

Fortgeschrittenen-Praktikum Teil II
Sommersemester 2003

Protokoll zu

Versuch K-226: Röntgenbeugung an Kristallen

Von
Jan Stillings, Kathrin Valerius

Semesterzahl: 8

Assistent: Christoph Bommas

Gruppe α 12

Datum: 12. Mai 2003

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	3
2	Theoretische Grundlagen	3
2.1	Röntgenstrahlung	3
2.2	Kristallstruktur	4
2.3	Röntgenbeugung an Kristallen	4
3	Versuchsaufbau und Durchführung	6
4	Auswertung der Messungen	8
4.1	Bestimmung der Netzebenenabstände	8
4.2	Bestimmung der Gitterkonstanten und Diskussion der BRAVAIS-Gitter	9
4.3	Absorptionskante von Zirkonium	10
4.4	Untersuchung des Röntgenspektrums der Molybdän-Anode	12
4.4.1	Form und Bestandteile des Spektrums	12
4.4.2	Abstand der K_α - und K_β -Reflexe	13
4.4.3	Intensitätsverhältnis der K_α - und K_β -Linien	13
4.4.4	Feinstrukturaufspaltung der K_α -Linie	14
5	Referenzen und Schlussbemerkung	16
A	Graphische Darstellung der Messergebnisse	17

1 Einleitung

Die von WILHEM CONRAD RÖNTGEN 1895 entdeckten „X-Strahlen“ fanden in der medizinischen Diagnostik schon sehr früh Anwendung. Aufbauend auf den Arbeiten MAX VON LAUES, der 1912 zeigen konnte, dass Röntgenstrahlen elektromagnetische Wellen darstellen und dass sie an Kristallstrukturen gebeugt werden, bildete sich jedoch ein weiteres großes Anwendungsgebiet aus: die Röntgenstrukturanalyse kristalliner Substanzen.

In diesem Versuch sollen mittels Röntgenbeugung Gitterkonstante und Bravais-Typ von NaCl, KCl und LiF bestimmt werden. Außerdem ermitteln wir die Absorptionskante von Zr durch Aufnahme eines Spektrums mit und ohne Zr-Filter. Schließlich wird das Röntgenspektrum einer Molybdän-Röhre aufgenommen und diskutiert.



Abbildung 1: W. C. Röntgen und Max von Laue (Quelle: [2])

2 Theoretische Grundlagen

2.1 Röntgenstrahlung

Allgemein wird elektromagnetische Strahlung mit Wellenlängen im Bereich von 10^{-13} m bis 10^{-8} m als *Röntgenstrahlung* bezeichnet. Bei Experimenten kommt häufig Strahlung mit $\lambda \approx 2 \cdot 10^{-11}$ m – $2,5 \cdot 10^{-10}$ m ($0,2 \text{ \AA} - 2,5 \text{ \AA}$) zum Einsatz.

Auch heute noch benutzt man zur Erzeugung von Röntgenstrahlung prinzipiell ähnliche Apparaturen, wie sie schon RÖNTGEN bei seinen ersten Experimenten verwendete. In einer – meist evakuierten – Röhre befinden sich eine Glühkathode, welche elektrisch auf Temperaturen von wenigen Tausend °C geheizt wird, und eine Metallplatte als Anode. Die aus der Kathode austretenden thermischen Elektronen werden mit Hilfe einer Hochspannung von einigen 10 kV in Richtung auf die Anode beschleunigt. Bei der Wechselwirkung der e^- mit dem Anodenmaterial treten zwei hauptsächliche Prozesse auf, bei denen Röntgenstrahlung erzeugt wird:

1. Durch Abbremsung und Ablenkung der Elektronen im Feld der Atomrümpfe im Anodenmetall müssen die e^- einen Teil ihrer kinetischen Energie $\frac{1}{2}mv_{\text{end}}^2 = eU$ in Form von Strahlung aussenden. Es entsteht ein *kontinuierliches Bremsstrahlungsspektrum*. Die Strahlung kann jedoch nur Frequenzen unterhalb der durch $h \cdot \nu_{\text{grenz}} = e \cdot U$ gegebenen Grenzfrequenz aufweisen (in diesem Fall gibt das e^- seine gesamte kinetische Energie in Form eines einzigen Photons ab).
2. Die schnellen Elektronen können tief in die Hülle der getroffenen Anodenatome eindringen und ein anderes Elektron aus einer der inneren Schalen (K, L, M, ...) heraus schlagen. Das so entstandene Loch wird innerhalb kurzer Zeit ($\approx 10^{-8}$ s) durch ein Elektron einer höheren Schale aufgefüllt, wobei die Energiedifferenz durch Emission eines Photons der entsprechenden Wellenlänge ausgeglichen wird. Die so entstandenen Linien, welche sich dem Bremsstrahlungskontinuum überlagern, sind vom Bau der Atomhülle und damit von der Art des Anodenmaterials abhängig – man spricht hier von *charakteristischer Linienstrahlung*.

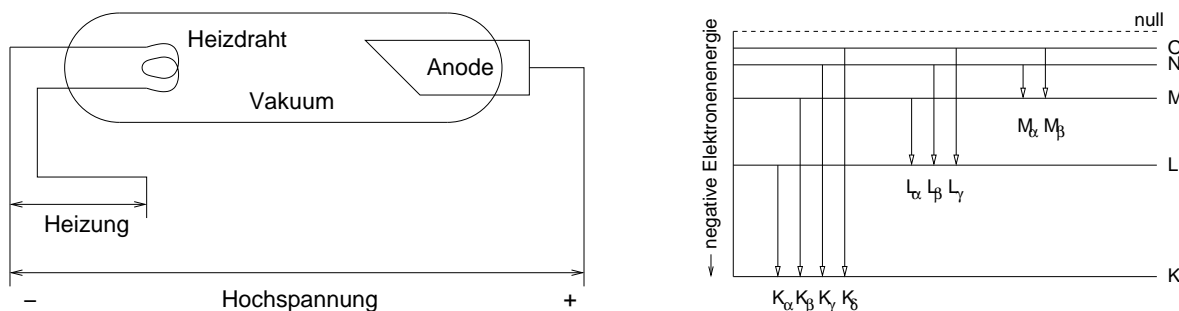


Abbildung 2: *Links*: Schematische Darstellung einer Röntgenröhre. *Rechts*: K-, L-, M-Serien des Röntgenspektrums veranschaulicht durch ein Energie-Termschema.

Bei der charakteristischen Strahlung ist zu beachten, dass durch Spin-Bahn-Aufspaltung eine Unterstruktur der Schalen entsteht. Somit existieren mehr Übergänge als die in Abb. 2 (rechts) gezeigten. Die Auswahlregeln lauten $\Delta\ell = \pm 1$, $\Delta j = 0, \pm 1$. Diese „Feinstruktur“ wird durch Ziffern indiziert (z.B. K_{α_1} , K_{α_2}).

