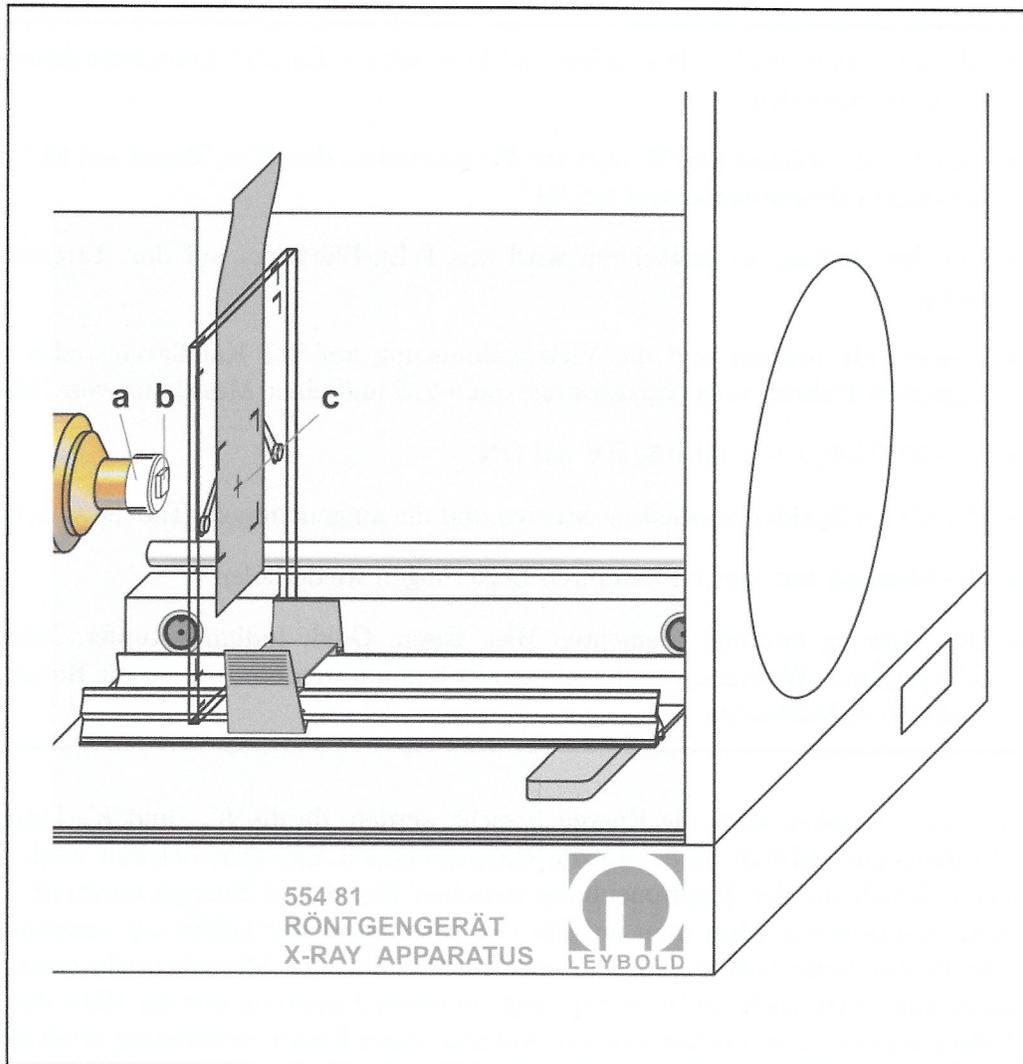


Abbildung 10: Schematischer Aufbau zur Laue Aufnahme an Kristallen, entnommen aus [14]

- $U = 35 \text{ kV}$, $I = 1,0 \text{ mA}$ und $\Delta\beta = 0,0^\circ$
- $\Delta t = 1800 \text{ s}$ für NaCl bzw. $\Delta t = 1200 \text{ s}$ für LiF
- Mit SCAN starten
- Nach Belichtung den Filmhalter inklusive Experimentierschiene aus dem Experimentierraum nehmen
- Röntgenfilm nach Anleitung entwickeln ✓

In der Auswertung will man einen Reflex auf dem Röntgenfilm einer Netzebenschar zuordnen. Der Ursprung des gewählten Koordinatensystems sei der Auftreffpunkt des einfallenden

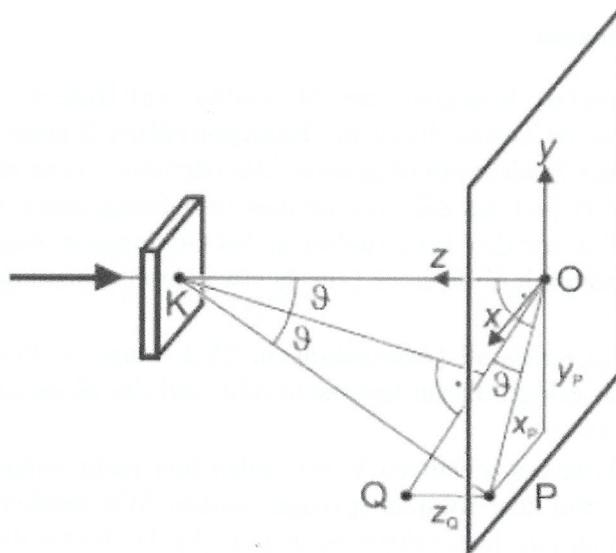


Abbildung P428.2: Geometrische Beschreibung zur Auswertung (LD Handblätter Physik)

Abbildung 11: Skizze zur Bestimmung der Netzebenschar, entnommen aus [3]

(ungebeugten) Röntgenstrahls auf dem Film, wie in Abbildung 11 zu sehen ist. Im Winkel $2 \cdot \theta$ werden Photonen nach der Laue-Bedingung gebeugt und treffen im Punkt P auf den Film auf. Im Winkel θ liegt die Strecke, die die Richtung der Netzebenschar (hkl) angibt, von welcher der Reflex kommt.

Der geometrisch konstruierte Punkt Q hat eine Höhe von

$$z_Q = \sqrt{x_Q^2 + y_Q^2 + L^2} - L$$

und die Verbindung \vec{OQ} läuft parallel zum Vektor \vec{G} des reziproken Gitters:

$$\vec{G} = (h, k, l) \cdot \frac{1}{a_0}, \quad a_0 : \text{Gitterkonstante}$$

Dann gilt:

$$h : k : l = x_Q : y_Q : z_Q$$

sodass wir also das kleinste ganzzahlige, ungemischte Zahlentriplett suchen, welches diese Gleichung erfüllt. Man misst also (bspw. mit transparentem Millimeterpapier) die x_Q - und y_Q -Koordinate der Reflexe ab und ermittelt z_Q , sodass man (hkl) bestimmen kann. Daraus kann man nun den Netzebenenabstand, den Glanzwinkel und die Wellenlänge berechnen. Abschließend wird der Fehler bei der Zuordnung der Miller Indices diskutiert.

3.3 Messung und Auswertung

3.3.1 Bragg-Reflexion

Nachdem die eingesetzte Röntgenröhre (Molybdän) mit Hilfe der gegebenen Anleitung und durch die Hilfe unseres Tutors durch die **Röntgenröhre 2** ausgetauscht wurde, wurde der Kollimator mit 1 mm Spaltbreite eingesetzt. Als nächstes wurde der Sensorarm mit größerer Spaltbreite eingesetzt und das Zählrohr an diesem befestigt sowie an "GM-Tube" angeschlossen. Außerdem haben wir den Targethalter in das Goniometer eingesetzt und festgeschraubt. Die Abstände wurden mit Hilfe eines Lineals etwa entsprechend der obigen Anleitung eingestellt. ✓

Wir haben den NaCl-Kristall (Abmessungen: $25 \pm 1 \text{ mm} \times 25 \pm 1 \text{ mm} \times 3,5 \pm 0,5 \text{ mm}$) auf den Targettisch gelegt, diesen festgeschraubt und die Messung mit den oben genannten Parametern gestartet.

Die in einer Textdatei gespeicherten Werte sollen hier nicht aufgeführt werden, da dies von keinem Nutzen ist und den Rahmen sprengen würde. Wir werden im späteren Verlauf auch darauf verzichten und nur die Grafiken einbinden. Als Fehler für die Winkeleinstellung haben wir dabei $0,2^\circ$ und für die Fehler in der Zählrate $1 \frac{1}{s}$ angenommen.

Trägt man mit *Gnuplot* nun die gemessenen Winkel gegen die Zählrate auf, so erhält man Abbildung 12:

*Statistik: Fehler von N ist $\Delta N = \sqrt{N}$
Wichtig!!!*

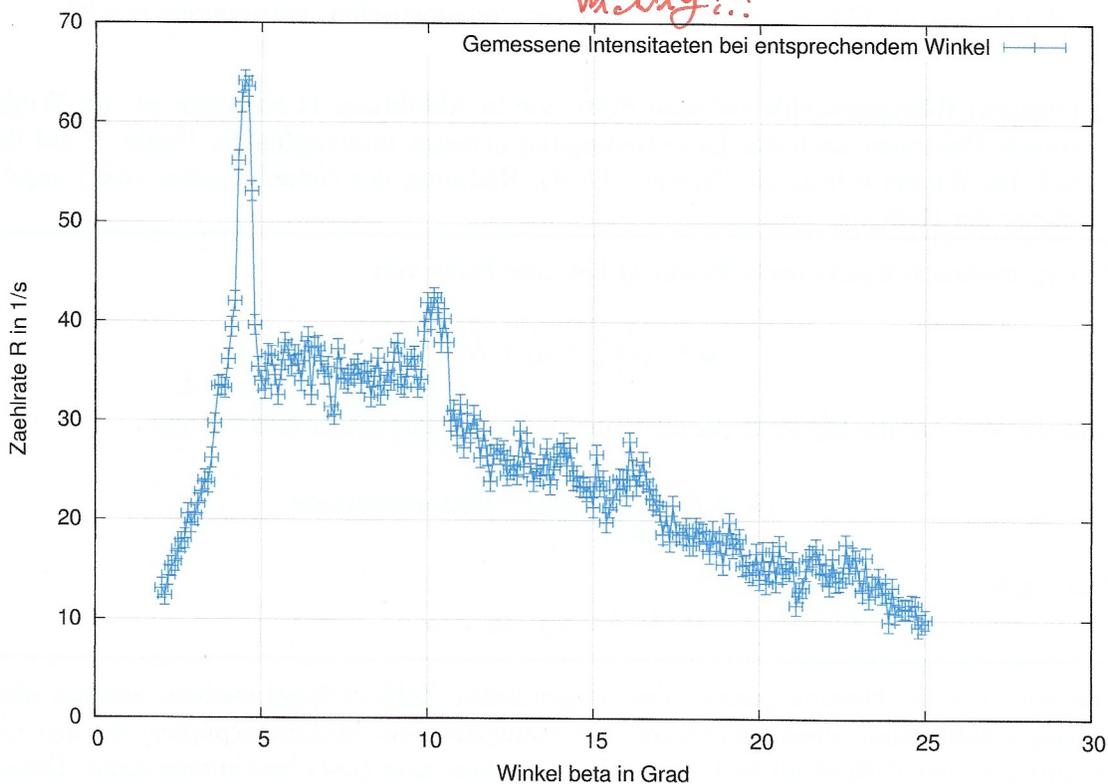


Abbildung 12: Spektrum NaCl-Kristall mit unbekannter Anode

*→ besser: kontinuierliches Spektrum + Gauß anfitzen...
 $I(\lambda) = k \cdot z \cdot z \cdot \left(\frac{z}{\lambda \sin \theta} - 1\right) \cdot \frac{1}{\lambda^2}$
 k = Kramersche Konstante
 z = Elektronenanzahl*

Anhand dieser kann man ungefähr die Lage der Peaks (charakteristisches Spektrum) abschätzen und jeweils einen Bereich wählen, in dem eine Gaußkurve um die Messwerte gelegt werden soll um den Schwerpunkt zu bestimmen. Dieser entspricht dann genau dem Mittelwert der ermittelten Gaußglocke. Wir wählen die Bereiche wie folgt:

Bereich 1:	$(3.5 - 5.0)^\circ$
Bereich 2:	$(9.5 - 11.0)^\circ$
Bereich 3:	$(15.5 - 17.0)^\circ$

Für den ersten Peak war es sehr schwierig einen passenden Gaußfit mit **Gnuplot** zu finden, da hier anscheinend zu wenige Werte zur Verfügung standen, die zu weit voneinander gestreut waren. Nach Ausprobieren von verschiedenen Bereichen und Startwerten konnte dann letztlich ein passender Fit und damit Mittelwert/Schwerpunkt gefunden werden, welcher allerdings etwas eckig ist. Eine Erklärung hierfür haben wir nicht, da die vorgegebene Fit-Funktion ein Gauß war, welcher nicht eckig sein dürfte, egal mit welchen Parametern. Für die drei Peaks erhalten wir mit Abbildung 4:

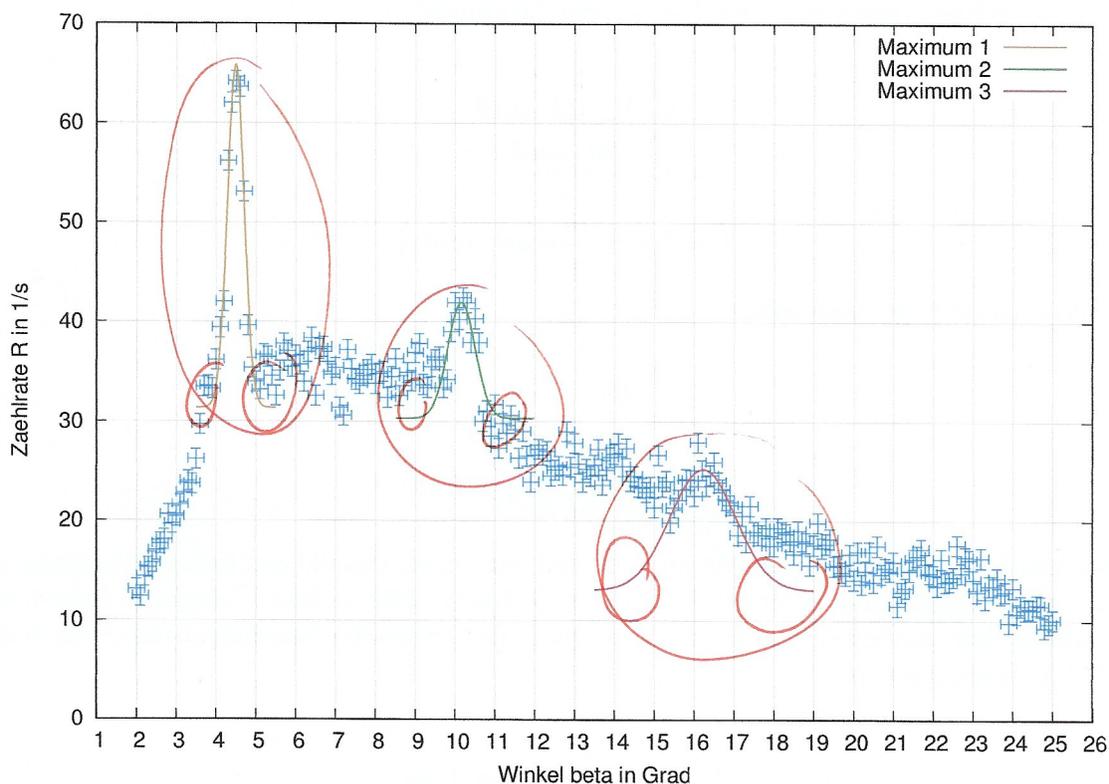


Abbildung 13: Spektrum NaCl-Kristall mit unbekannter Anode und Gaußfits um Schwerpunkte zu ermitteln

$$\beta_1 = (4,48671 \pm 0,01168)^\circ$$

$$\beta_2 = (10,1579 \pm 0,04551)^\circ$$

$$\beta_3 = (16,2198 \pm 0,04969)^\circ$$

Außerdem wurden die Peakschwerpunkte für die drei charakteristischen Peaks des Röntgenspektrums mit Hilfe des Programms "Röntgengerät" bestimmt zu:

$$\beta_1 = (4,47 \pm 0,18)^\circ$$

$$\beta_2 = (10,26 \pm 0,22)^\circ$$

$$\beta_3 = (16,26 \pm 0,39)^\circ$$

Hier sieht man direkt, dass die Werte sehr gut miteinander übereinstimmen. Im Folgenden sollen für die Peaks nun also unsere ermittelten Werte genommen werden, da der Fehler hier deutlich kleiner ist. Nun rufen wir uns die Bragg-Bedingung für konstruktive Interferenz an einem Kristall aus dem Theorieteil ins Gedächtnis und formen diese nach der Wellenlänge um und errechnen damit dann die Energie der Strahlung.