2.2 Kristallstruktur

Zur vollständigen Beschreibung einer idealen Kristallstruktur benötigt man die *Basis* (das ist ein einzelnes Atom bzw. eine Gruppe von Atomen, welche über die gesamte Ausdehnung des Kristalls hinweg periodisch auftreten) und sein *Raumgitter* (d.h. eine Beschreibung der Positionen der periodisch wiederkehrenden Basis). Es lassen sich für jedes Raumgitter drei Vektoren \vec{a}_i , $i = 1, 2, 3$ angeben, so dass von jedem Punkt des Gitters alle anderen Punkte durch eine Translation der Form

$$\vec{R} = n_1\vec{a}_1 + n_2\vec{a}_2 + n_3\vec{a}_3 \quad n_i \in \mathbb{Z}$$

erreichbar sind. Das von den \vec{a}_i aufgespannte Parallelepiped heißt *Elementarzelle*. Reiht man viele Elementarzellen durch Translation aneinander, so wird der ganze Raum aufgespannt. Außer dieser Translationssymmetrie kann das Gitter noch Spiegel- oder Drehsymmetrien aufweisen. Je nach Grad der Symmetrie unterscheidet man verschiedene Gittersysteme. Man kann zeigen, dass im Dreidimensionalen insgesamt 14 verschiedene Raumgitter möglich sind (BRAVAIS-Gitter), welche in 7 Gittersysteme eingeordnet werden. Die höchste Symmetrie hat das kubische Gittersystem. Es enthält das kubisch primitive (*simple cubic*, *sc*), kubisch flächenzentrierte (*face centered cubic*, *fcc*) und kubisch raumzentrierte (*body centered cubic*, *bcc*) Raumgitter (s. Abb. 3). Man definiert für jedes Kristallsystem ein geeignetes Bezugssystem mit den Gitterachsen \vec{a} , \vec{b} und \vec{c} , den Längeneinheiten a , b , c , welche auch Gitterkonstanten genannt werden, und den Winkeln α , β , γ . Für das kubische System gilt $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ und $a = b = c$.

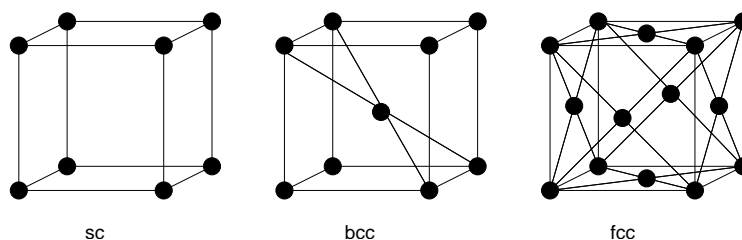


Abbildung 3: Die kubischen Raumgitter

Ebenen im Kristall, welche mit Gitterpunkten besetzt sind, heißen *Netzebenen*. Allgemein wird die Orientierung einer Ebene durch drei Punkte festgelegt. Im Fall der Netzebenen geht man von den Durchstoßpunkten der drei Gitterachsen durch die Ebene aus. Die Achsenabschnitte werden in Einheiten der Gitterkonstanten ausgedrückt. Danach bildet man die Kehrwerte und bringt die Brüche auf den Hauptnenner. Die drei Zähler der so erhaltenen Brüche werden als MILLER-Indizes h , k , l bezeichnet und zu einem Zahlentripel (hkl) zusammengefasst.

2.3 Röntgenbeugung an Kristallen

Für Strahlung, deren Wellenlänge etwa der Größenordnung der Netzebenenabstände eines Kristallgitters entspricht, stellt der Kristall ein natürliches Beugungsgitter dar. Außer Röntgenstrahlung kommen hier auch bestimmte Materiewellen (Elektronen und Neutronen) in Frage.

Die Beugung von Röntgenstrahlen an Kristallen kann man sich klassisch mit Hilfe des HUYGENSSchen Prinzips veranschaulichen. Die Hüllenelektronen der Gitteratome werden durch die einfallende Welle zu Schwingungen angeregt und werden daher selber zu Quellen von

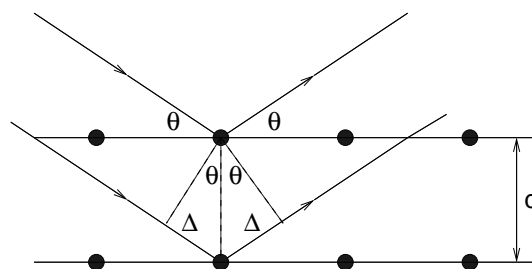


Abbildung 4: Zur Erläuterung der Bragg'schen Reflexionsbedingung

Sekundärstrahlung. Durch Interferenz der Einzelwellen kommt es zu den beobachteten Beugungsercheinungen. In Abb. 4 sind zwei Röntgenstrahlen gezeigt, die parallel zueinander unter dem Winkel θ auf eine Netzebenenschar treffen. Der Abstand der Netzebenen ist d . Konstruktive Interferenz ergibt sich für benachbarte Netzebenen immer dann, wenn der Gangunterschied 2Δ einem ganzzahligen Vielfachen der eingestrahelten Wellenlänge entspricht. Aus der Skizze kann man damit leicht folgende Bedingung ablesen:

$$n \cdot \lambda = 2 d \cdot \sin \theta. \quad (1)$$

Dies ist die *Braggsche Reflexionsbedingung*. θ wird auch als Bragg-Winkel bezeichnet.

Das Phänomen der Röntgenbeugung an Kristallen wird in verschiedenen Verfahren ausgenutzt. Sie lassen sich u. a. nach der Art der verwendeten Röntgenstrahlung (poly-/monochromatisch) und der untersuchten Probe (Einkristall/Pulver) klassifizieren.

- **Pulveraufnahmeverfahren** (z.B. Debye-Scherrer): Feine Kristallpulver werden mit monochromatischer Röntgenstrahlung bestrahlt. Da die einzelnen Kristallite beliebige räumliche Orientierungen annehmen, findet der eintreffende Strahl immer geeignet orientierte Netzebenen, mit denen er Bragg-Winkel bilden kann. Verschiedene Scharen von Netzebenen erzeugen auf einem konzentrisch um die Probe angeordneten zylindrischen Film unterschiedlich stark gekrümmte Kreisbogenstücke als Beugungsbilder.
- **Laue-Verfahren**: Hierbei wird ein kleiner Einkristall mit „weißem“ (polychromatischem) Röntgenlicht durchstrahlt, wobei eine Hauptachse des Kristalls parallel zum Strahl verlaufen sollte. Zu jeder Netzebenenschar mit den Miller-Indizes (hkl) gibt es im kontinuierlichen Röntgenspektrum eine Wellenlänge, welche die Bragg-Bedingung für diese Schar erfüllt. Erfolgt die Einstrahlung entlang einer Achse mit n -zähliger Symmetrie, so weist das Laue-Diagramm dieselbe Symmetrie auf. Die Deutung solcher Beugungsbilder ist schwierig, da i. A. sowohl die Wellenlänge λ , die einen bestimmten Beugungsreflex verursacht hat, als auch die entsprechende Netzebene unbekannt sind.
- **Drehkristallverfahren**: Man benutzt als Probe einen Einkristall und bestrahlt ihn mit monochromatischem Röntgenlicht. Reflexe sind nur dann beobachtbar, wenn zufällig eine der Netzebenenscharen die Bedingung $n \lambda = 2 d \sin \theta$ erfüllt.

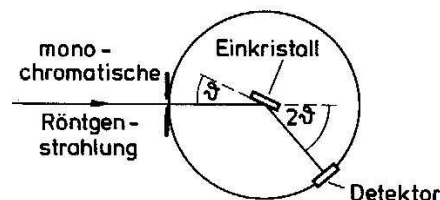


Abbildung 5: Drehkristallmethode (aus [4])

Um ausreichend viele Reflexe zu erhalten, muss der Kristall gedreht werden. Dabei sollte die Drehachse senkrecht zur Einstrahlungsrichtung verlaufen und möglichst mit einer Gitterachse zusammenfallen. Der Detektor, welcher die Intensität der gebeugten Strahlung misst, wird auf einem Kreisbogen um die gleiche Achse mitbewegt. Abbildung 5 zeigt den Zusammenhang zwischen dem Glanzwinkel θ , den der einfallende Strahl mit einer Netzebenenschar bildet, und der erforderlichen Detektorposition.

Durch sukzessive Veränderung des Glanzwinkels um $\Delta\theta$ und gleichzeitiges Mitführen des Detektors um $2\Delta\theta$ findet man bei geeigneten Winkeleinstellungen Beugungsreflexe verschiedener Ordnungen n , die zu der fest gewählten Wellenlänge λ gehören. Aus der winkelabhängigen Intensität lassen sich dann Informationen über die Kristallstruktur gewinnen und – bei bekannter Wellenlänge – die Gitterkonstante des Kristalls bestimmen.

3 Versuchsaufbau und Durchführung

Für diesen Versuch steht ein Röntgengerät der Firma Leybold zur Verfügung (siehe Abb. 6). Es besteht aus einem geschlossenen strahlungssicheren¹ Gehäuse, in dem sowohl die Röntgenröhre als auch der Drehteller zur Montage des zu untersuchenden Kristalls und der Detektor untergebracht sind. Der Versuchsaufbau ist in Abb. 7 skizziert. Die Röntgenröhre verfügt über eine Molybdän-Anode und kann durch eine Hochspannung von bis zu 35 kV bei einem maximalen Strom von 1 mA versorgt werden. Bei dem Detektor handelt es sich um ein Geiger-Müller-Zählrohr. Detektor und Targethalterung können über zwei unabhängig ansteuerbare Schrittmotoren in Winkelschritten von $0,1^\circ$ verkippt werden. In unserem Versuch verwenden wir jedoch die Einstellung *coupled*, in der Detektor- und Kristallbewegung mit Winkeländerungen *im Verhältnis 2:1 gleichzeitig* erfolgen. Dies ist notwendig, damit nur Reflexe von Netzebenen parallel zur Kristallobersfläche (Annahme: dabei handelt es sich um die (100)-Ebenen) detektiert werden (siehe dazu Abb. 5).



Abbildung 6: Röntgenapparat (Quelle: [1])

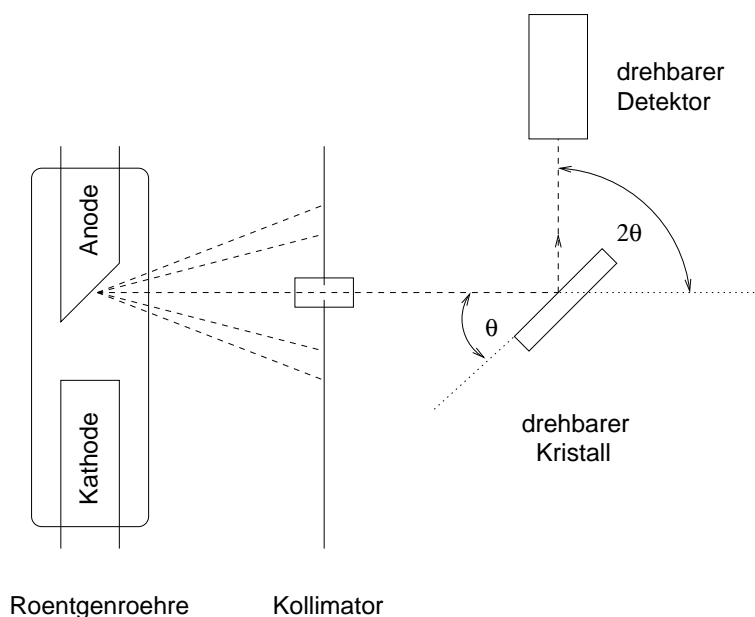


Abbildung 7: Schematischer Versuchsaufbau

Die drei Kristalle (NaCl, KCl und LiF) sind leicht zerbrechlich und hygroskopisch und müssen daher vorsichtig mit einer Pinzette am Targetteller angebracht werden, auf dem sie mit Hilfe einer Schraube fixiert werden. Der KCl-Kristall ist bereits zerbrochen; wir haben das größte Teilstück für unsere Messung benutzt.

Die Datennahme erfolgt beim Starten eines Scans automatisch mit Hilfe eines speziellen Computerprogramms. Die Daten einer Messung werden in eine Datei der Endung .xry geschrieben, welche aber nach Entfernen einiger Kopf- und Fußzeilen leicht in eine weiterverarbeitbare .txt-Datei umgewandelt werden kann.

Mit Hilfe zweier Displays können am Röntgengerät die gewünschten Einstellungen vorgenommen werden. Alle Messungen werden bei $U = 35 \text{ kV}$ und $I = 1 \text{ mA}$ durchgeführt. Die Winkelschrittgröße ist auf die kleinste Einstellung $\Delta\theta = 0,1^\circ$ festgelegt, was im Hinblick auf die Auswertung leider eine recht schlechte Winkelauflösung darstellt. Start- und Endwinkel θ_{\min} bzw. θ_{\max} sowie die Integrationszeit Δt pro Winkelschritt werden für die jeweiligen Messungen einzeln gewählt (siehe Tab. 1).

¹Herstellerangabe nach [1]: Dosisleistung $< 1 \text{ mSv/h}$ in 10 cm Abstand

Die Messungen 1 – 3 sind für den ersten Versuchsteil (Bestimmung der Gitterkonstanten verschiedener Kristalle und Diskussion des BRAVAIS-Typs) erforderlich. Zusätzlich haben wir für NaCl noch eine Messung bei höheren Winkeln mit größerer Integrationszeit ($\Delta t = 5$ s, Messung Nr. 4) durchgeführt, um für die Peaks möglicher höherer Ordnungen, also geringer Intensität, einen besseren Kontrast gegenüber dem Untergrund zu erzielen. Dies hat sich, wie wir finden, durchaus gelohnt (siehe Diskussion in der Auswertung).

In Messung Nr. 5 (mit LiF) wurde auf den Kollimator ein Zirkon-Filter aufgesteckt, um aus einem Vergleich mit Messung Nr. 3 die K-Absorptionskante dieses Elements ermitteln zu können (zweiter Versuchsteil). Für die Langzeitmessung (Nr. 6) haben wir ebenfalls den LiF-Kristall gewählt, da uns hier das Spektrum besonders gelungen erschien und die einzelnen Charakteristika besonders gut erkennbar waren. Leider ist das Programm zur Datennahme gegen Ende der Langzeitmessung hängengeblieben, so dass wir hier auf die Daten einer anderen Gruppe zurückgreifen müssen.

Nr.	Kristall	$\theta_{\min} / ^\circ$	$\theta_{\max} / ^\circ$	$\Delta t / \text{s}$	Bemerkung
1	NaCl	2,5	30	1	Kurzzeitmessungen
2	KCl	2,5	30	1	
3	LiF	2,5	30	1	
4	NaCl	27,5	45	5	Ergänzungsmessung mit besserer Statistik bei größeren Winkeln
5	LiF	2,5	30	1	Messung mit Zr-Filter
6	LiF	42	67	20	Langzeitmessung

Tabelle 1: Einstellungen der einzelnen Messungen

4 Auswertung der Messungen

Die winkelabhängigen Zählraten aus den verschiedenen Messungen haben wir in den Abbildungen 10 – 15 im Anhang (ab S. 17) graphisch dargestellt. Sämtliche Fehlerbalken für die Zählraten ($\Delta N = \sqrt{N}$) wurden der besseren Übersichtlichkeit halber weggelassen!