$$\begin{aligned} n \cdot \lambda &= 2d \cdot \sin \theta \\ \Leftrightarrow \lambda &= \frac{2d \cdot \sin \theta}{n} \\ \left(\Rightarrow \Delta \lambda &= \frac{2d}{n} \cos \theta \cdot (\Delta \theta) \right) \end{aligned}$$

Für die Energie folgt dann sofort:

$$\begin{aligned} E &= \frac{hc}{\lambda} = \frac{nhc}{2d \sin \theta} \\ \Rightarrow \Delta E &= \frac{nhc \cos \theta}{2d \sin^2 \theta} \cdot (\Delta \theta) \end{aligned}$$

Außerdem bemerken wir, dass wir anscheinend nur einen charakteristischen Übergang im Atom beobachten, dafür in erster bis dritter Ordnung. Für andere Übergänge haben wir vermutlich nicht genügend Energie zur Verfügung. Der zweifache Netzebenenabstand von NaCl wird [11] entnommen zu

$$2d = 5,641 \text{ \AA} = 564,1 \text{ pm}$$

und damit ermitteln wir die Energie der charakteristischen Strahlung in erster, zweiter und dritter Ordnung zu:

$$\begin{aligned}
 E_1 &= (4,5012 \pm 0,67) \cdot 10^{-15} \text{ J} = (28,096 \pm 4,182) \text{ keV} \\
 E_2 &= (3,9934 \pm 0,507) \cdot 10^{-15} \text{ J} = (24,925 \pm 3,165) \text{ keV} \\
 E_3 &= (3,782 \pm 0,214) \cdot 10^{-15} \text{ J} = (23,606 \pm 1,337) \text{ keV}
 \end{aligned}$$

← Fehler immernoch zu groß!!!

Hier sieht man noch einmal, wie entscheidend es für ein ordentliches Ergebnis war, die Schwerpunkte per Gaußfit zu ermitteln und nicht mit Hilfe des Programms - der Fehler wurde erheblich eingeschränkt und ist nicht größer als der Wert selber, wie es für den mittels des Programms ermittelten Wert der Fall ist (Größenordnung 10 Unterschied!). Eine Mittlung dieser Werte ergibt:

$$\begin{aligned}
 \bar{E} &= \frac{E_1 + E_2 + E_3}{3} \\
 \Rightarrow \Delta \bar{E} &= \frac{1}{3} \sqrt{\Delta E_1^2 + \Delta E_2^2 + \Delta E_3^2} \\
 \Leftrightarrow \bar{E} &= (25,5423 \pm 1,804) \text{ keV} \quad \checkmark
 \end{aligned}$$

Wir behaupten, dass wir unsere eingesetzte "Röntgenröhre 2" eine Ag-Anode (Silber) war, welche nach [11] für den K α -Übergang eine Energie von 25514 eV besitzt und deshalb ziemlich gut mit unserem Messwert übereinstimmt. Als andere Möglichkeiten kommen noch Palladium (24350 eV) und Cadmium (26711 eV) in Frage, aus welchen die Anode vermutlich eher nicht bestand.

Für die nach dem ersten Versuchstag über Nacht genommene Messung zu der Feinstruktur wurde nach dem zweiten Versuchsteil (siehe weiter unten) wieder die Molybdän-Anode in das Röntgengerät eingebaut. Außerdem wurde der hochauflösende Kollimator in die Kollimatoraufnahme eingesetzt und der Zählrohrhalter mit "großer" Spaltbreite gegen den mit dem dünnem Spalt (0,3 mm) ausgetauscht. Die Parameter werden wieder entsprechend den Angaben in dem Kapitel "Durchführung" gewählt. Auffallend sind dabei die kleinen Winkelabstände in denen für ein langes Zeitintervall gemessen wird, was daran liegt, dass wir in der vierten Beugungsordnung messen (weniger Ereignisse in diesen Winkel) und wir zwei Wellenlängen auflösen wollen, die sehr nah beieinander liegen (kleine Winkelabstände zueinander). Die Messung über Nacht hat leider keine verwertbaren Ergebnisse geliefert, sodass wir im Folgenden auf ein Referenzspektrum von unserem Tutor zurückgreifen und dieses auswerten! Dieses ist ausnahmsweise im Anhang zu finden, da es nicht von uns aufgenommen wurde (Abbildung 27 und Abbildung 28). Trägt man nun wieder mit *Gnuplot* die Zählrate gegen die gemessene Winkel auf, so erhält man Abbildung 14:

Man kann hier wieder sehen, in welchem Bereich die beiden Maxima der Gaußverteilungen liegen, um so einen Fit durchzuführen und den Schwerpunkt zu ermitteln. Wir entscheiden uns für die Bereiche:

$$\begin{aligned}
 \text{Bereich 1:} & \quad (29.9 - 30.3)^\circ \\
 \text{Bereich 2:} & \quad (30.3 - 30.6)^\circ
 \end{aligned}$$

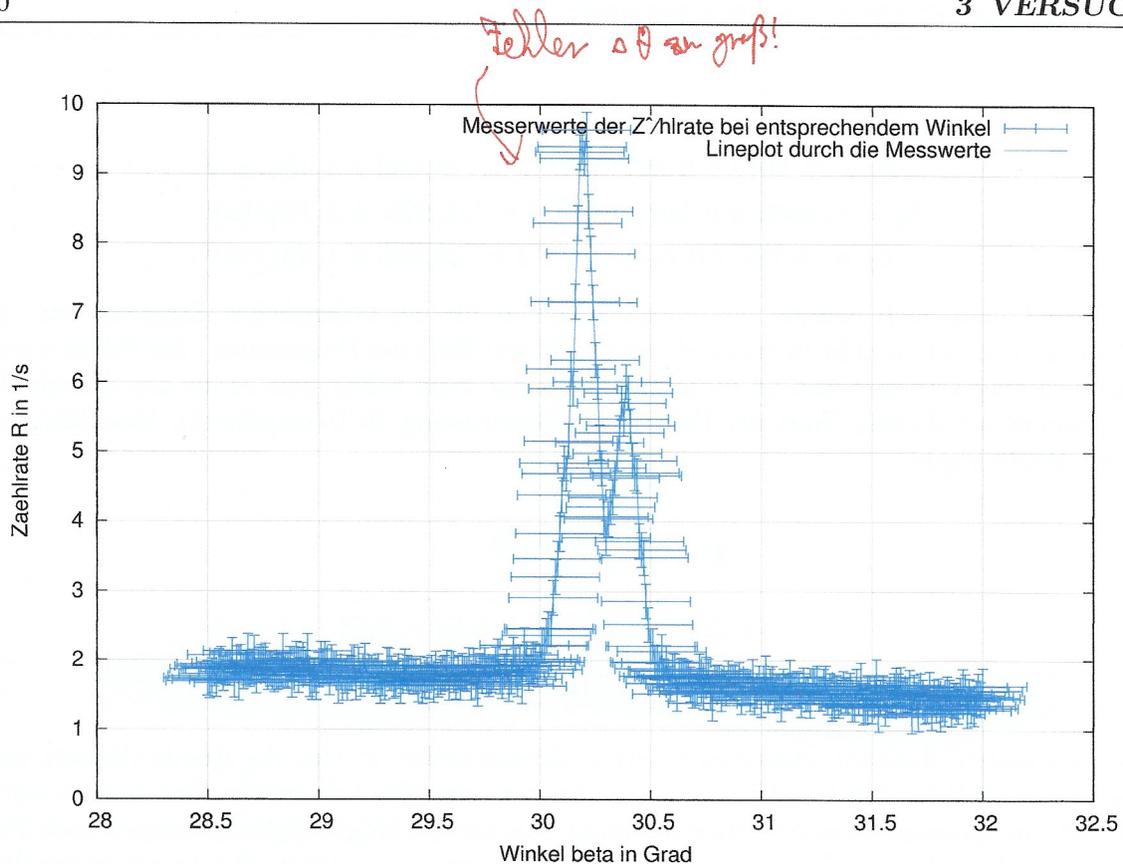


Abbildung 14: Feinstrukturmessung mit der Molybdän Anode

Man erhält damit Abbildung 15, wobei hier außerdem noch die Summe der beiden Gaußplots an die Kurve angefitet wurde und nur der physikalisch interessante Bereich für das K_{α} -Dublett in vierter Beugungsordnung dargestellt wird:

Die von *Gnuplot* ermittelten Werte für die Mittelwerte/Schwerpunkte sind hier

$$\underline{\underline{\gamma_1 = (30,196 \pm 0,001554)^\circ}}$$

$$\underline{\underline{\gamma_2 = (30,3912 \pm 0,002863)^\circ}}$$

Im Folgenden greifen wir erneut auf die im vorigen Kapitel benutzt umgeformte Bragg-Gleichung zur Ermittlung der zugehörigen Wellenlänge des Dubletts im Molybdän-Spektrum zurück:

$$\lambda = \frac{2d \cdot \sin \theta}{n} \quad \implies \quad \Delta \lambda = \frac{2d}{n} \cos \theta \cdot (\Delta \theta) \quad \checkmark$$

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

Mit diesen Gleichungen folgt dann:

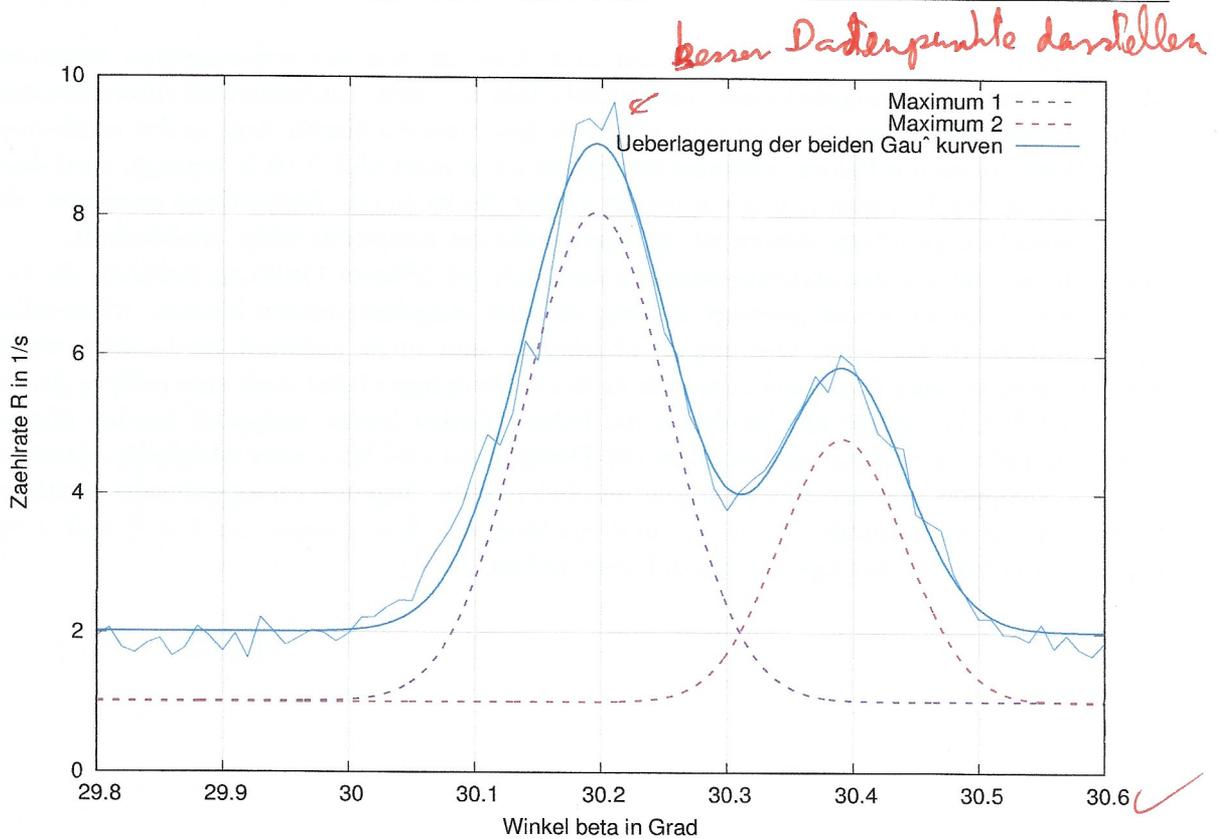


Abbildung 15: Feinstrukturmessung mit der Molybdän Anode mit angepassten Gaußfits

$$\lambda_1 = (70,93 \pm 0,189) \text{ pm}$$

$$\lambda_2 = (71,345 \pm 0,348) \text{ pm}$$

$$\Rightarrow \delta\lambda = (0,415 \pm 0,396) \text{ pm}$$

Fehler zu groß ihr sollt besser gemessen...

Ein kurzer Blick in [11] liefert für die Literaturwerte des Feinstrukturübergangs K_{α_1} bzw K_{α_2} von Molybdän:

$$E_{1,\text{Lit}} = 17479,34 \text{ eV}$$

$$E_{2,\text{Lit}} = 17374,3 \text{ eV}$$

und damit dann:

$$\lambda_{1,\text{Lit}} = 70,932 \text{ pm}$$

$$\lambda_{2,\text{Lit}} = 71,3607 \text{ pm}$$

$$\Rightarrow \delta\lambda_{\text{Lit}} = 0,4287 \text{ pm}$$

Vergleicht man die beiden Werte, so sieht man dass der von uns experimentell bestimmte Wert für den Wellenlängenabstand im Dublett fast mit dem Literaturwert übereinstimmt, wobei die Fehlergrenzen etwas zu groß scheinen. Die Ursache hierfür liegt in der mathematischen Berechnung des Fehler: während der Fehler im Winkel bloß 0,01 % beträgt, wird durch den $\cos(\theta)$ in der Fehlerrechnung ein enorm großer Fehler in der Wellenlänge errechnet. Wie das physikalisch zu interpretieren ist, ist uns zu diesem Zeitpunkt leider schleierhaft.

Die Aufspaltung der Feinstrukturmessung wird erst bei höherer Ordnung sichtbar, da diese in höherer Ordnung soweit gebeugt werden, dass sie aufgelöst werden können, während die Spektrallinien in kleineren Ordnungen überlagern und nicht getrennt beobachtet werden können. Man beachte dazu auch, dass ein größerer Beugungswinkel auch eine größere Strecke bis zum GMZ zur Folge hat, wodurch die beiden Linien besser aufgelöst werden können. Der Grund für die Aufspaltung ist, dass der Drehimpuls und Spin eines Molybdän-Atoms zu $J = L + S$ koppelt und dadurch zwei sehr nah beieinander liegende Energieniveaus existieren. So können ein Drehimpuls von $L = 1$ und ein Spin von $S = \frac{1}{2}$ bspw. zu $J = \frac{1}{2}$ und $J = \frac{3}{2}$ koppeln, welche eine geringe Energiedifferenz haben.