4.1 Bestimmung der Netzebenenabstände

Mittels der umgestellten BRAGG-Beziehung kann aus den gemessenen Winkeln, bei denen die Beugungsreflexe auftreten, unter Kenntnis der Wellenlänge auf den Netzebenenabstand d der reflektierenden Ebenen geschlossen werden:

$$d(\theta) = \frac{n \cdot \lambda}{2 \cdot \sin \theta}. \quad (2)$$

Der Fehler berechnet sich nach Gauß gemäß

$$\Delta d = \sqrt{(\Delta \theta)^2 \cdot \left(\frac{\partial d}{\partial \theta}\right)^2} = \Delta \theta \cdot \frac{n \cdot \lambda}{2 \cdot \sin \theta} \cdot \cot \theta = d \cdot \Delta \theta \cdot \cot \theta.$$

Man beachte, dass hier $\Delta \theta$ in rad einzusetzen ist. Die Linienschwerpunkte θ_{center} ermitteln wir mit Hilfe von Gauß-Fits. Für die Wellenlängen der beiden K -Linien verwenden wir

$$\lambda_{K_\alpha} = 0,071069 \text{ nm}, \quad \lambda_{K_\beta} = 0,063225 \text{ nm}. \quad (3)$$

Kristall	Linie	Ordnung	$\theta_{\text{center}} / ^\circ$	$\Delta \theta_{\text{center}} / ^\circ$	$\Delta \theta_{\text{center}} / \text{rad}$	d / nm	$\Delta d / \text{nm}$
NaCl	K_β	1	6,76	0,43	0,0075	0,2686	0,0169
	K_α	1	7,58	0,53	0,0092	0,2694	0,0186
NaCl	K_β	2	13,28	0,34	0,0059	0,2752	0,0068
	K_α	2	14,92	0,50	0,0087	0,2760	0,0090
NaCl	K_β	3	19,96	0,68	0,0119	0,2778	0,0091
	K_α	3	22,51	0,43	0,0075	0,2784	0,0050
KCl	K_β	1	6,02	0,11	0,0019	0,3014	0,0054
	K_α	1	6,75	0,34	0,0059	0,3023	0,0151
KCl	K_β	2	11,85	0,24	0,0042	0,3079	0,0061
	K_α	2	13,30	0,95	0,0166	0,3089	0,0216
KCl	K_β	3	17,95	0,28	0,0049	0,3077	0,0046
	K_α	3	20,04	0,29	0,0051	0,3111	0,0043
LiF	K_β	1	9,15	0,53	0,0042	0,1988	0,0052
	K_α	1	10,29	0,21	0,0051	0,1989	0,0056
LiF	K_β	2	18,33	0,91	0,0159	0,2010	0,0096
	K_α	2	20,72	0,47	0,0082	0,2009	0,0044

Tabelle 2: Daten zur Bestimmung der Netzebenenabstände für NaCl, KCl und LiF

Leider können wir bei LiF die dritte Ordnung nicht mit einbeziehen, da unsere Messung nur Winkel bis 30° enthält; die Langzeitmessung beginnt erst wieder ab 42° . Bei den anderen beiden Kristallen haben wir jedoch drei Ordnungen angegeben. Die zugehörigen Peaks sind in den Abbildungen 10, 12 und 14 markiert. Aus den sechs (bzw. vier) Einzelergebnissen für d bilden wir jeweils den gewichteten Mittelwert d_{mittel} , welcher zusammen mit der Standardabweichung in Tab. 3 angegeben ist.

Kristall	$d_{\text{mittel}} / \text{nm}$	$\Delta d_{\text{mittel}} / \text{nm}$
NaCl	0,2766	0,0033
KCl	0,3074	0,0024
LiF	0,1958	0,0028

Tabelle 3: Ergebnisse der Bestimmung der Netzebenenabstände

4.2 Bestimmung der Gitterkonstanten und Diskussion der BRAVAIS-Gitter

Wie bereits erwähnt, gibt die Berechnung von d im vorigen Abschnitt die Abstände der reflektierenden Ebenen im Kristall wieder. Gehen wir von der im Skript empfohlenen Annahme aus, dass es sich dabei um die (100)-Ebenen handelt, so stoßen wir zunächst auf ein Problem:

Für die Beziehung zwischen Netzebenenabstand d und der Gitterkonstanten a eines kubischen Gitters gilt:

$$d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}, \quad (4)$$

im Fall von $(hkl) = (100)$ ist also der Wurzelausdruck gerade gleich eins und somit $a = d$. Ein Blick auf Tabelle 3 zeigt jedoch, dass die dort angegebenen Werte von d nicht mit den Literaturwerten für die Gitterkonstante a aus der Versuchsanleitung übereinstimmen. Unsere Werte sind um einen Faktor von ziemlich genau 2 zu klein. Da es sich immer um nahezu denselben Faktor handelt:

Kristall	NaCl	KCl	LiF
$a_{\text{lit}}/d_{\text{mittel}}$	2,039	2,047	2,053

nehmen wir an, dass kein systematischer Fehler in unserer Messung vorliegt, sondern dass schlichtweg die Annahme, dass die Reflexe von den (100)-Ebenen stammen, nicht korrekt ist. Zur Deutung des Ergebnisses können wir folgende Überlegungen anstellen. Die Bragg-Bedingung gibt nur Auskunft darüber, an welchen Winkelpositionen die Beugungsbilder zu finden sind. Sie macht jedoch keine Aussage über die Intensitätsverhältnisse der Reflexe. Hierbei spielen die bisher noch nicht betrachteten *Strukturfaktoren* eine Rolle. Sie geben den Einfluss von Strukturen innerhalb des Kristalls (Elementarzelle, Basiseinheit, Atome und ihre Elektronendichteverteilung) wieder. Die drei kubischen Gitter weisen unterschiedliche Strukturfaktoren auf. Das hängt damit zusammen, dass deren Elementarzellen unterschiedliche Anzahlen von Gitterpunkten enthalten (*sc*: eins, *bcc*: zwei, *fcc*: vier). Dadurch treten zwischen zwei (100)-Ebenen noch weitere Netzebenen auf, die ebenfalls Reflexe erzeugen können. Es kommt zu inneren Interferenzen zwischen den Beugungsreflexen benachbarter Ebenen, die zur Auslöschung gewisser Reflexe führen. Man kann zeigen, dass die MILLERSchen Indizes folgende Bedingungen erfüllen müssen, damit ihre Reflexe nicht ausgelöscht werden:

- *sc*: keine Bedingung, alle Reflexe sichtbar.
- *bcc*: die Summe $h + k + l$ muss eine gerade Zahl ergeben.
- *fcc*: (hkl) alle gerade oder alle ungerade.

Bei allen von uns verwendeten Kristallen liegt der Typ des *fcc*-Gitters (NaCl-Struktur) vor. Die in der Mitte der Seitenflächen des Elementarwürfels sitzenden Atome bewirken, dass die Gitterkonstante a effektiv halbiert wird, denn Gleichung (4) berücksichtigt die Zwischenebenen nicht (sie kann in dieser Form nur für kubisch primitive Gitter angewendet werden). Wir nehmen also an, dass wir die Reflexe der (200)-Ebenen sehen, welche ja für *fcc*- und *bcc*-Gitter erlaubt sind. Um diese Überlegungen nachzuprüfen, stellen wir in Tabelle 4 die aus unseren Messwerten nach der Formel

$$a_{\text{berechnet}} = 2 \cdot d_{\text{mittel}}$$

berechneten Gitterkonstanten und die Literaturwerte gegenüber.

Kristall	$a_{\text{berechnet}} / \text{nm}$	$a_{\text{literatur}} / \text{nm}$	relative Abweichung
NaCl	$0,5532 \pm 0,0066$	0,56402	1,92 %
KCl	$0,6148 \pm 0,0048$	0,62917	2,28 %
LiF	$0,3916 \pm 0,0056$	0,402	2,59 %

Tabelle 4: Vergleich zwischen errechneten Gitterkonstanten und Literaturwerten

Auch wenn die Werte innerhalb der angegebenen Fehler (1σ) nicht übereinstimmen, können wir doch anhand unserer Messungen mit hinreichender Sicherheit bestätigen, dass es sich bei allen drei Kristallen um den BRAVAIS-Typ *fcc* oder *bcc* handelt. Übereinstimmung zwischen Literatur- und Messwerten ergibt sich für NaCl innerhalb eines Fehlerintervalls von $1,6\sigma$, für KCl innerhalb von 3σ und für

LiF innerhalb von $1,8\sigma$. Die hier verwendeten Fehlerangaben stammen aus dem Fit-Programm. Es scheint uns jedoch, als ob alle Fehler insgesamt ein wenig zu klein ausgefallen sind. Dieses Problem trat auch schon im Rahmen der Auswertung anderer Versuche auf; wir haben bisher nicht herausgefunden, inwieweit man die Zusammensetzung der Fehler kontrollieren oder beeinflussen kann.

4.3 Absorptionskante von Zirkonium

In der Röntgenstrukturanalyse werden häufig Verfahren eingesetzt, die monochromatisches Röntgenlicht benötigen. Das Ziel ist dabei u.a. eine Erhöhung des Auflösungsvermögens. Eine Möglichkeit zur Monochromatisierung von Röntgenstrahlung besteht in der Verwendung von Absorptionsfiltern. Hierbei ist zu beachten, dass das Licht nicht „monochromatisch“ im eigentlichen Sinne wird; man kann lediglich bestimmte Bereiche des Spektrums mehr oder weniger stark unterdrücken. In unserem Versuch kommt eine dünne Zirkon-Folie zum Einsatz.

Bei der Absorption von Röntgenstrahlung durch einen Filter der Dicke s handelt es sich nicht – wie im Fall von sichtbarem Licht – um Resonanzabsorption. Statt dessen zeigt der Absorptionskoeffizient $\mu(\lambda)$, der durch das LAMBERT-BEERSche Gesetz

$$I(\lambda) = I_0(\lambda) \cdot e^{-\mu(\lambda) \cdot s} \quad (5)$$

eingeführt wird, einen sprunghaften Verlauf als Funktion der Wellenlänge. Es treten sogenannte „Absorptionskanten“ bei den Wellenlängen auf, an denen die Röntgenstrahlung genügend Energie hat, um ein Elektron aus einer inneren Schale eines Absorberatoms herauszulösen. Bei fester Absorberdicke s wird die Abschwächung der ursprünglichen Intensität also bei verschiedenen Wellenlängen unterschiedlich stark sein.

Um Informationen über die in dem von uns betrachteten Wellenlängenbereich – vorgegeben durch die Strahlung der Molybdän-Röhre – liegende Absorptionskante eines Zirkon-Filters zu gewinnen, messen wir die winkelabhängige Zählrate mit Hilfe des LiF-Kristalls einmal mit und einmal ohne Absorber und tragen die Daten in einem gemeinsamen Diagramm auf (Abb. 16 und 17 im Anhang).

In diesen Diagrammen erkennt man, dass der Intensitätsverlust der Linien und des Kontinuums nicht überall gleich stark ist. Als sehr hilfreich erweist sich hier die halblogarithmische Darstellung in Abb. 17. Insbesondere wird die K_β -Linie in beiden sichtbaren Ordnungen deutlich stärker abgeschwächt als die K_α -Linie.

Eine genauere Analyse des Absorptionsverhaltens ergibt sich durch eine Umstellung von Gl. (5). Es gilt nämlich

$$-\ln\left(\frac{I}{I_0}\right) = \mu(\lambda) \cdot s.$$

Da s nicht verändert wird und λ eine Funktion des Glanzwinkels θ ist, folgt daraus

$$\mu(\theta) \propto -\ln\left(\frac{I}{I_0}\right).$$

In Abb. 8 haben wir einmal die Größe $-\ln(I/I_0)$ gegen den Winkel aufgetragen. Hier tritt die Absorptionskante in der ersten Ordnung sehr deutlich bei $\theta \approx 10^\circ$ hervor. Die zweite Ordnung bei $\theta \approx 20^\circ$ ist zwar schwächer ausgeprägt, aber dennoch erkennbar. Bei kleinen Winkeln von $\theta \leq 5^\circ$ erlaubt die schlechte Statistik aufgrund der sehr geringen Zählraten keine aussagekräftige Analyse; hier ist der Absorptionskoeffizient in einem kleinen Bereich sogar negativ! Dies ändert sich jedoch rasch mit zunehmendem Winkel bzw. sobald die Grenzwellenlänge des Molybdän-Kontinuums erreicht wird und die Zählrate sprunghaft ansteigt (vgl. wieder Abb. 17).

Eine Abschätzung der Kantenposition der ersten Ordnung nehmen wir vor, indem wir eine Gerade an den stark abfallenden Verlauf des Absorptionskoeffizienten fitten und aus den Parametern den Schnittpunkt mit der θ -Achse berechnen. Wir erhalten daraus

$$\theta_{\text{Kante}} = \frac{86,724^\circ}{8,613} = 10,07^\circ.$$

Einen aus den Unsicherheiten der beiden Fitparameter zusammengesetzten Fehler anzugeben erscheint uns wenig sinnvoll, da dieser kleiner ist als die Unsicherheit, welche aus den verschiedenen Positionen

des oberen und des unteren Punktes der Kante resultiert. Wir können den Wert im Hinblick darauf in einer groben Abschätzung jedoch zu

$$\theta_{\text{Kante}} = (10 \pm 0,5)^\circ$$

bestimmen. Vergleicht man diesen Wert mit den ermittelten Positionen der K_α - und K_β -Linien der ersten Ordnung ($\theta_{\beta,1} = 9,15^\circ$, $\theta_{\alpha,1} = 10,29^\circ$), so stellt man fest, dass es sich wohl um einen K_α -Filter handelt (der K_β -Anteil wird fast vollständig absorbiert). Dies sieht man auch unmittelbar durch den Vergleich der betreffenden Wellenlängen: Der Winkel von $(10 \pm 0,5)^\circ$ entspricht bei einem Netzebenenabstand von $d = 2 \cdot 0,402 \text{ nm}$ (für LiF) in der ersten Ordnung gerade einer Wellenlänge von

$$\lambda_{\text{Kante}} = (0,0698 \pm 0,0034) \text{ nm}.$$

Dieser Wert liegt zwischen den Wellenlängen der beiden Röntgenlinien, die mit $\lambda_{K_\alpha} = 0,071069 \text{ nm}$ und $\lambda_{K_\beta} = 0,063225 \text{ nm}$ angegeben werden. Da die K-Absorptionskante recht nahe am Schwerpunkt der K_α -Linie liegt, ist ein Intensitätsverlust auch in dieser Linie zu erwarten. Dass dies tatsächlich eintritt, zeigt sich deutlich in den Abbildungen 16 und 17.