3.3.2 Zerstörungsfreie Analyse chemischer Zusammensetzungen

Der Sensorarm mit dem GMZ wurde gegen einen Sensorarm mit der PIN-Diode ("Röntgenenergie-detektor") ausgetauscht und sowohl mit dem Röntgengerät verbunden, als auch über das Tischnetzgerät an den Strom angeschlossen. Die Anode wurde gegen eine Cu-Röntgenröhre ausgetauscht und die Abstände des Kollimators, Drehachse und und Ener-giedetektor entsprechend den Einstellungen aus dem Teil "Durchführung" gewählt. Coupled war erneut auf "ein" und das Target hat mit dem Sensor einen Winkel von 45° gebildet. Zuerst wurde das FeZn-Plättchen zur Eichung vermessen. Nachdem es auf den Targettisch gelegt wurde und die Einstellungen entsprechend der Durchführung vorgenommen wurden, wurde die Aufnahme mit Drücken der "HV ON"-Taste und Drücken von F9 am Computer gestartet. Diese Messung wurde für die vier unbekanntes Legierungen, sowie für die Referenzspektren von Blei, Eisen, Gold, Indium, Kupfer, Nickel, Silber, Titan, Wolfram, Zinn, Zink und Zirkonium wiederholt. Abhängig von der Energie der auf den Röntgenenergie-detektor auftreffenden Strahlung werden die registrierten Pulse einem der 512 Kanäle zugeordnet. Wir haben die K_α und K_β -Linien von Eisen und Zink beobachtet, für welche man dem X-Ray Booklet [11] folgende Werte entnimmt:

$$\begin{array}{l} \text{Eisen:} \\ K_\alpha : 6,397 \text{ keV} \quad K_\beta : 7,058 \text{ keV} \end{array} \quad \checkmark$$

$$\begin{array}{l} \text{Zink:} \\ K_\alpha : 8,627 \text{ keV} \quad K_\beta : 9,572 \text{ keV} \end{array} \quad \checkmark$$

dabei wurde über die K_{α_1} und K_{α_2} -Linie gemittelt, da wir diese beiden hier nicht getrennt auflösen können. Schaut man sich diese Werte an, so fällt direkt auf, dass für Eisen und Zink beide gesuchten Peaks relativ nah beieinander liegen sollten. Wir haben unsere Messwerte für den Kanal und für die gemessenen Ereignisse jeweils mit einem kleinen Fehler versehen. Auf eine Implementierung der Tabellen soll hier allerdings weiterhin verzichtet werden, da dies den Umfang des Protokolls sprengen würde. Nach einer ähnlichen Vorgehensweise wie im vorigen Versuchsteil werden erst die Werte geplottet (Graphen nicht eingebettet) und abhängig von der ungefähren Lage der Maxima Gaußfunktionen der Form

$$f_i(x) = \frac{A_i}{\sqrt{2\pi}\sigma_i} e^{-\frac{(x-x_i)^2}{\sigma_i^2}} \quad \checkmark$$

an die Werte gefittet. Dabei fällt allerdings direkt auf, dass für beide Elemente nur ein großer Peak zu erkennen ist und der andere jeweils nur eine sehr schwach ausgeprägte Form hat. Möglicherweise könnte uns dies bei der Energieeichung und der späteren Zuordnung zum Verhängnis werden, da für die Startwerte des Fits nicht sicher angegeben werden kann, wo genau der Peak liegt. Die linken Peaks sind dabei Eisen zuzuordnen, da dieses nach obigen Literaturwerten kleinere Energien als Zink für die K_α und K_β -Linien aufweist. Man fittet also eine Linearkombination von vier Gaußkurven an die Messwerte und erhält Abbildung 16 mit den folgenden Werten für die Mittelwerte der Gaußkurven:

*Abstände
anders
wieso*

Eisen: $K_\alpha : 103,285 \pm 0,055$ $K_\beta : 107,942 \pm 0,3057$ ✓
 Zink: $K_\alpha : 136,286 \pm 0,094$ $K_\beta : 141,928 \pm 1,015$ ✓

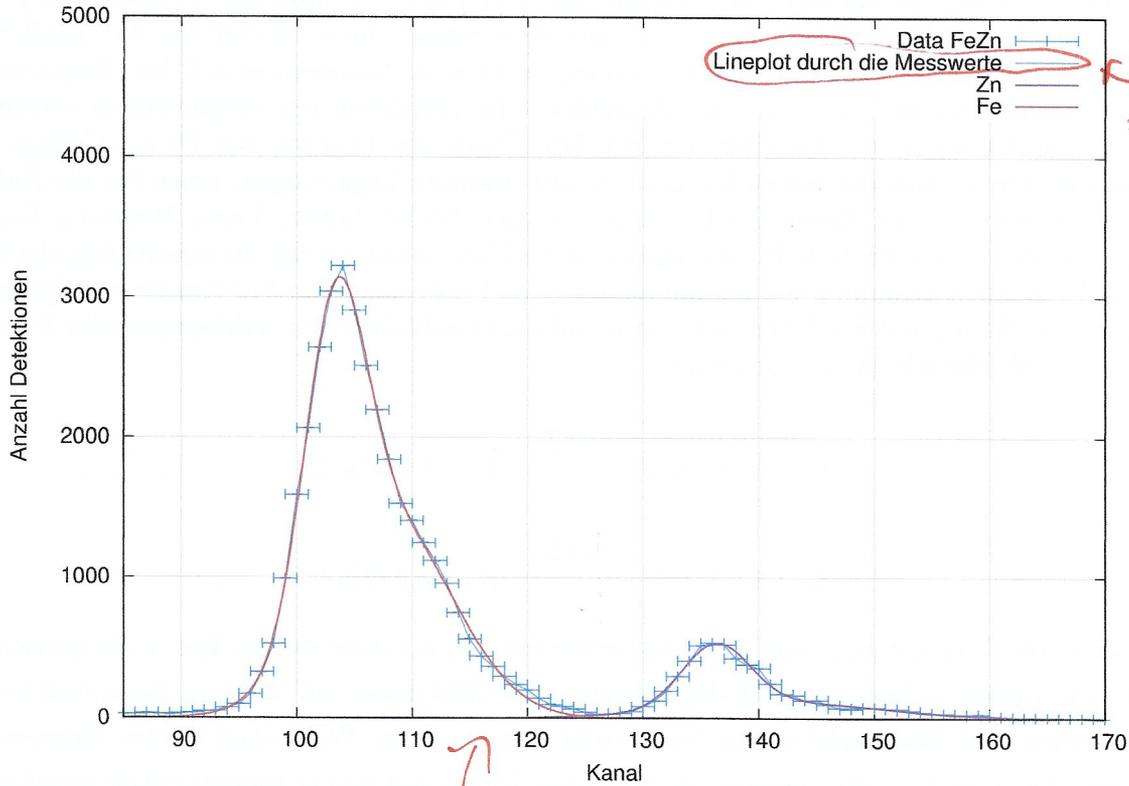


Abbildung 16: Röntgenfluoreszenzspektrum von FeZn mit Gaußfits zur Energieeichung der Kanäle

Insgesamt ergibt sich damit:

Linie	Kanal	Literaturwerte Energie
K_α^{Fe}	$103,285 \pm 0,055$	6,397 keV
K_β^{Fe}	$107,942 \pm 0,3057$	7,058 keV
K_α^{Zn}	$136,286 \pm 0,094$	8,627 keV
K_β^{Zn}	$141,928 \pm 1,015$	9,572 keV

Bezeichnet man mit der Variable x den jeweiligen Kanal, so kann man mittels ein Geradenfits der Form

$$E(x) = m \cdot x + b$$

eine Eichgerade bestimmen, mit deren Hilfe man später für die vermessenen Proben/Legierungen jedem Kanal eine bestimmte Energie zuweisen kann. Hierfür ergibt sich erneut mit *Gnuplot* Abbildung 17.

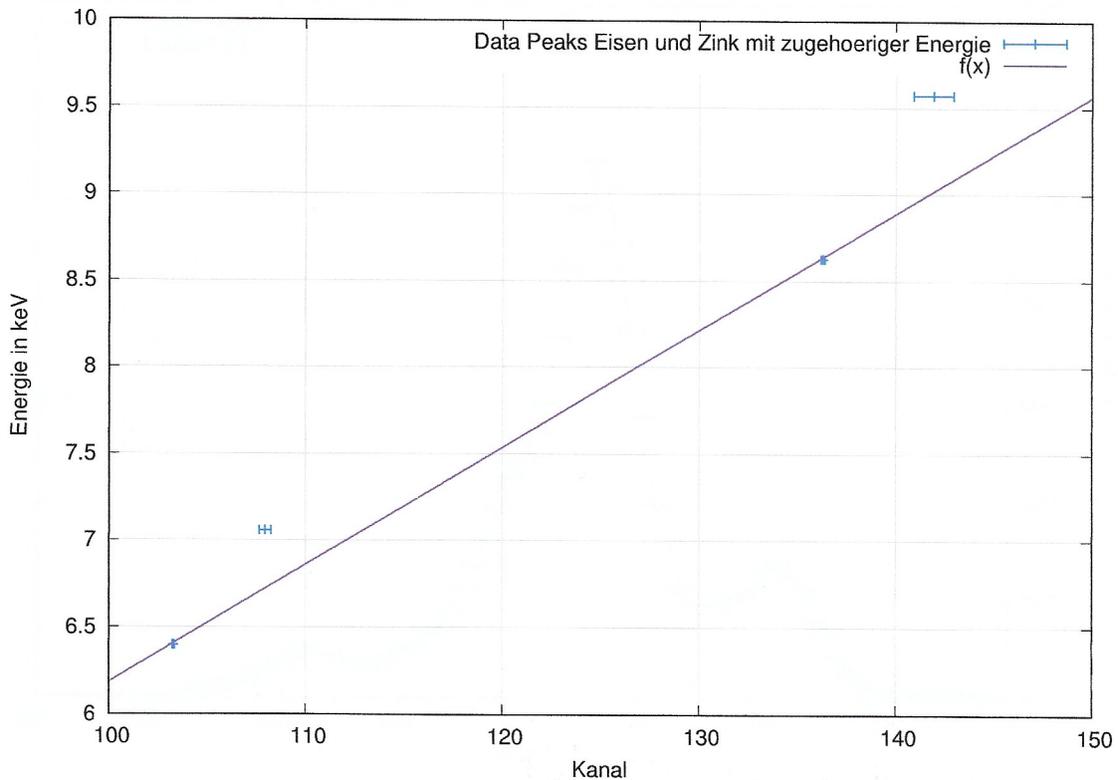


Abbildung 17: Eichgerade für Zusammenhang zwischen Kanal und Energie

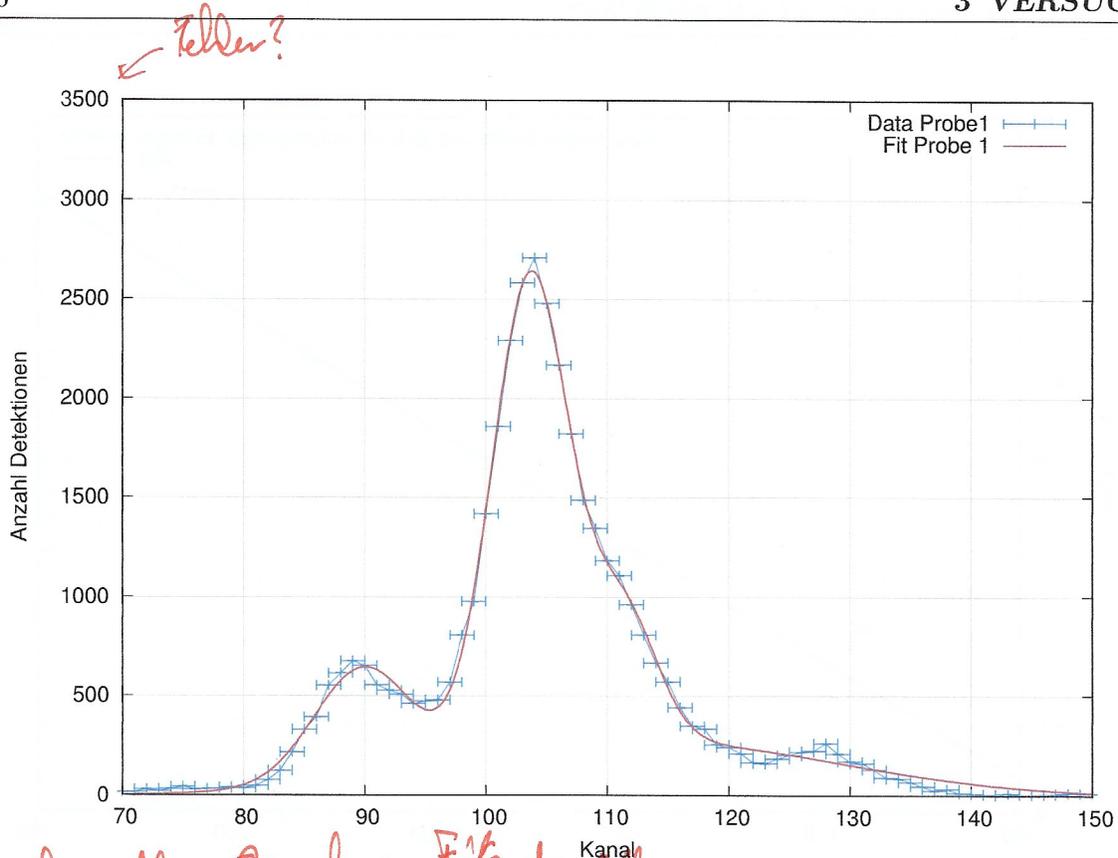
Man sieht in Abbildung 17 bereits, dass die beiden Werte der K_{β} -Linien (oder aber natürlich der K_{α} -Linien, allerdings haben wir weiter oben bereits erläutert, dass erstere möglicherweise fehlerbehaftet sind und wieso) von der Erwartung abweichen. Dies bestätigt sich auch noch einmal in dem großen Fehler des y-Achsenabschnitts der Funktionsgleichung, für welche man ebenfalls mit *Gnuplot* erhält:

$$\underline{E(x)} = (0,0676 \pm 0,0029) \text{ keV} \cdot x - (0,5771 \pm 0,3255) \text{ keV}$$

$$\Rightarrow \underline{\Delta E(x)} = \sqrt{(x \cdot (\Delta m))^2 + (m \cdot (\Delta x))^2 + (\Delta b)^2}$$

Im Folgenden wollen wir die gemessenen Spektren der vier Proben auf ihre Bestandteile untersuchen. Dazu bestimmen wir wieder mittels Gaußfits die Peaks der Spektren und vergleichen diese mit den in [11] gefundenen Literaturwerten verschiedener Stoffe.

Probe 1: Trägt man die gemessenen Daten mit *Gnuplot* auf, so erhält man Abbildung 18. Die zugehörigen Fit-Parameter werden ermittelt zu



Besser hier die Einzelnen Fits darstellen und dann noch die Kombination der Fits !!!

Abbildung 18: Spektrum der Probe 1

Wie gut waren die Fits? ??

Güte? χ^2 ???