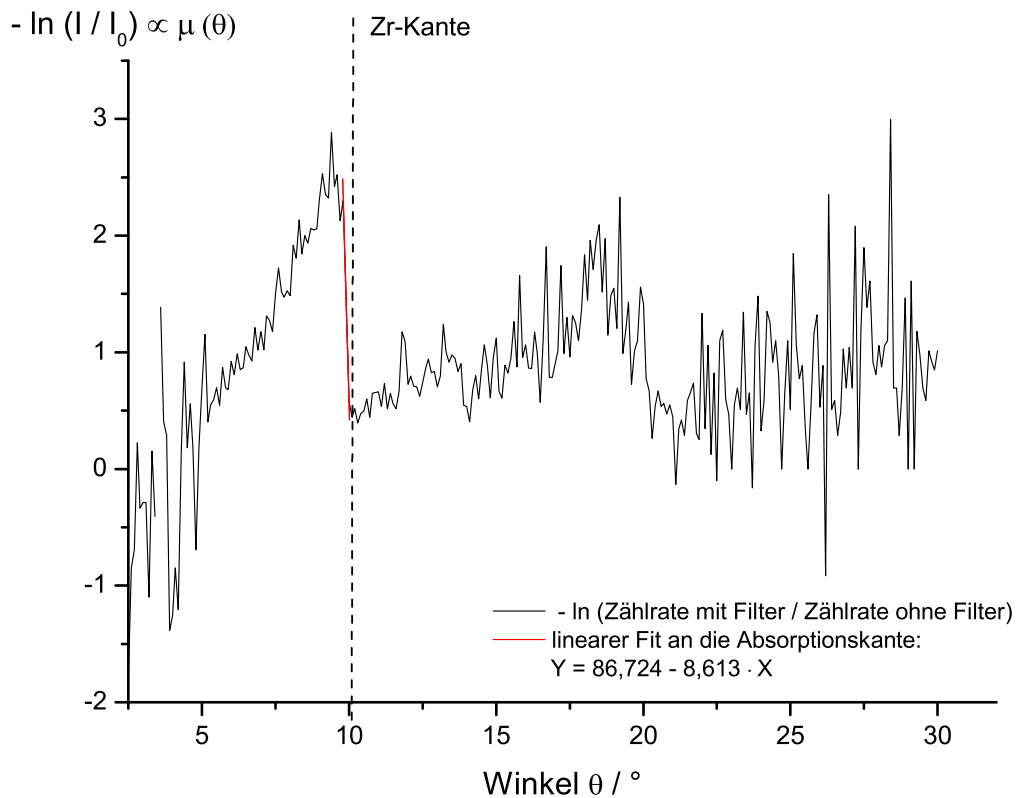


Abbildung 8: Grafik zur Bestimmung der K-Absorptionskante von Zr

4.4 Untersuchung des Röntgenspektrums der Molybdän-Anode

4.4.1 Form und Bestandteile des Spektrums

Um das Röntgenspektrum der Molybdän-Röhre im Detail über einen größeren Winkelbereich untersuchen zu können, bedienen wir uns einer Langzeitmessung mit dem LiF-Kristall, welche auch in den höheren Ordnungen noch eine ausreichende Statistik aufweist. Leider fehlen uns, wie schon erwähnt, die Messwerte im Winkelbereich zwischen 30° und 42° , so dass wir wohl eine Ordnung nicht erfasst haben. Abb. 14 zeigt die Kurzzeitmessung (blau) und eine vergrößerte Darstellung der Langzeitmessung (rot) in einem separaten Diagramm. In der zusammengesetzten Aufnahme des Spektrums in halblogarithmischer Darstellung (Abb. 15) sind die Einzelheiten des Spektrums am besten erkennbar. Wir finden

1. **charakteristische Linien** in 4 (plus einer verpassten) Ordnungen. In der Aufnahme mit kurzer Integrationszeit (blaue Kurve in Abb. 15) sieht man sowohl die K_β - als auch die K_α -Linien der ersten (bei ca. 10°) und der zweiten Ordnung (bei ca. 20°). In der Langzeitaufnahme sind jedoch aufgrund der nur noch sehr geringen Intensität bei hohen Winkeln keine K_β -Linien mehr sichtbar. Sie heben sich nicht deutlich genug vom Untergrund ab, um als Signale interpretiert werden zu können. Statt dessen wird bei hohen Winkeln die Feinstrukturaufspaltung der K_α -Linie erkennbar: Der Peak bei $\approx 45^\circ$ zeigt zumindest eine kleine „Schulter“, der bei $\approx 63^\circ$ ist deutlich aufgespalten. Es fällt auf, dass die bei kleineren Winkeln liegende K_{α_1} -Linie eine höhere Intensität aufweist als die K_{α_2} -Linie, während die Verhältnisse bei den Intensitäten von K_β und K_α umgekehrt sind: hier ist $I_\beta > I_\alpha$.
2. ein **Bremsstrahlungskontinuum**, welches ab einem Winkel von ca. 5° einsetzt und sein Maximum in der ersten Ordnung bei etwa $6,5^\circ$ erreicht ($N_{\max} = 371\text{s}^{-1}$). Danach fällt die Zählrate im Kontinuum langsam ab. Die Tatsache, dass die höchste Intensität schon bei so kleinen Winkeln – entsprechend kurzen Wellenlängen – liegt, spricht dafür, dass die meisten der abgebremsten Elektronen ihre Energie in Form von *wenigen*, dafür aber relativ *hochenergetischen* Photonen abstrahlen.

Im logarithmischen Plot (Abb. 15) erkennt man auch eine zweite Ordnung des Kontinuums, welche bei ca. $\theta = 15^\circ$ einsetzt und dann bei etwa 18° und 21° von den charakteristischen Linien der zweiten Ordnung überlagert wird.

Wir können nun anhand einfacher Überlegungen aus der Grenzwellenlänge λ_{grenz} auf die Beschleunigungsspannung U der Röntgenröhre schließen. Es gilt einerseits nach der BRAGG-Bedingung

$$\lambda_{\text{grenz}} = \frac{2}{n} \cdot d \cdot \sin(\theta_{\text{grenz}}),$$

andererseits erhält man für die Spannung

$$U = \frac{E}{e} = \frac{h \cdot c}{e \cdot \lambda_{\text{grenz}}} \quad \Rightarrow \quad U = \frac{h \cdot c}{2 e \cdot d \cdot \sin(\theta_{\text{grenz}})},$$

wobei wir hier $n = 1$ eingesetzt haben. Aus den Rohdaten der LiF-Messung sowie aus dem Plot können wir den Grenzwinkel des Kontinuums zu

$$\theta_{\text{grenz}} = (5,0 \pm 0,1)^\circ$$

bestimmen. Die Zählrate springt an dieser Stelle von $N = 6$ (Untergrund) auf $N = 18$ und steigt danach rapide an. Der Fehler von $0,1^\circ$ stellt die Winkelauflösung unserer Messung dar. Als Wert des Beugungsebenenabstandes d übernehmen wir unseren Messwert von

$$d_{\text{LiF}} = (0,1958 \pm 0,0028) \text{ nm}.$$

Damit erhalten wir

$$U = (36,33 \pm 0,89) \text{ keV},$$

was nur bedingt mit dem Sollwert von $35,0 \text{ keV}$, die am Röntgengerät eingestellt wurden, übereinstimmt (innerhalb $1,5\sigma$). Dies kann zum einen an unterschätzten Fehlern bei der Bestimmung von d , andererseits aber auch an einer geringen Abweichung der tatsächlich anliegenden Hochspannung vom Sollwert liegen.

4.4.2 Abstand der K_α - und K_β -Reflexe

Aus dem Termschema in Abb. 2 geht hervor, dass die K_β -Linie eine höhere Energie aufweist als die K_α -Linie. Da dies gleichbedeutend ist mit einer kürzeren Wellenlänge, werden sich also die K_β -Peaks in unseren Aufnahmen immer bei kleineren Winkeln befinden als die K_α -Peaks. Aus der BRAGG-Bedingung geht hervor, dass sich die Position der Peaks nicht linear mit dem Winkel θ , sondern mit $\sin \theta$ verschiebt, wenn man verschiedene Wellenlängen (und ggf. Beugungsordnungen) betrachtet.

Eine Konsequenz der BRAGG-Bedingung ist die Erhöhung des Auflösungsvermögens mit zunehmendem Glanzwinkel θ . Dies kommt dadurch zustande, dass die betrachteten Peaks fester Wellenlänge (in unserem Fall eben K_α und K_β) mit zunehmender Ordnung immer weiter auseinanderrücken. Dies zeigt sich in sämtlichen Messungen mit den verschiedenen Kristallen. Der Winkelabstand $\Delta\theta(\lambda_1, \lambda_2)$ lässt sich nach

$$\Delta\theta(\lambda_1, \lambda_2) = \theta_2(\lambda_2) - \theta_1(\lambda_1) = \arcsin\left(\frac{n_2\lambda_2}{2d}\right) - \arcsin\left(\frac{n_1\lambda_1}{2d}\right)$$

berechnen.

4.4.3 Intensitätsverhältnis der K_α - und K_β -Linien

Die Intensität einer Spektrallinie ist ein Maß für die Übergangswahrscheinlichkeit, mit der die jeweiligen Elektronenübergänge erfolgen. In [7] finden wir als Literaturwert für das Verhältnis der K_α - zur K_β -Intensität:

$$\frac{I_\alpha}{I_\beta} \approx 5. \quad (6)$$

Der K_α -Übergang ist somit etwa fünfmal häufiger als der K_β -Übergang. Um unsere Messergebnisse im Hinblick auf diesen Wert zu überprüfen, ist es sinnvoll, die Daten zunächst bezüglich des kontinuierlichen Untergrundes zu korrigieren. Dazu bestimmen wir graphisch für die beiden ersten Ordnungen der LiF-Aufnahme den Anfangs- und Endwinkel θ_a bzw. θ_e der jeweiligen Peaks durch Markierung der Stellen, an denen die Linien sich gerade vom Untergrund abheben. Aus den dazugehörigen Zählraten N_a und N_e berechnen wir den mittleren Untergrund anhand der Vorschrift

$$\bar{G} = \frac{1}{2} \cdot (N_a + N_e), \quad \Delta\bar{G} = \frac{1}{2} \cdot \sqrt{(\Delta N_a)^2 + (\Delta N_e)^2}.$$

Als Maß für die Intensität nehmen wir die Summe S der Zählraten zwischen θ_a und θ_e :

$$S = \sum_{\theta_a}^{\theta_e} N_\theta, \quad \Delta S = \sqrt{S},$$

abzüglich des Untergrundes in diesem Bereich, welcher dem Produkt der Anzahl k der Winkelschritte zwischen θ_a und θ_e und dem zuvor bestimmten mittleren Untergrund \bar{G} entspricht. Es ist also

$$I = S - k \cdot \bar{G}, \quad \Delta I = \sqrt{(\Delta S)^2 + (k \cdot \Delta\bar{G})^2}.$$

Linie, Ordn.	$\theta_a / ^\circ$	$\theta_e / ^\circ$	N_a / s^{-1}	N_e / s^{-1}	G / s^{-1}	k	S / s^{-1}	I / s^{-1}
$K_\beta, 1$	8,8	9,5	295	293	$292 \pm 12, 1$	8	$3503 \pm 59, 2$	$1167 \pm 113, 5$
$K_\alpha, 1$	9,9	10,7	230	198	$214 \pm 10, 3$	9	$6458 \pm 80, 4$	$4532 \pm 122, 7$
$K_\beta, 2$	17,9	18,6	47	41	$44 \pm 4, 7$	8	$627 \pm 25, 0$	$275 \pm 25, 8$
$K_\alpha, 2$	20,3	21,1	39	28	$33, 5 \pm 4, 1$	9	$1470 \pm 38, 3$	$1168, 5 \pm 53, 2$

Tabelle 5: Daten zur Untergrundkorrektur und Bestimmung des Intensitätsverhältnisses

Das Intensitätsverhältnis ist dann gegeben durch

$$\mathcal{I}_{\alpha/\beta} = \frac{I_\alpha}{I_\beta}, \quad \Delta\mathcal{I}_{\alpha/\beta} = \frac{I_\alpha}{I_\beta} \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta I_\alpha}{I_\alpha}\right)^2 + \left(\frac{\Delta I_\beta}{I_\beta}\right)^2}.$$

Wir erhalten

1. Ordnung: $\mathcal{I}_{\alpha/\beta} = 3,88 \pm 0,19$
2. Ordnung: $\mathcal{I}_{\alpha/\beta} = 4,25 \pm 0,44$.

Diese Werte stimmen nicht innerhalb der berechneten Fehler mit dem theoretisch erwarteten Wert überein. Natürlich ist das gewählte Verfahren zur Bestimmung der Intensitäten nur von begrenzter Genauigkeit. Erstens weist die subjektive graphische Festlegung der Linienrandpunkte eine sehr hohe Unsicherheit auf, zweitens ist die Subtraktion des gemittelten Untergrundes auch nur eine näherungsweise Lösung des Problems. Schließlich arbeiten wir auch nicht mit einer idealen Apparatur, d.h. es treten im Strahlengang des Röntgenapparates zusätzliche Verluste (z.B. am Kollimator, Eingangsschlitz etc.) und andere Effekte auf, die wir nicht näher quantifizieren können. Daher können wir eigentlich mit dem von uns erzielten Resultat zufrieden sein. Durch eine Analyse einer größeren Anzahl von Peaks ließe sich das Ergebnis vielleicht noch verbessern bzw. aussagekräftiger machen.

4.4.4 Feinstrukturaufspaltung der K_{α} -Linie

Aufgrund des erhöhten Auflösungsvermögens bei höheren Ordnungen können wir in der Langzeitaufnahme des LiF die Aufspaltung der K_{α} -Linie in zwei Feinstrukturkomponenten erkennen. Hinweise auf diese Struktur finden sich bereits in niedrigeren Ordnungen (erste sichtbare Ordnung in der Langzeitmessung). Da wir beim NaCl eine zusätzliche Aufnahme mit einer längeren Integrationszeit von 5 Sekunden durchgeführt haben, ist auch dort ein K_{α} -Peak mit zwei gerade getrennt sichtbaren Komponenten zu sehen (siehe Abb. 10).

In der nebenstehenden Grafik wird der Ausschnitt aus einem Termschema skizziert, aus welchem die Aufspaltung der K_{α} - und K_{β} -Linie hervorgeht. Die Komponente K_{α_1} stellt den Übergang von der unaufgespaltenen K-Schale zur Unterschale L III dar, während es sich bei K_{α_2} um den etwas längerwelligen Übergang zum L II-Niveau handelt. Daher wird in unseren Aufnahmen die K_{α_1} -Linie aufgrund der kürzeren Wellenlänge bei geringfügig kleineren Winkeln zu finden sein als die K_{α_2} -Linie. In gewissem Sinne erfolgt die Aufspaltung also umgekehrt wie bei der Trennung der α - und β -Linien. Die Unterschale L I ist wegen der Auswahlregel $\Delta j = 0, \pm 1$ an keinem solchen Übergang beteiligt. (Ähnliches gilt für entsprechende M-Unterniveaus bei der K_{β} -Linie.)

Für das Intensitätsverhältnis der aufgespaltenen K -Linien fanden wir in der Literatur [7] den Wert:

$$\frac{I_{\alpha_1}}{I_{\alpha_2}} \approx 2. \quad (7)$$

Um eine Aussage über das Intensitätsverhältnis aus unseren Messungen ableiten zu können, vergleichen wir wieder die Summe aller Ereignisse unterhalb der aufgelösten Peaks beim LiF. Das Niveau des Untergrundes liegt in diesem Bereich durchweg bei ca. 4,5 counts. Wir erhalten

$$\begin{aligned} \text{für } K_{\alpha_1} : 56,2 - 4,5 &= 51,7 \text{ counts} \\ \text{und für } K_{\alpha_2} : 29,75 - 4,5 &= 25,25 \text{ counts,} \end{aligned}$$

so dass sich für das Intensitätsverhältnis

$$\mathcal{I}_{1/2} = 2,05 \pm 0,46$$

ergibt. Dies deckt sich sehr gut mit dem Literaturwert. Jedoch ist zu beachten, dass das Ergebnis aufgrund der geringen Anzahl von zur Verfügung stehenden Ereignissen eine hohe Unsicherheit beinhaltet, was durch den besonders großen Fehler ($\Delta\mathcal{I}/\mathcal{I} = 22,4\%$!) ausgedrückt wird. Diese Betrachtung

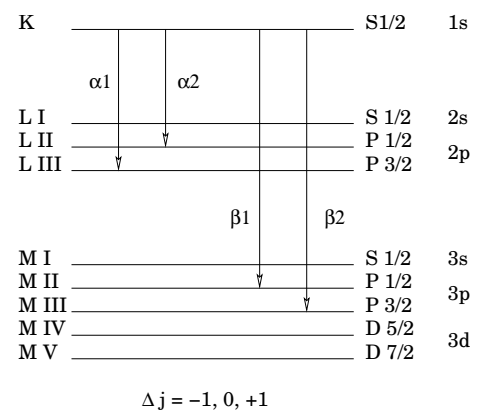


Abbildung 9: Zur Feinstruktur

kann somit nur eine grobe Abschätzung darstellen. Da die Feinstruktur-Peaks in den übrigen Fällen, in denen sie sichtbar werden, nicht vollständig getrennt sind, können wir dieses Verfahren leider nicht weiter anwenden. Eine Betrachtung der maximalen Zählrate in der linken Schulter der betreffenden K_α -Doppelpicks relativ zu der in der jeweils rechten Schulter liefert Ergebnisse, welche mit der zuvor gewonnenen Abschätzung konsistent sind. Für die Fehlerbetrachtung gilt das schon in Abschnitt 4.4.3 Erwähnte.