Linie	Kanal x	Zugehörige Energie
$K_{\alpha_1, \alpha_2, \beta_1}^{Cr}$	$89, 8037 \pm 0, 2425$	$5, 4937 \pm 0, 4172$ keV
$K_{\alpha_1, \alpha_2}^{Fe}$	$103, 674 \pm 0, 1014$	$6, 4313 \pm 0, 4432$ keV
$K_{\beta_1}^{Fe}$	$113, 7 \pm 5, 848$	$7, 109 \pm 0, 6091$ keV
$K_{\alpha_1, \alpha_2}^{Co}$	$111, 314 \pm 0, 3344$	$6, 9478 \pm 0, 459$ keV

wobei die Energiewerte mit Hilfe einer Excel Tabelle und der eben ermittelten Eichgerade sowie deren Fehler berechnet wurden. Die Zuordnung zum entsprechenden Element mittels [11] wurde ebenfalls bereits vorgenommen, wobei manche Linien nicht getrennt aufgelöst werden konnten, weshalb mehrere Linien als Index angegeben wurden. Aufgrund des großen ermittelten Fehlers in der Energie war es sehr schwierig hier eine genaue Aussage machen zu können. Da die Fehlerquelle allerdings bekannt ist und sich zum Großteil auf zu große Fehler (und falsche Messwerte) in den Kanälen x der K_{β} -Linien zurückführen lässt, können wir davon ausgehen, dass die Messwerte genauer sind als die Fehlergrenzen vorgeben. Für die Literaturwerte der entsprechenden Energien gilt:

Element	K_{α_1} in keV	K_{α_2} in keV	K_{β_1} in keV
Chrom, Cr	5, 4147	5, 4055	5, 9467
Eisen, Fe	6, 4038	6, 3908	7, 058
Cobalt, Co	6, 9303	6, 9153	7, 6494

Wir schließen also auf eine Chrom-Eisen-Cobalt-Legierung. ✓

Probe 2: Mit *Gnuplot* ergibt sich wieder Abbildung 19.

▷ Fehler?

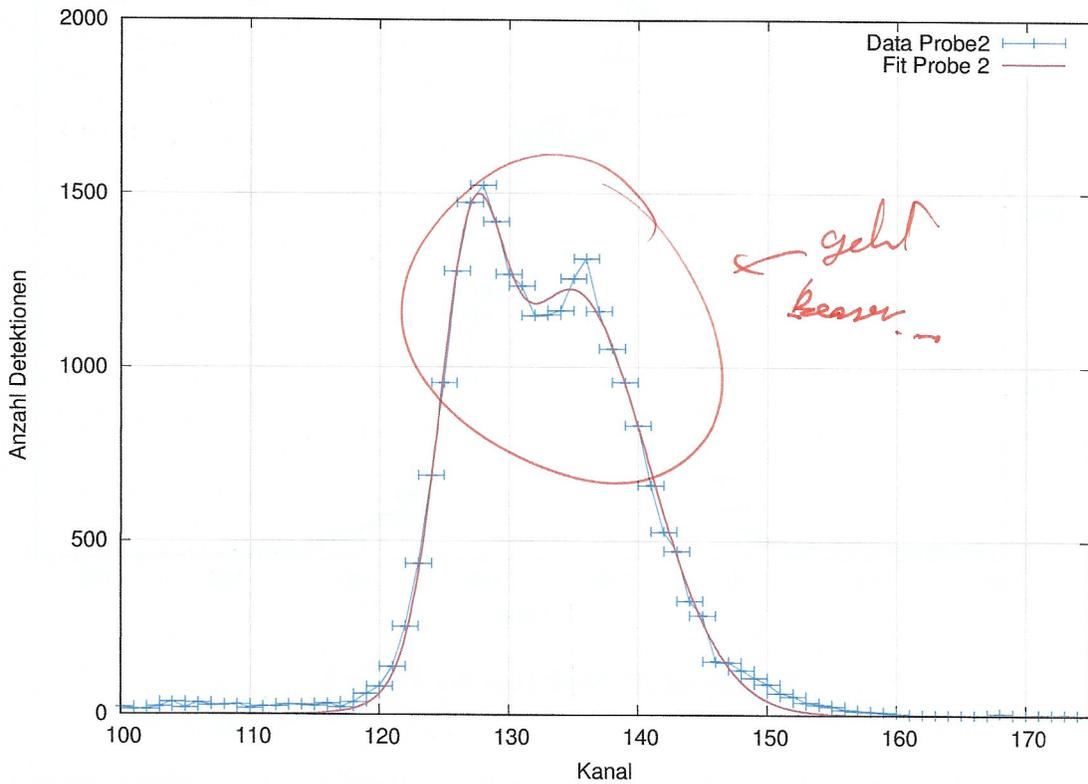


Abbildung 19: Spektrum der Probe 2

Die zugehörigen Fit-Parameter sind:

Linie	Kanal x	Zugehörige Energie
$K_{\alpha_1, \alpha_2}^{\text{Cu}}$	$126,936 \pm 0,0733$	$8,004 \pm 0,4914 \text{ keV}$
$K_{\alpha_1, \alpha_2}^{\text{Zn}}$	$134,942 \pm 0,2521$	$8,545 \pm 0,5093 \text{ keV}$

wobei hier analog vorgegangen wurde. Für die Literaturwerte der Elemente gilt wieder:

Element	K_{α_1} in keV	K_{α_2} in keV	K_{β_1} in keV
Kupfer, Cu	8,0478	8,0278	8,9053
Zink, Zn	8,6389	8,6158	9,572

Wir schließen also auf eine Kupfer-Zink-Legierung - was auch Messing genannt wird. ✓

Probe 3: Erneut liefert *Gnuplot* Abbildung 20.

Für einen späteren Aufgabenteil soll hier außerdem die Höhe der entsprechenden Peaks abgelesen werden, wobei auf eine genaue Berechnung verzichtet wird, da diese - durch die

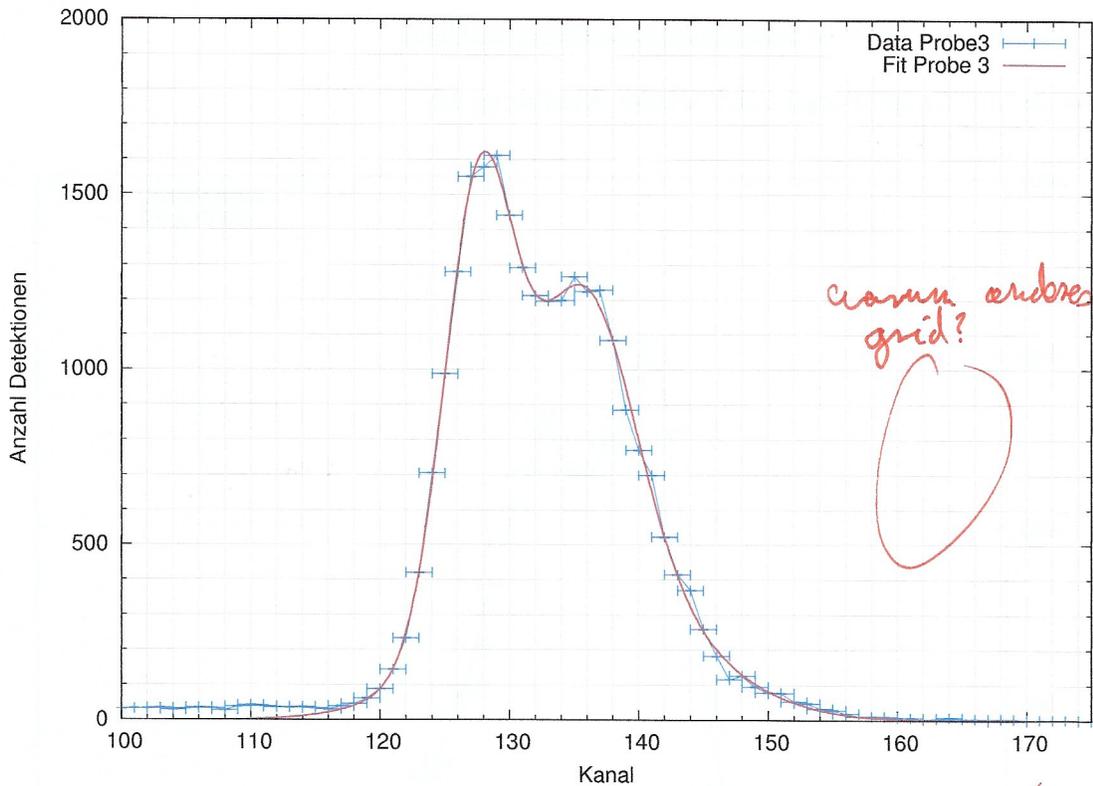


Abbildung 20: Spektrum der Probe 3

Fehler in den Parametern der Gaußkurven - hier nicht im Verhältnis von aufgewendeter Zeit zu verbesserter Genauigkeit steht. Die zugehörigen Fit-Parameter sind:

Linie	Kanal x	Zugehörige Energie	Höhe des Peaks
$K_{\alpha_1, \alpha_2}^{\text{Cu}}$	$127,557 \pm 0,0931$	$8,0458 \pm 0,4928 \text{ keV}$	1610 ± 50
$K_{\alpha_1, \alpha_2}^{\text{Zn}}$	$135,691 \pm 0,1896$	$8,5956 \pm 0,5108 \text{ keV}$	1250 ± 50 ✓
$K_{\alpha_1, \alpha_2}^{\text{Zn}}$	$135,482 \pm 0,6331$	$8,5815 \pm 0,512 \text{ keV}$	—

wobei hier auffällt, dass die Ausprägung des dritten Peaks anscheinend nicht stark genug ist um als eine eigene Linie gezählt zu werden, da er innerhalb der Fehlergrenzen mit dem zweiten Peaks zusammenfällt. Offensichtlich handelt es sich hier um noch eine Messing-Legierung. Für die Literaturwerte der Elemente gilt also das gleiche wie oben. Es liegt die Vermutung nahe, dass der dritte, schwach ausgeprägte Peak die K_{β} -Linie von Kupfer oder Zink repräsentiert.

Probe 4: *Gnuplot* liefert Abbildung 21.

Die zugehörigen Parameter sind hier:

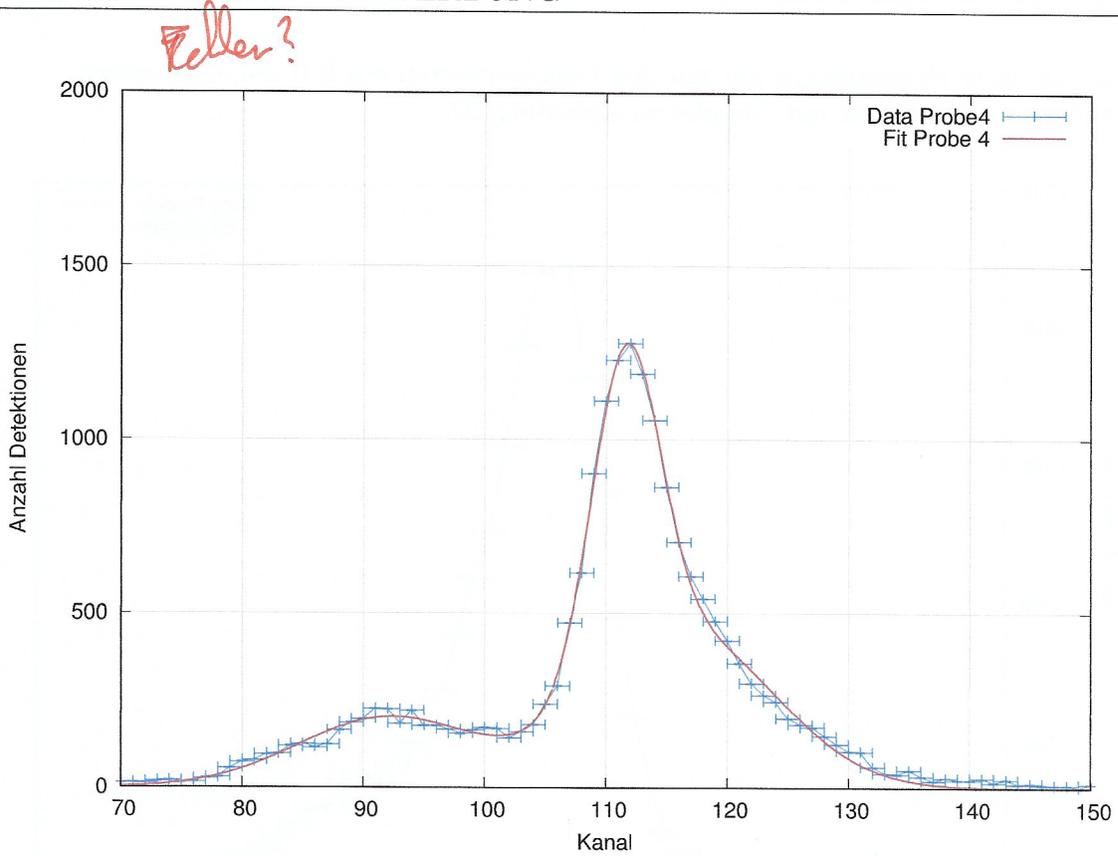


Abbildung 21: Spektrum der Probe 4

Linie	Kanal x	Zugehörige Energie
$K_{\alpha_1, \alpha_2}^{\text{Cr}} / K_{\alpha_1, \alpha_2}^{\text{Mn}}$	$92,0505 \pm 0,5658$	$5,6455 \pm 0,4227 \text{ keV}$
$K_{\alpha_1, \alpha_2}^{\text{Co}}$	$111,606 \pm 0,055$	$6,9675 \pm 0,459 \text{ keV}$
$K_{\alpha_1, \alpha_2}^{\text{Ni}}$	$116,527 \pm 0,5603$	$7,3 \pm 0,471 \text{ keV}$

Für die Literaturwerte der Elemente gilt wieder:

Element	K_{α_1} in keV	K_{α_2} in keV	K_{β_1} in keV
Chrom, Cr	5,4147	5,4055	5,9467
Mangan, Mn	5,8988	5,8877	6,4905
Cobalt, Co	6,9303	6,9153	7,6494
Nickel, Ni	7,4782	7,4609	8,2647

Das heißt es handelt sich entweder um eine Chrom-Cobalt-Nickel-Legierung oder eine Mangan-Cobalt-Nickel-Legierung.

Im Folgenden wollen wir für **Probe 3** die Massenanteilsbestimmung vornehmen (die Wahl ist auf Probe 3 gefallen, da dies bei uns die besten Messwerte geliefert hat). Wir benötigen also die aufgenommenen Spektren von Kupfer und Zink, welche wir im Folgenden angeben, während alle anderen Spektren inklusive der angepassten Gaußkurven und Energiepeaks im Anhang zu finden sind. Hier fällt auch auf, dass die gemessenen Peaks in der Energie

innerhalb ihrer Fehlergrenzen gut mit den Literaturwerten aus [11] übereinstimmen. Für Kupfer erhalten wir mit *Gnuplot* so Abbildung 22.

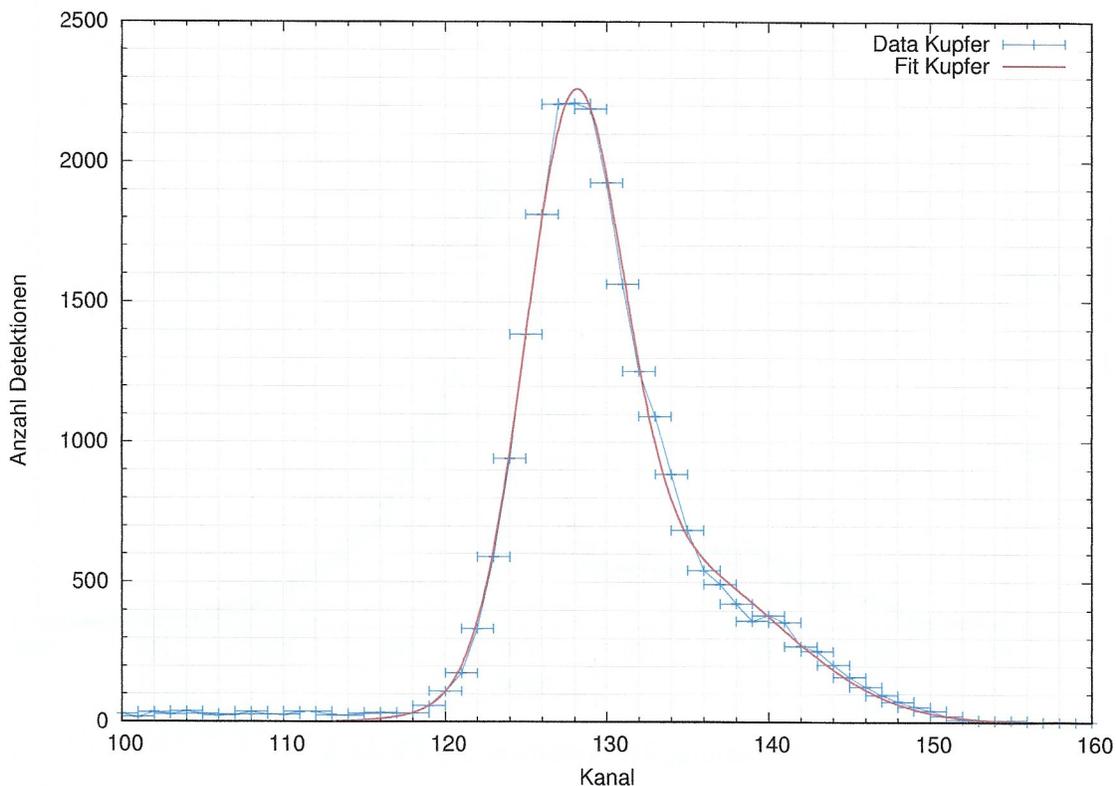


Abbildung 22: Fluoreszenzspektrum und Energiepeaks von **Kupfer** (Cu)

Für die entsprechenden Werte der Energie und die Höhen der Peaks erhält man:

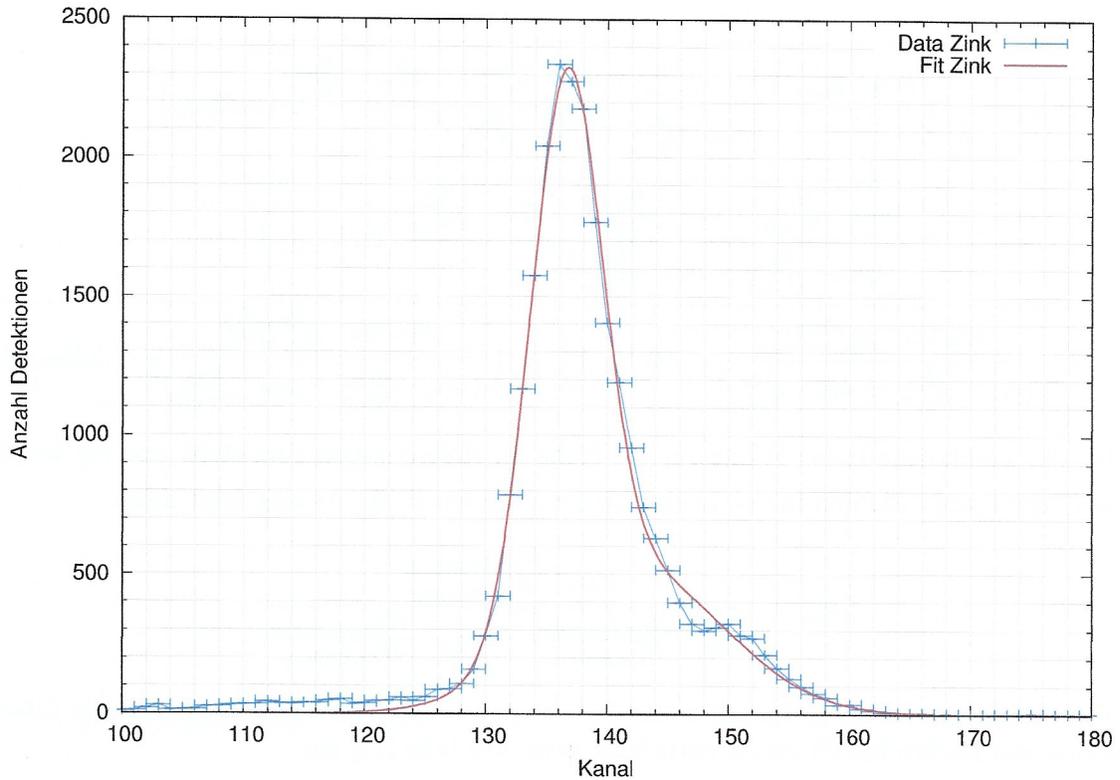
Peak	Kanal x	Energie E in keV	Höhe des Peaks H in -
1	$127,941 \pm 0,053$	$8,072 \pm 0,494$	2250 ± 50
2	$134,316 \pm 0,81$	$8,503 \pm 0,511$	380 ± 50

wobei die Höhen der Peaks wieder aus dem Graphen abgelesen wurden. Für Zink erhalten wir analog Abbildung 23.

Für die Parameter gilt hier:

Peak	Kanal x	Energie E in keV	Höhe des Peaks H in -
1	$136,57 \pm 0,061$	$8,655 \pm 0,513$	2320 ± 50
2	$142,28 \pm 0,73$	$9,041 \pm 0,528$	320 ± 50

Offensichtlich sind die Gaußkurven nur sehr schwierig an die zweiten, schwachen Peaks (K_{β} -Linien) anpassbar, was aber nicht weiter schlimm ist, da diese Linien für die Auswertung nicht benötigt werden, wie wir später sehen werden.

Abbildung 23: Fluoreszenzspektrum und Energiepeaks von **Zink** (Zn)

Greift man nun auf die zu Abbildung 20 berechneten Höhen der Peaks zurück, welche da waren:

Linie	Kanal x	Zugehörige Energie	Höhe des Peaks
$K_{\alpha_1, \alpha_2}^{\text{Cu}}$	$127,557 \pm 0,0931$	$8,0458 \pm 0,4928 \text{ keV}$	1610 ± 50
$K_{\alpha_1, \alpha_2}^{\text{Zn}}$	$135,691 \pm 0,1896$	$8,5956 \pm 0,5108 \text{ keV}$	1250 ± 50
$K_{\alpha_1, \alpha_2}^{\text{Zn}}$	$135,482 \pm 0,6331$	$8,5815 \pm 0,512 \text{ keV}$	—

so kann man mittels der in der Vorbereitung gegebenen Theorie für unseren Spezialfall auf folgende Formeln schließen, um des Massenanteil zu bestimmen:

$$C_{\text{Cu}} = \frac{\rho_{\text{Cu}} \cdot \frac{H_{\text{Cu, Legierung}}}{H_{\text{Cu, Referenz}}}}{\rho_{\text{Cu}} \cdot \frac{H_{\text{Cu, Legierung}}}{H_{\text{Cu, Referenz}}} + \rho_{\text{Zn}} \cdot \frac{H_{\text{Zn, Legierung}}}{H_{\text{Zn, Referenz}}}}$$

$$\begin{aligned} \Rightarrow \Delta C_{\text{Cu}} = & \sqrt{\frac{\left(\rho_{\text{Cu}} \cdot \frac{1}{H_{\text{Cu,R}}} \left(\rho_{\text{Cu}} \cdot \frac{H_{\text{Cu}}}{H_{\text{Cu,R}}} + \rho_{\text{Zn}} \cdot \frac{H_{\text{Zn}}}{H_{\text{Zn,R}}}\right) - \rho_{\text{Cu}}^2 \cdot \frac{H_{\text{Cu}}}{H_{\text{Cu,R}}^2} (\Delta H_{\text{Cu}})\right)^2}{\left(\rho_{\text{Cu}} \cdot \frac{H_{\text{Cu}}}{H_{\text{Cu,R}}} + \rho_{\text{Zn}} \cdot \frac{H_{\text{Zn}}}{H_{\text{Zn,R}}}\right)^2}} \\ & + \frac{\left(\rho_{\text{Cu}} \cdot \frac{H_{\text{Cu}}}{H_{\text{Cu,R}}^2} \left(\rho_{\text{Cu}} \cdot \frac{H_{\text{Cu}}}{H_{\text{Cu,R}}} + \rho_{\text{Zn}} \cdot \frac{H_{\text{Zn}}}{H_{\text{Zn,R}}}\right) - \rho_{\text{Cu}}^2 \cdot \frac{H_{\text{Cu}}^2}{H_{\text{Cu,R}}^3} (\Delta H_{\text{Cu,R}})\right)^2}{\left(\rho_{\text{Cu}} \cdot \frac{H_{\text{Cu}}}{H_{\text{Cu,R}}} + \rho_{\text{Zn}} \cdot \frac{H_{\text{Zn}}}{H_{\text{Zn,R}}}\right)^2}} \\ & + \left(\frac{\rho_{\text{Zn}} \rho_{\text{Cu}} \cdot \frac{H_{\text{Cu}}}{H_{\text{Cu,R}} \cdot H_{\text{Zn,R}}}}{\left(\rho_{\text{Cu}} \cdot \frac{H_{\text{Cu}}}{H_{\text{Cu,R}}} + \rho_{\text{Zn}} \cdot \frac{H_{\text{Zn}}}{H_{\text{Zn,R}}}\right)^2} \cdot (\Delta H_{\text{Zn}})\right)^2 + \left(\frac{\rho_{\text{Zn}} \rho_{\text{Cu}} \cdot \frac{H_{\text{Zn}} \cdot H_{\text{Cu}}}{H_{\text{Cu,R}} \cdot H_{\text{Zn,R}}^2}}{\left(\rho_{\text{Cu}} \cdot \frac{H_{\text{Cu}}}{H_{\text{Cu,R}}} + \rho_{\text{Zn}} \cdot \frac{H_{\text{Zn}}}{H_{\text{Zn,R}}}\right)^2} \cdot (\Delta H_{\text{Zn,R}})\right)^2 \end{aligned}$$

wobei der zusätzliche Index R hier für die Höhe im Referenzspektrum steht und ein wegfalender Index steht für den in der Legierung gemessenen Peak. Analog folgt dann:

$$C_{\text{Zn}} = \frac{\rho_{\text{Zn}} \cdot \frac{H_{\text{Zn,Legierung}}}{H_{\text{Zn,Referenz}}}}{\rho_{\text{Cu}} \cdot \frac{H_{\text{Cu,Legierung}}}{H_{\text{Cu,Referenz}}} + \rho_{\text{Zn}} \cdot \frac{H_{\text{Zn,Legierung}}}{H_{\text{Zn,Referenz}}}}$$

wobei der Fehler durch vertauschen der Indizes von Kupfer und Zink entsteht. Die Literaturwerte der Dichte beider Stoffe entnimmt man ebenfalls [11] zu:

$$\rho_{\text{Cu}} = 8,93 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3} \qquad \rho_{\text{Zn}} = 7,13 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$$

Betrachtet man nur die K_{α} -Linien (das bedeutet insbesondere, dass man den schwachen zweiten Peak der Referenzspektren nicht benötigt - dieser kann neben bspw. sekundärer Fluoreszenz [Emission - Absorption - Emission] auch die Messung verfälschen!), so folgt durch einsetzen der Werte insgesamt:

$$\underline{C_{\text{Cu}} = 0,515 \pm 0,051} \qquad \underline{C_{\text{Zn}} = 0,485 \pm 0,046}$$

Das heißt unsere Legierung 3 bestand zu knapp 51% aus Kupfer und zu 49% aus Zink. Schaut man in der Literatur nach der Zusammensetzung von Messing, so findet man bspw. unter [15], dass dieses in der Regel einen Zink-Anteil von 5% bis 45% besitzt. Innerhalb der Fehlergrenzen passt dies bei uns sehr gut. Inwiefern das Ergebnis nun exakt ist kann man allerdings nicht sagen, da wir nicht wissen, um was für eine Art Messing es sich genau gehandelt hat. Ändert man den Abstand zwischen Drehachse und Energiedetektor, so ändert sich an dem Ergebnis nichts, da wir nur an Verhältnissen interessiert sind, welche sich dadurch alle gleichermaßen ändern würden.

3.4 Laue-Aufnahme

Die Röntgenröhre musste für diesen Versuchsteil nicht mehr umgebaut werden, da die über Nacht laufende Messung für die Feinstruktur bereits mit der Molybdän-Anode durchgeführt wurde. Der Kollimator wurde durch einen Kollimator mit 1 mm Spaltbreite ersetzt, auf welchen wir den Kristall mit einem Aufsatz in Form einer Lochblende gesteckt haben. Bei dem Kristall handelt es sich um einen LiF-Kristall (Lithiumfluorid) und damit insbesondere nicht um einen LiFl-Kristall (Lithium-Flerovium), siehe [16]. Das GMZ mit Sensorarm wurde gegen den Filmhalter auf einer Schiene ausgetauscht, an welchen ein "neuer" lichtdicht verschlossener "AGFA Dentus M2 Comfort Röntgenfilm" befestigt wurde. Dieser wurde mit der weißen Seite zur Röntgenröhre angeordnet. Alle weiteren benötigten Einstellungen werden der Versuchsdurchführung weiter oben entnommen. Wir wollen kurz zusammenfassen, wie wir den Film mit Hilfe der Gebrauchsanweisung entwickelt haben:

- Den eingehüllten Film und die Tageslicht-Entwicklerdose in eine Dunkelkammer (bei uns ein verschlossener Wechselsack) geben
- Die Lasche des Films aufreißen, Röntgenfilm entnehmen, mühselig (man beachte: ohne etwas zu sehen!) in die "Spirale" und diese in die Tageslicht-Entwicklerdose geben
- Den Deckel aufschrauben und die Dose aus Wechselsack entnehmen
- Den Entwickler dazu geben und 5 Minuten lang leicht schwenken
- Entwickler zurückgießen und mit kaltem Wasser ausspülen
- Fixierer dazu geben und erneut 5 Minuten gelegentlich schwenken
- Fixierer zurück in Behältnis und Film ca. 10 Minuten lang unter leicht fließendem Wasser wässern

Unsere Laue-Aufnahme ergab leider nur 12 gut sichtbare Beugungsmaxima - alle in der ersten Ordnung - zu sehen in Abbildung 24.

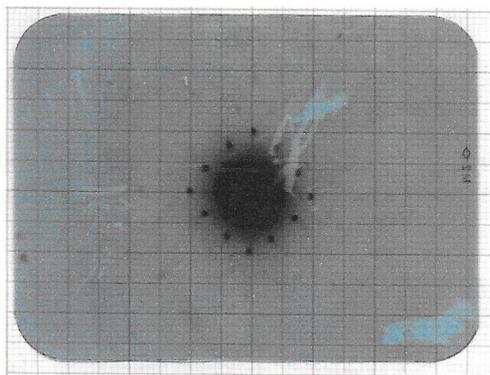


Abbildung 24: Mit untergelegtem Millimeterpapier gescannter Röntgenfilm, welcher die von uns gemessene Laue-Aufnahme zeigt

Höhere Ordnungen sind teilweise noch ganz schwach zu erkennen, für eine genaue Zuordnung reicht dies nur in seltenen Fällen aus. Durch den riesigen Aufpunkt des einfallenden (nicht gebeugten) Röntgenstrahls ist es auch nicht möglich, näher zum Ursprung liegende Maxima zu erkennen. Warum dieser Punkt bei uns so riesig geworden ist, ist uns zum Zeitpunkt der Abgabe des Protokolls noch nicht klar. Möglicherweise kommt ein zu großer Teil des Lichts ungebeugt durch den Kristall, was auch an einer zu großen Lochblende liegen kann. Bearbeitet man dieses Bild mit *GIMP*, nummeriert die Punkte zur späteren Identifikation im Uhrzeigersinn durch und fügt noch ein angedeutetes Koordinatensystem ein, so erhält man leicht vergrößert Abbildung 25.

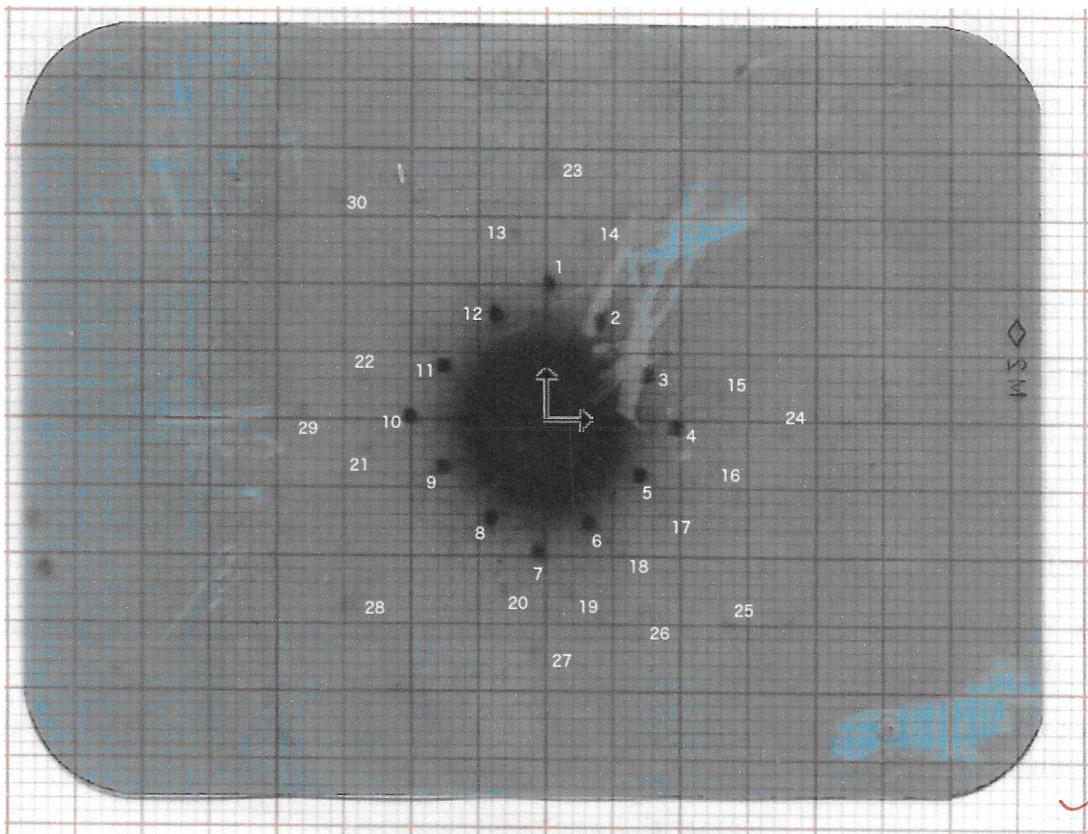


Abbildung 25: Laue-Aufnahme, leicht vergrößert mit nummerierten Maxima

Wir rufen uns die entsprechende Gleichung aus dem Durchführungsteil ins Gedächtnis, mit welcher man z_Q bei gegebenen x_Q und y_Q aus geometrischen Überlegungen berechnen kann:

$$z_Q = \sqrt{x_Q^2 + y_Q^2 + L^2} - L$$

$$\Rightarrow \Delta z_Q = \sqrt{\left(\frac{L}{\sqrt{L^2 + x_Q^2 + y_Q^2}} - 1\right)(\Delta L)^2 + \left(\frac{x_Q}{\sqrt{L^2 + x_Q^2 + y_Q^2}}\right)(\Delta x_Q)^2 + \left(\frac{y_Q}{\sqrt{L^2 + x_Q^2 + y_Q^2}}\right)(\Delta y_Q)^2}$$

wobei hier nochmal angemerkt sei, dass $x_Q = x_p$ und $y_Q = y_p$. Für unseren Versuchsaufbau

galt dass $L = (11 \pm 1)$ mm, wobei der große Fehler daher rührt, dass es schwierig war diese Einstellung genau vorzunehmen. *+ Lage der Folienkante ist auch nicht ganz bekannt*
 Liest man die x-Werte und y-Werte vom Ursprung aus der obigen Abbildung mit Hilfe des Millimeterpapiers ab, nutzt die obige Gleichung sowie die in der Durchführung gegebene Bestimmung der Millerindizes mittels den kleinsten ganzzahligen Werten, die

$$h : k : l = x_Q : y_Q : z_Q$$

erfüllen, so erhält man Abbildung 26.

Punkt	x_Q	Δx_Q	y_Q	Δy_Q	z_Q	Δz_Q	$h'=x/z$	$k'=y/z$	$l'=1$	(h,k,l)
-	mm	mm	mm	mm	mm	mm	-	-	-	-
1	0.0	1.0	10.0	1.0	3.9	0.7	0.00	2.59	1.00	(0,10,4)
2	4.0	1.0	7.0	1.0	2.6	0.6	1.52	2.65	1.00	(6,10,4)
3	7.0	1.0	4.0	1.0	2.6	0.6	2.65	1.52	1.00	(10,6,4)
4	10.0	1.0	0.0	1.0	3.9	0.7	2.59	0.00	1.00	(10,0,4)
5	7.0	1.0	-3.0	1.0	2.4	0.6	2.94	-1.26	1.00	(3,-1,1)
6	4.0	1.0	-7.0	1.0	2.6	0.6	1.52	-2.65	1.00	(6,-10,4)
7	0.0	1.0	-10.0	1.0	3.9	0.7	0.00	-2.59	1.00	(0,-10,4)
8	-3.0	1.0	-8.0	1.0	2.9	0.6	-1.02	-2.73	1.00	(-1,-3,1)
9	-7.0	1.0	-4.0	1.0	2.6	0.6	-2.65	-1.52	1.00	(-10,-6,4)
10	-10.0	1.0	0.0	1.0	3.9	0.7	-2.59	0.00	1.00	(-10,0,4)
11	-8.0	1.0	3.0	1.0	2.9	0.6	-2.73	1.02	1.00	(-3,1,1)
12	-4.0	1.0	7.0	1.0	2.6	0.6	-1.52	2.65	1.00	(-6,10,4)
13	-3.0	1.0	13.0	1.0	6.3	0.9	-0.48	2.07	1.00	(-2,8,4)
14	3.0	1.0	13.0	1.0	6.3	0.9	0.48	2.07	1.00	(2,8,4)
15	13.0	1.0	3.0	1.0	6.3	0.9	2.07	0.48	1.00	(8,2,4)
16	12.0	1.0	-3.0	1.0	5.6	0.8	2.16	-0.54	1.00	(8,-2,4)
17	9.0	1.0	-6.0	1.0	4.4	0.8	2.03	-1.36	1.00	(8,-6,4)
18	6.0	1.0	-9.0	1.0	4.4	0.8	1.36	-2.03	1.00	(6,-8,4)
19	3.0	1.0	-13.0	1.0	6.3	0.9	0.48	-2.07	1.00	(2,-8,4)
20	-3.0	1.0	-13.0	1.0	6.3	0.9	-0.48	-2.07	1.00	(-2,-8,4)
21	-13.0	1.0	-3.0	1.0	6.3	0.9	-2.07	-0.48	1.00	(-8,-2,4)
22	-13.0	1.0	3.0	1.0	6.3	0.9	-2.07	0.48	1.00	(-8,2,4)
23	0.0	1.0	18.0	1.0	10.1	1.0	0.00	1.78	1.00	(0,4,2)
24	18.0	1.0	0.0	1.0	10.1	1.0	1.78	0.00	1.00	(4,0,2)
25	14.0	1.0	-14.0	1.0	11.6	1.0	1.20	-1.20	1.00	(1,-1,1)
26	7.0	1.0	-15.0	1.0	8.9	0.9	0.79	-1.69	1.00	(2,4,2)
27	0.0	1.0	-18.0	1.0	10.1	1.0	0.00	-1.78	1.00	(0,-4,2)
28	-14.0	1.0	-14.0	1.0	11.6	1.0	-1.20	-1.20	1.00	(-1,-1,1)
29	-18.0	1.0	0.0	1.0	10.1	1.0	-1.78	0.00	1.00	(-4,0,2)
30	-16.0	1.0	16.0	1.0	14.2	1.1	-1.13	1.13	1.00	(-1,1,1)

Abbildung 26: Abgelesene Maxima im Ortsraum mit Ermittlung der Netzebenschar (h,k,l) welche für den Reflex verantwortlich ist:

Der Umweg über h', k', l' ist schnell erklärt: es ist einfacher so in der Tabelle auszurechnen! Wir setzen $l = 1$, die Verhältnisse ändern sich dadurch nicht, aber $h : l = x : z$ und $k : l = y : z$ ist jetzt eindeutig festgelegt. Danach multiplizieren wir wieder mit einer ganzen

Zahl, sodass das Tripel ganzzahlig und ungemischt ist und zugleich das kleinste mit dieser Eigenschaft ist. Da nur ganzzahlige Werte angenommen werden dürfen, mussten hier einige Werte gerundet werden, was aber durch den ebenfalls großen Messfehler berücksichtigt wurde (es war sowieso schwierig die genaue Position eines verschwommenen Punkts anzugeben). Es fällt auch direkt auf, dass es nicht immer leicht scheint, ein solches Zahlentripel (h,k,l) zu finden. Ungemischt hat hier die Bedeutung, dass die Millerindizes zu einer Ebene entweder alle gerade oder alle ungerade sind. Außerdem entnehmen wir [16] folgende Formeln und Werte: Der Glanzwinkel ist gegeben durch

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

und der Netzebenenabstand durch

$$d = \frac{a_0}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}$$

womit sich auch

$$\lambda = 2d \sin \theta = 2 \sin \theta \cdot \frac{a_0}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}$$

ergibt. Außerdem ist die Gitterkonstante für LiF:

$$a_0 = 402,80 \text{ pm}$$

Ein Blick auf Abbildung 26 lässt auf folgende Netzebenscharen schließen:

Ebene	(h k l)	Glanzwinkel θ in $^\circ$	Netzebenenabstand d in pm	Wellenlänge λ in pm
1	(0 10 4)	21,8	37,4	24,27
2	(6 10 4)	18,93	32,67	21,2
3	(3 -1 1)	17,55	121,45	73,24
4	(-2 8 4)	25,88	43,95	38,37
5	(8 -6 4)	21,8	37,4	27,78
6	<u>(0 4 2)</u>	26,57 ✓	90,07 ✓	80,58 ✓
7	(1 -1 1)	35,26	232,56	268,51
8	<u>(2 4 2)</u>	24,1 ✓	82,22 ✓	67,15 ✓

Dass die Wellenlänge für Beugung kleiner sein sollte als der Netzebenenabstand ist bis auf für die Ebene (1,-1,1) immer gegeben. Ein erneuter Blick in [16] verrät dann aber auch, dass anscheinend nur die von uns gemessenen Ebenen (0,4,2) und (2,4,2) realen Ebenen beim LiF-Kristall entsprechen, während die anderen sich als Messfehler in unseren Millerindizes herausstellen. Da diese in unserer Messung regelmäßig mit Nachkommastellen behaftet waren, sind hier schon Fehler durch das Runden entstanden. Dadurch fehlen uns auch vier weitere Netzebenscharen.

4 Fazit

Abschließend lässt der Versuch sich als erfolgreich bewerten. Während die Durchführung noch kein großes Wissen über Röntgenstrahlen und Spektroskopie abverlangte, sondern eher technisches Wissen bedurfte, hat man durch die Auswertung einen Einblick erlangen können, wie Röntgenstrahlung im Experiment entsteht, wie man Materialien mit dieser analysieren kann - inklusive genauer Massenanteilbestimmung - und wie Kristalle mit Hilfe von Röntgenstrahlung auf verschiedene Eigenschaften untersucht werden können. Im ersten Versuchsteil konnten wir die unbekannte Röntgenröhre mit guter Genauigkeit einer Silberanode zuordnen und die Feinstrukturaufspaltung eines Dubletts von Molybdän bestimmen, wobei wir uns hier die Bragg-Bedingung und das charakteristische Röntgenspektrum zunutze gemacht haben. Auch die Materialanalyse mit Hilfe von Röntgenfluoreszenz lieferte zufriedenstellende Ergebnisse, wobei hier leider manche Peaks nur eine sehr schwache Ausprägung hatten und es dadurch schwierig war, Gaußkurven an diese anzupassen. Wir konnten eine der Proben zu Messing mit einem Anteil von etwa 50% Kupfer und % Zink bestimmen. Im letzten Teil haben wir versucht Reflexe eines LiF-Kristalls auf einem Röntgenfilm den Netzebenen zuzuordnen, durch welche sie entstanden sind. Dadurch lässt sich ein Kristall auf seine Strukturen untersuchen. Dieser Versuchsteil hat bei uns leider keine guten Messwerte geliefert. Wir konnten nur zwei von vier dieser Ebenen identifizieren. Das lag vermutlich zum einen daran, dass unsere Laue-Aufnahme nur sehr wenige gut sichtbare Reflexe lieferte - dafür einen riesigen in der Mitte - und zum anderen an der mühseligen Auswertung, in welcher man versucht gerundeten Kommazahlen ganzzahlige Vielfache zuzuordnen.

5 Anhang

Auf den folgenden Seiten sollen einige nicht verwendete - zur Vollständigkeit aber dennoch angefertigte - Plots sowie eine Tabelle mit Messwerten vom Tutor aufgeführt werden:

$$\Sigma = 2,0$$



gut!

Winkel β	$\Delta\beta$	Zählrate R	ΔR
in°	in''	$in 1/s$	$in 1/s$
28.5	0.20	1.74	0.25
28.51	0.20	1.7	0.25
28.52	0.20	1.77	0.25
28.53	0.20	1.87	0.25
28.54	0.20	1.72	0.25
28.55	0.20	1.91	0.25
28.56	0.20	1.94	0.25
28.57	0.20	1.8	0.25
28.58	0.20	1.89	0.25
28.59	0.20	1.88	0.25
28.6	0.20	1.88	0.25
28.61	0.20	2.07	0.25
28.62	0.20	1.71	0.25
28.63	0.20	1.95	0.25
28.64	0.20	1.67	0.25
28.65	0.20	1.97	0.25
28.66	0.20	1.83	0.25
28.67	0.20	1.89	0.25
28.68	0.20	2.13	0.25
28.69	0.20	1.86	0.25
28.7	0.20	1.9	0.25
28.71	0.20	2.1	0.25
28.72	0.20	1.77	0.25
28.73	0.20	1.93	0.25
28.74	0.20	1.97	0.25
28.75	0.20	1.93	0.25
28.76	0.20	1.99	0.25
28.77	0.20	1.82	0.25
28.78	0.20	1.87	0.25
28.79	0.20	1.82	0.25
28.8	0.20	1.79	0.25
28.81	0.20	1.82	0.25
28.82	0.20	1.83	0.25
28.83	0.20	1.86	0.25
28.84	0.20	2.13	0.25
28.85	0.20	1.86	0.25
28.86	0.20	1.84	0.25
28.87	0.20	1.94	0.25
28.88	0.20	1.71	0.25
28.89	0.20	1.94	0.25
28.9	0.20	2.02	0.25
28.91	0.20	1.78	0.25
28.92	0.20	1.99	0.25

28.93	0.20	2	0.25
28.94	0.20	1.89	0.25
28.95	0.20	2.13	0.25
28.96	0.20	1.72	0.25
28.97	0.20	1.68	0.25
28.98	0.20	1.78	0.25
28.99	0.20	1.68	0.25
29	0.20	1.86	0.25
29.01	0.20	2.02	0.25
29.02	0.20	1.77	0.25
29.03	0.20	2.02	0.25
29.04	0.20	1.91	0.25
29.05	0.20	1.75	0.25
29.06	0.20	1.97	0.25
29.07	0.20	1.88	0.25
29.08	0.20	1.88	0.25
29.09	0.20	1.63	0.25
29.1	0.20	1.82	0.25
29.11	0.20	1.67	0.25
29.12	0.20	1.77	0.25
29.13	0.20	1.67	0.25
29.14	0.20	1.82	0.25
29.15	0.20	1.81	0.25
29.16	0.20	1.97	0.25
29.17	0.20	1.68	0.25
29.18	0.20	1.93	0.25
29.19	0.20	1.73	0.25
29.2	0.20	1.84	0.25
29.21	0.20	1.99	0.25
29.22	0.20	1.77	0.25
29.23	0.20	1.77	0.25
29.24	0.20	1.82	0.25
29.25	0.20	1.77	0.25
29.26	0.20	1.73	0.25
29.27	0.20	1.84	0.25
29.28	0.20	1.63	0.25
29.29	0.20	1.74	0.25
29.3	0.20	1.68	0.25
29.31	0.20	1.93	0.25
29.32	0.20	1.92	0.25
29.33	0.20	1.81	0.25
29.34	0.20	1.7	0.25
29.35	0.20	1.73	0.25
29.36	0.20	1.84	0.25
29.37	0.20	1.63	0.25

29.38	0.20	1.77	0.25
29.39	0.20	1.91	0.25
29.4	0.20	1.82	0.25
29.41	0.20	1.77	0.25
29.42	0.20	1.8	0.25
29.43	0.20	1.76	0.25
29.44	0.20	1.77	0.25
29.45	0.20	1.65	0.25
29.46	0.20	1.8	0.25
29.47	0.20	1.63	0.25
29.48	0.20	1.71	0.25
29.49	0.20	1.79	0.25
29.5	0.20	1.69	0.25
29.51	0.20	1.82	0.25
29.52	0.20	1.64	0.25
29.53	0.20	1.88	0.25
29.54	0.20	1.72	0.25
29.55	0.20	1.76	0.25
29.56	0.20	1.8	0.25
29.57	0.20	1.82	0.25
29.58	0.20	1.9	0.25
29.59	0.20	1.68	0.25
29.6	0.20	1.88	0.25
29.61	0.20	1.79	0.25
29.62	0.20	1.69	0.25
29.63	0.20	1.82	0.25
29.64	0.20	1.68	0.25
29.65	0.20	1.85	0.25
29.66	0.20	1.81	0.25
29.67	0.20	1.8	0.25
29.68	0.20	1.93	0.25
29.69	0.20	1.68	0.25
29.7	0.20	1.92	0.25
29.71	0.20	1.7	0.25
29.72	0.20	1.59	0.25
29.73	0.20	1.85	0.25
29.74	0.20	1.78	0.25
29.75	0.20	1.93	0.25
29.76	0.20	1.77	0.25
29.77	0.20	1.73	0.25
29.78	0.20	1.79	0.25
29.79	0.20	1.83	0.25
29.8	0.20	1.94	0.25
29.81	0.20	2.06	0.25
29.82	0.20	1.77	0.25

29.83	0.20	1.7	0.25
29.84	0.20	1.84	0.25
29.85	0.20	1.91	0.25
29.86	0.20	1.66	0.25
29.87	0.20	1.77	0.25
29.88	0.20	2.08	0.25
29.89	0.20	1.93	0.25
29.9	0.20	1.73	0.25
29.91	0.20	1.98	0.25
29.92	0.20	1.63	0.25
29.93	0.20	2.22	0.25
29.94	0.20	2.02	0.25
29.95	0.20	1.82	0.25
29.96	0.20	1.92	0.25
29.97	0.20	2.02	0.25
29.98	0.20	1.99	0.25
29.99	0.20	1.87	0.25
30	0.20	1.98	0.25
30.01	0.20	2.21	0.25
30.02	0.20	2.22	0.25
30.03	0.20	2.36	0.25
30.04	0.20	2.46	0.25
30.05	0.20	2.45	0.25
30.06	0.20	2.91	0.25
30.07	0.20	3.21	0.25
30.08	0.20	3.47	0.25
30.09	0.20	3.83	0.25
30.1	0.20	4.38	0.25
30.11	0.20	4.84	0.25
30.12	0.20	4.69	0.25
30.13	0.20	5.16	0.25
30.14	0.20	6.2	0.25
30.15	0.20	5.92	0.25
30.16	0.20	7.17	0.25
30.17	0.20	8.3	0.25
30.18	0.20	9.33	0.25
30.19	0.20	9.41	0.25
30.2	0.20	9.24	0.25
30.21	0.20	9.65	0.25
30.22	0.20	8.47	0.25
30.23	0.20	7.86	0.25
30.24	0.20	7.16	0.25
30.25	0.20	6.33	0.25
30.26	0.20	6.02	0.25
30.27	0.20	5.14	0.25

Abbildung 27: Feinstruktur Messwerte: Zählraten für Molybdän-Anode bei bestimmten Winkeln Teil 1

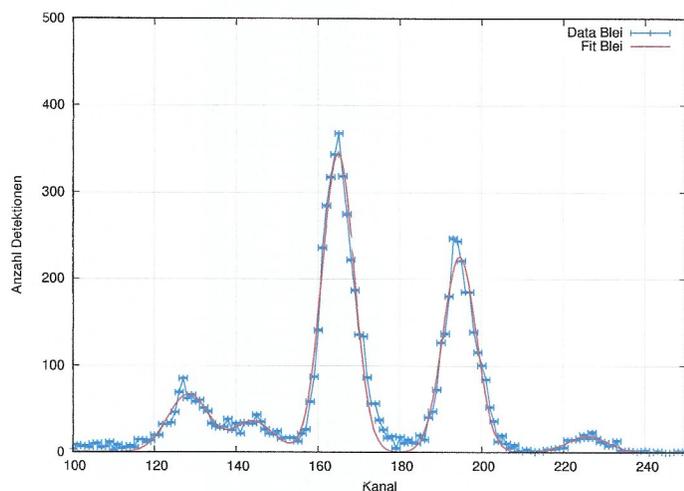
30.28	0.20	4.77	0.25
30.29	0.20	4.07	0.25
30.3	0.20	3.77	0.25
30.31	0.20	4.04	0.25
30.32	0.20	4.21	0.25
30.33	0.20	4.35	0.25
30.34	0.20	4.63	0.25
30.35	0.20	4.98	0.25
30.36	0.20	5.28	0.25
30.37	0.20	5.71	0.25
30.38	0.20	5.48	0.25
30.39	0.20	6.02	0.25
30.4	0.20	5.86	0.25
30.41	0.20	5.38	0.25
30.42	0.20	4.88	0.25
30.43	0.20	4.7	0.25
30.44	0.20	4.66	0.25
30.45	0.20	3.72	0.25
30.46	0.20	3.6	0.25
30.47	0.20	3.49	0.25
30.48	0.20	2.86	0.25
30.49	0.20	2.52	0.25
30.5	0.20	2.21	0.25
30.51	0.20	2.21	0.25
30.52	0.20	1.98	0.25
30.53	0.20	1.97	0.25
30.54	0.20	1.88	0.25
30.55	0.20	2.13	0.25
30.56	0.20	1.78	0.25
30.57	0.20	1.97	0.25
30.58	0.20	1.76	0.25
30.59	0.20	1.67	0.25
30.6	0.20	1.86	0.25
30.61	0.20	1.85	0.25
30.62	0.20	1.52	0.25
30.63	0.20	1.77	0.25
30.64	0.20	1.79	0.25
30.65	0.20	1.77	0.25
30.66	0.20	1.74	0.25
30.67	0.20	1.75	0.25
30.68	0.20	1.66	0.25
30.69	0.20	1.57	0.25
30.7	0.20	1.57	0.25
30.71	0.20	1.61	0.25
30.72	0.20	1.85	0.25

30.73	0.20	1.64	0.25
30.74	0.20	1.55	0.25
30.75	0.20	1.81	0.25
30.76	0.20	1.78	0.25
30.77	0.20	1.54	0.25
30.78	0.20	1.39	0.25
30.79	0.20	1.88	0.25
30.8	0.20	1.69	0.25
30.81	0.20	1.68	0.25
30.82	0.20	1.52	0.25
30.83	0.20	1.68	0.25
30.84	0.20	1.61	0.25
30.85	0.20	1.75	0.25
30.86	0.20	1.68	0.25
30.87	0.20	1.7	0.25
30.88	0.20	1.68	0.25
30.89	0.20	1.61	0.25
30.9	0.20	1.73	0.25
30.91	0.20	1.48	0.25
30.92	0.20	1.63	0.25
30.93	0.20	1.61	0.25
30.94	0.20	1.61	0.25
30.95	0.20	1.52	0.25
30.96	0.20	1.77	0.25
30.97	0.20	1.48	0.25
30.98	0.20	1.57	0.25
30.99	0.20	1.68	0.25
31	0.20	1.44	0.25
31.01	0.20	1.68	0.25
31.02	0.20	1.82	0.25
31.03	0.20	1.51	0.25
31.04	0.20	1.63	0.25
31.05	0.20	1.67	0.25
31.06	0.20	1.51	0.25
31.07	0.20	1.55	0.25
31.08	0.20	1.57	0.25
31.09	0.20	1.38	0.25
31.1	0.20	1.63	0.25
31.11	0.20	1.56	0.25
31.12	0.20	1.54	0.25
31.13	0.20	1.76	0.25
31.14	0.20	1.58	0.25
31.15	0.20	1.57	0.25
31.16	0.20	1.6	0.25
31.17	0.20	1.58	0.25

31.18	0.20	1.44	0.25
31.19	0.20	1.65	0.25
31.2	0.20	1.52	0.25
31.21	0.20	1.53	0.25
31.22	0.20	1.43	0.25
31.23	0.20	1.64	0.25
31.24	0.20	1.64	0.25
31.25	0.20	1.68	0.25
31.26	0.20	1.53	0.25
31.27	0.20	1.53	0.25
31.28	0.20	1.63	0.25
31.29	0.20	1.68	0.25
31.3	0.20	1.48	0.25
31.31	0.20	1.57	0.25
31.32	0.20	1.39	0.25
31.33	0.20	1.44	0.25
31.34	0.20	1.54	0.25
31.35	0.20	1.43	0.25
31.36	0.20	1.48	0.25
31.37	0.20	1.6	0.25
31.38	0.20	1.51	0.25
31.39	0.20	1.48	0.25
31.4	0.20	1.58	0.25
31.41	0.20	1.38	0.25
31.42	0.20	1.38	0.25
31.43	0.20	1.63	0.25
31.44	0.20	1.47	0.25
31.45	0.20	1.72	0.25
31.46	0.20	1.34	0.25
31.47	0.20	1.36	0.25
31.48	0.20	1.54	0.25
31.49	0.20	1.54	0.25
31.5	0.20	1.35	0.25
31.51	0.20	1.54	0.25
31.52	0.20	1.77	0.25
31.53	0.20	1.23	0.25
31.54	0.20	1.48	0.25
31.55	0.20	1.54	0.25
31.56	0.20	1.32	0.25
31.57	0.20	1.44	0.25
31.58	0.20	1.52	0.25
31.59	0.20	1.44	0.25
31.6	0.20	1.57	0.25
31.61	0.20	1.65	0.25
31.62	0.20	1.57	0.25

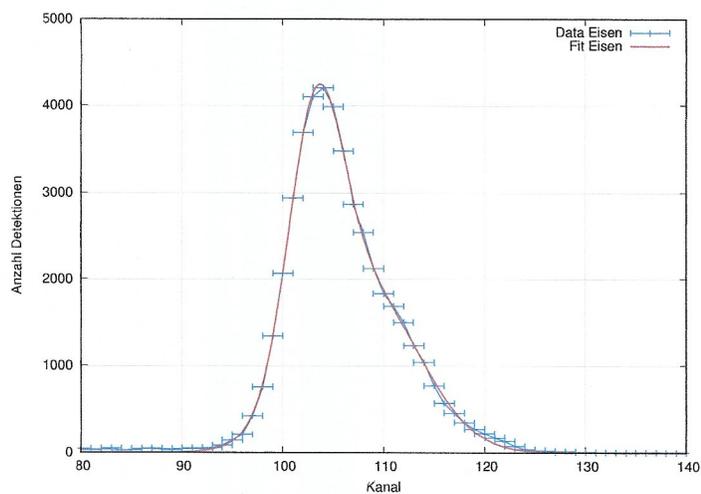
31.63	0.20	1.66	0.25
31.64	0.20	1.45	0.25
31.65	0.20	1.51	0.25
31.66	0.20	1.52	0.25
31.67	0.20	1.62	0.25
31.68	0.20	1.21	0.25
31.69	0.20	1.55	0.25
31.7	0.20	1.45	0.25
31.71	0.20	1.24	0.25
31.72	0.20	1.57	0.25
31.73	0.20	1.48	0.25
31.74	0.20	1.35	0.25
31.75	0.20	1.37	0.25
31.76	0.20	1.59	0.25
31.77	0.20	1.26	0.25
31.78	0.20	1.48	0.25
31.79	0.20	1.37	0.25
31.8	0.20	1.5	0.25
31.81	0.20	1.24	0.25
31.82	0.20	1.39	0.25
31.83	0.20	1.32	0.25
31.84	0.20	1.53	0.25
31.85	0.20	1.48	0.25
31.86	0.20	1.31	0.25
31.87	0.20	1.44	0.25
31.88	0.20	1.43	0.25
31.89	0.20	1.35	0.25
31.9	0.20	1.51	0.25
31.91	0.20	1.63	0.25
31.92	0.20	1.56	0.25
31.93	0.20	1.29	0.25
31.94	0.20	1.49	0.25
31.95	0.20	1.36	0.25
31.96	0.20	1.32	0.25
31.97	0.20	1.47	0.25
31.98	0.20	1.57	0.25
31.99	0.20	1.45	0.25
32	0.20	1.64	0.25

Abbildung 28: Feinstruktur Messwerte: Zählraten für Molybdän-Anode bei bestimmten Winkeln Teil 2



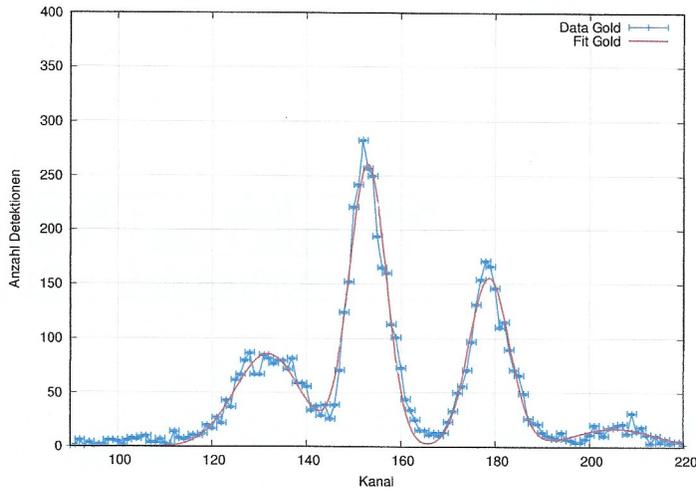
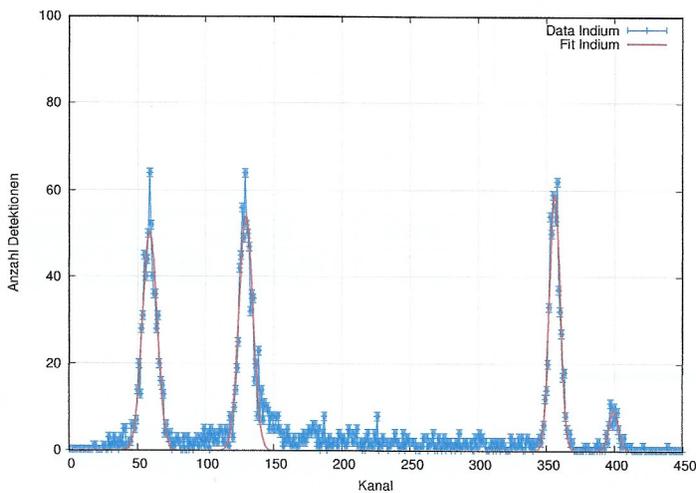
Peak	Kanal x	Energie E in keV
1	$128,27 \pm 0,6083$	$8,094 \pm 0,496$
2	$144,216 \pm 1,106$	$9,172 \pm 0,535$
3	$164,859 \pm 0,0762$	$10,567 \pm 0,578$
4	$194,566 \pm 0,1179$	$12,576 \pm 0,651$
5	$225,889 \pm 1,549$	$14,693 \pm 0,739$

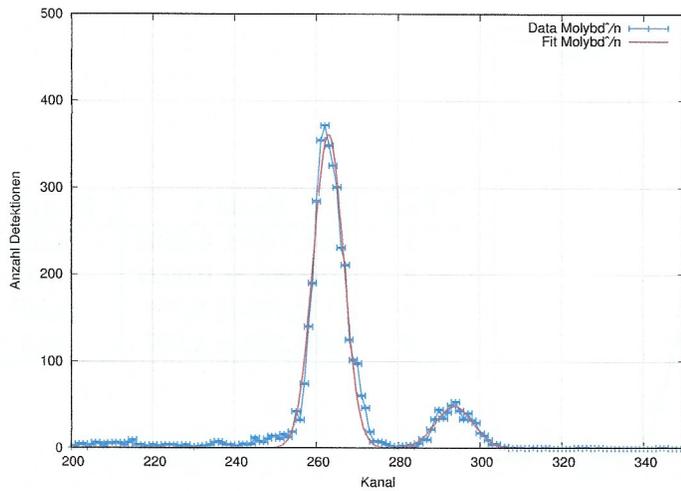
Abbildung 29: Fluoreszenzspektrum und Energiepeaks von **Blei** (Pb)



Peak	Kanal x	Energie E in keV
1	$103,208 \pm 0,0341$	$6,4 \pm 0,44$
2	$108,05 \pm 0,2293$	$6,7271 \pm 0,4521$

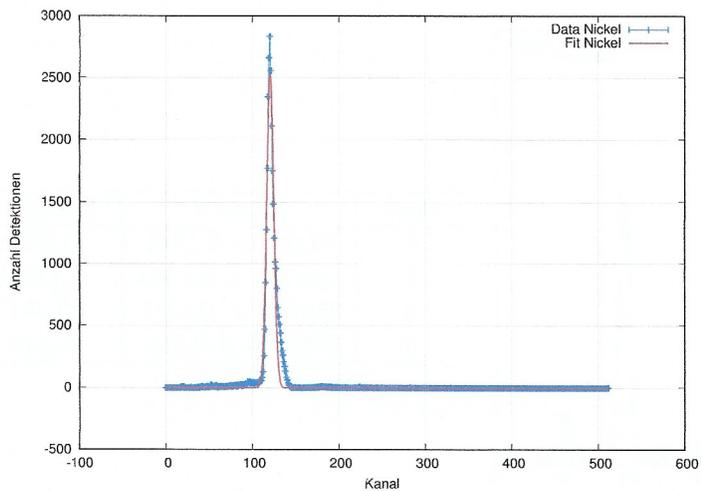
Abbildung 30: Fluoreszenzspektrum und Energiepeaks von **Eisen** (Fe)

Abbildung 31: Fluoreszenzspektrum und Energiepeaks von **Gold** (Au)Abbildung 32: Fluoreszenzspektrum und Energiepeaks von **Indium** (In)



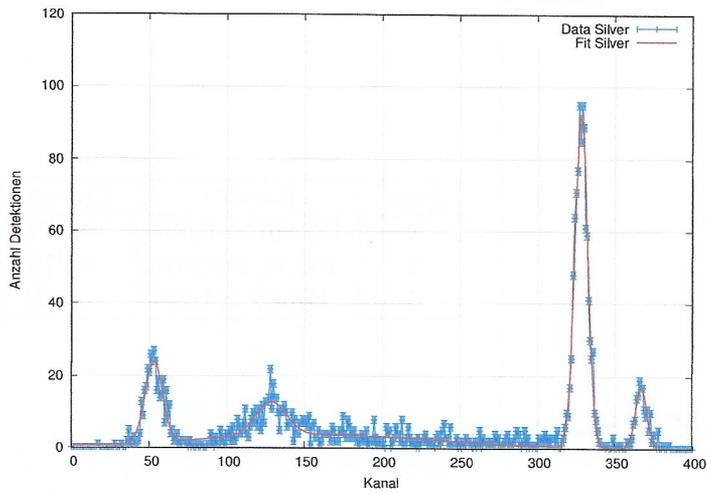
Peak	Kanal x	Energie E in keV
1	$262,925 \pm 0,074$	$17,197 \pm 0,83$
2	$293,737 \pm 0,609$	$19,28 \pm 0,913$

Abbildung 33: Fluoreszenzspektrum und Energiepeaks von **Molybdän** (Mo)



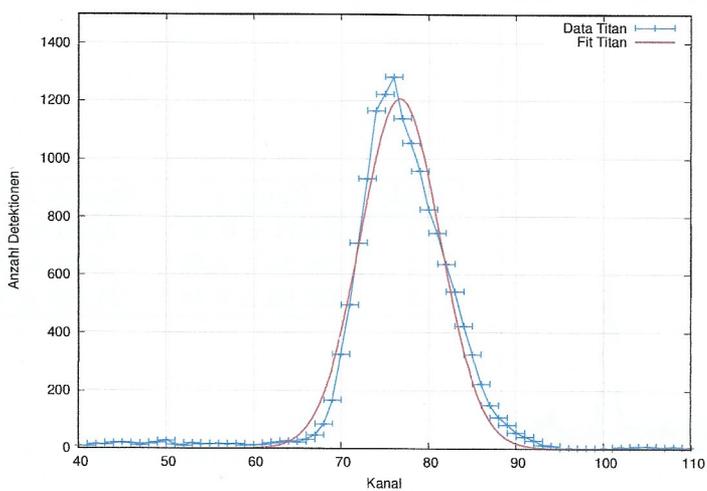
Peak	Kanal x	Energie E in keV
1	$120,524 \pm 0,169$	$7,57 \pm 0,478$

Abbildung 34: Fluoreszenzspektrum und Energiepeaks von **Nickel** (Ni)



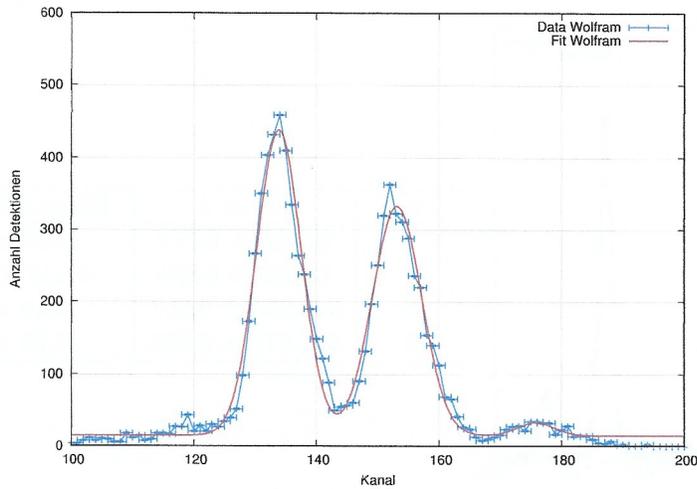
Peak	Kanal x	Energie E in keV
1	$52,885 \pm 0,273$	$2,998 \pm 0,36$
2	$128,58 \pm 0,884$	$8,115 \pm 0,499$
3	$328,054 \pm 0,057$	$21,6 \pm 1,0$
4	$366,971 \pm 0,298$	$24,23 \pm 1,11$

Abbildung 35: Fluoreszenzspektrum und Energiepeaks von **Silber** (Ag)

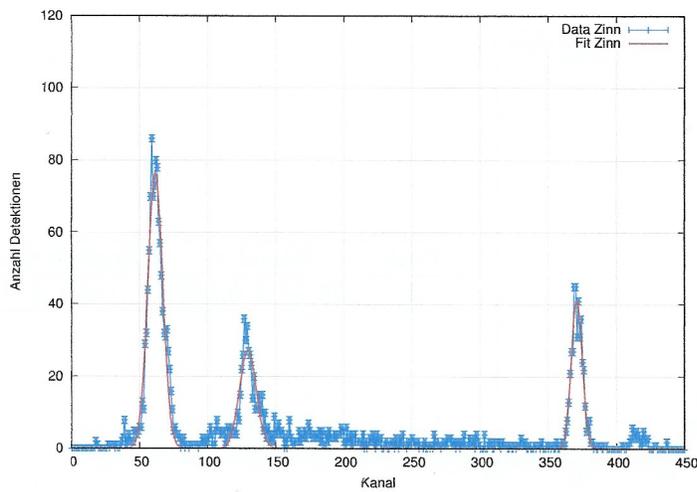


Peak	Kanal x	Energie E in keV
1	$76,73 \pm 0,112$	$4,61 \pm 0,39$

Abbildung 36: Fluoreszenzspektrum und Energiepeaks von **Titan** (Ti)

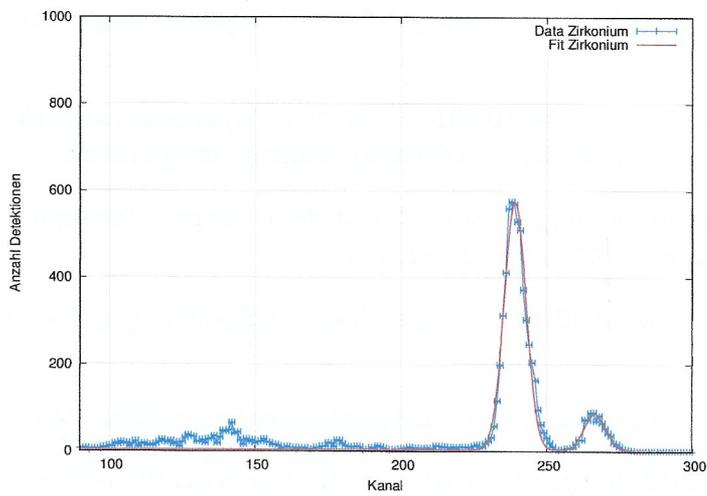


Peak	Kanal x	Energie E in keV
1	$133,867 \pm 0,084$	$8,472 \pm 0,507$
2	$153,15 \pm 0,122$	$9,776 \pm 0,551$
3	$175,85 \pm 1,79$	$11,31 \pm 0,62$

Abbildung 37: Fluoreszenzspektrum und Energiepeaks von **Wolfram** (W)

Peak	Kanal x	Energie E in keV
1	$61,55 \pm 0,11$	$3,584 \pm 0,371$
2	$129,54 \pm 0,33$	$8,18 \pm 0,50$
3	$370,90 \pm 0,18$	$24,496 \pm 1,124$

Abbildung 38: Fluoreszenzspektrum und Energiepeaks von **Zinn** (Sn)



Peak	Kanal x	Energie E in keV
1	$239,11 \pm 0,08$	$15,587 \pm 0,766$
2	$266,453 \pm 0,527$	$17,435 \pm 0,839$

Abbildung 39: Fluoreszenzspektrum und Energiepeaks von **Zirkonium** (Zr)

Literatur

- [1] Wolfgang Demtröder, Experimentalphysik 3: Atome, Moleküle und Festkörper, S.254ff
 - [2] Uni Erlangen, abgerufen am 29.10.2016 <http://www.physik.uni-erlangen.de/lehre/daten/Versuchsanleitungen/2.FS-V24-Roentgenstrahlung.pdf>
 - [3] Physikalisches Praktikum Teil IV: Atome, Moleküle, Festkörper, Versuchsbeschreibungen Uni Bonn, Stand: September 2016
 - [4] Wikipedia, abgerufen am 29.10.2016, https://de.wikipedia.org/wiki/Charakteristische_Röntgenstrahlung
 - [5] Wikipedia, abgerufen am 29.10.2016, <https://de.wikipedia.org/wiki/Röntgenstrahlung>
 - [6] Wikipedia, abgerufen am 29.10.2016, <https://de.wikipedia.org/wiki/Bragg-Gleichung>
 - [7] Uni Wuppertal, abgerufen am 30.10.2016, <http://hydrogen.physik.uni-wuppertal.de/hyperphysics/hyperphysics/hbase/quantum/bragg.html>
 - [8] Skript von Prof. Dr. Linden, Uni Bonn, abgerufen am 30.10.2016, https://ecampus.uni-bonn.de/goto_ecampus_file_873231_download.html
 - [9] Wikipedia, abgerufen am 30.10.2016, <https://de.wikipedia.org/wiki/Laue-Verfahren>
 - [10] Wikipedia, abgerufen am 30.10.2016, <https://de.wikipedia.org/wiki/Zählrohr>
 - [11] Wikipedia, abgerufen am 30.10.2016, <https://de.wikipedia.org/wiki/Pin-Diode>
 - [12] Uni Würzburg, Hausarbeit, abgerufen am 30.10.2016, http://www.physik.uni-wuerzburg.de/fileadmin/11010700/Didaktik/Zulassungsarbeiten/Zulassungsarbeit_Schuelerforschungstag.pdf
 - [13] X-Ray Data Booklet, abgerufen am 17.11.2016, <http://xdb.lbl.gov/xdb.pdf>
 - [14] Leybold Didaktik, Versuchsaufbau Braggsche Anordnung, abgerufen am 19.11.2016. http://www.ld-didactic.de/documents/de-DE/EXP/P/P6/P6331_d.pdf?_ga=1.225374042.1568899254.1479240798
 - [15] Leybold Didaktik, Versuchsaufbau Röntgenenergiespektrum, abgerufen am 19.11.2016. http://www.ld-didactic.de/documents/de-DE/EXP/P/P6/P6351_d.pdf?_ga=1.163901311.1568899254.1479240798
 - [16] Leybold Didaktik, Versuchsaufbau Laue Aufnahme, abgerufen am 19.11.2016. http://www.ld-didactic.de/documents/de-DE/EXP/P/P7/P7122_d.pdf?_ga=1.225914074.1568899254.1479240798
-

- [17] Kupferinstitut, Werkstoffe, abgerufen am 23.11.2016. <https://www.kupferinstitut.de/de/werkstoffe/eigenschaften/kupfer-zink-messing.html>
- [18] LD Handblätter Physik, Kristalleigenschaften und Röntgenstrukturanalyse, abgerufen am 24.11.2016. http://www.ld-didactic.de/literatur/hb/d/p7/p7122_d.pdf
-