5 Referenzen und Schlussbemerkung

In diesem Versuch haben wir einen Einblick in einen kleinen Ausschnitt der vielfältigen Anwendungsmöglichkeiten der Röntgenbeugung an Kristallen erhalten.

Mittels der Strahlung einer Molybdän-Röntgenröhre konnten wir Aussagen über die Gitterkonstanten und den BRAVAIS-Typ der drei zur Verfügung stehenden Kristalle NaCl, KCl und LiF treffen. Während der für diesen Versuch verwendete Röntgenapparat zwar den Vorteil einfacher Bedienung und bequemer Datenauslese per PC bietet, zeigen sich besonders während der Auswertung der Messdaten auch die Schwächen dieses eigentlich für den Einsatz im Schulunterricht konzipierten Komplett-Systems. Auch wenn die recht moderate Winkelauflösung von $\Delta\theta = 0,1^\circ$ zur Darstellung verschiedener Röntgenspektren durchaus genügt, erweist sie sich im Hinblick auf eine anspruchsvolle Datenanalyse als nicht ausreichend. Dies äußert sich vor allem darin, dass in den Peaks der charakteristischen Linien nur sehr wenige Messpunkte liegen, so dass sich die Gauß-Fits teilweise schwierig gestalten bzw. nur von begrenzter Genauigkeit (v. a. bezüglich des zu ermittelnden Linienschwerpunktes) sind. Dennoch haben wir, wie wir finden, brauchbare Resultate erzielt. Insbesondere bei der Betrachtung der Absorptionskante des Zirkons konnte man gut sehen, dass es sich um einen Filter handelt, der die K_β -Linie des Molybdän stark, die K_α -Linie dagegen nur sehr schwach unterdrückt. Die Aussagen über die Intensitätsverhältnisse K_α/K_β einerseits und $K_{\alpha_1}/K_{\alpha_2}$ andererseits sind von unterschiedlicher Qualität. Während wir im ersten Fall keine Übereinstimmung mit dem Literaturwert erzielen konnten, trifft unser Wert für das zweite Verhältnis den Literaturwert ziemlich genau, dafür ist jedoch hier das Ergebnis aufgrund der schlechten Statistik (geringe Zählraten in hohen Ordnungen) und der geringen Anzahl ausgewerteter Peaks eigentlich nicht sehr aussagekräftig. In einigen Fällen wäre eine Erhöhung der Messzeit pro Winkelschritt (vielleicht nicht ganz so groß wie bei der Langzeitmessung) sinnvoll gewesen, wie das Beispiel unserer 5-Sekunden-NaCl-Messung zeigt.

Literatur

- [1] <http://www.leybold-didactic.com>.
- [2] <http://www.nobel.se>.
- [3] Charles Kittel. *Einführung in die Festkörperphysik*. Oldenbourg, 1996.
- [4] Konrad Kopitzki. *Einführung in die Festkörperphysik*. Teubner, 2002.
- [5] Harald Krischner. *Einführung in die Röntgenfeinstrukturanalyse*. Vieweg, 1987.
- [6] Theo Mayer-Kuckuk. *Atomphysik*. Teubner, 1994.
- [7] Erich Wölfel. *Theorie und Praxis der Röntgenstrukturanalyse*. Vieweg, 1987.

A Graphische Darstellung der Messergebnisse

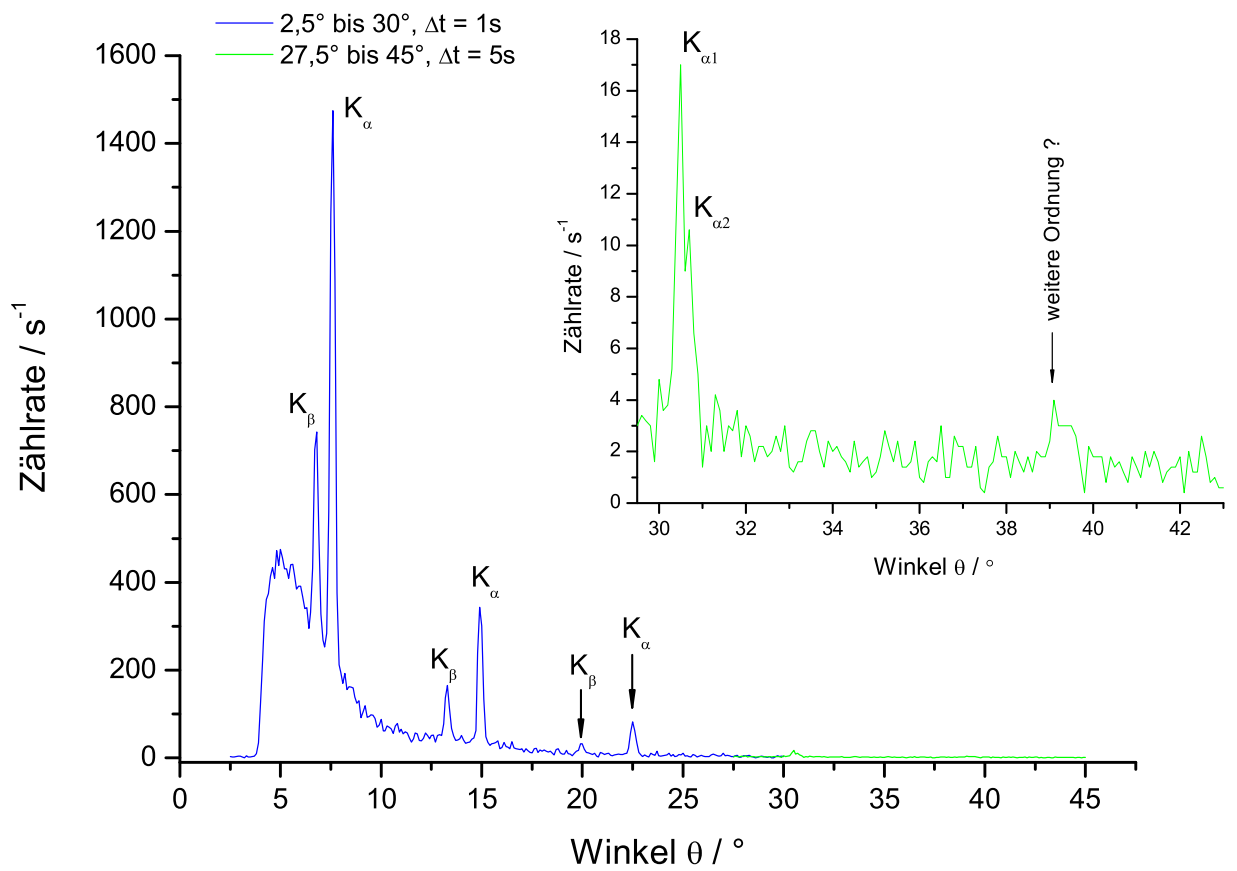


Abbildung 10: Messungen an NaCl: kurze (blau) und längere (grün) Integrationszeit

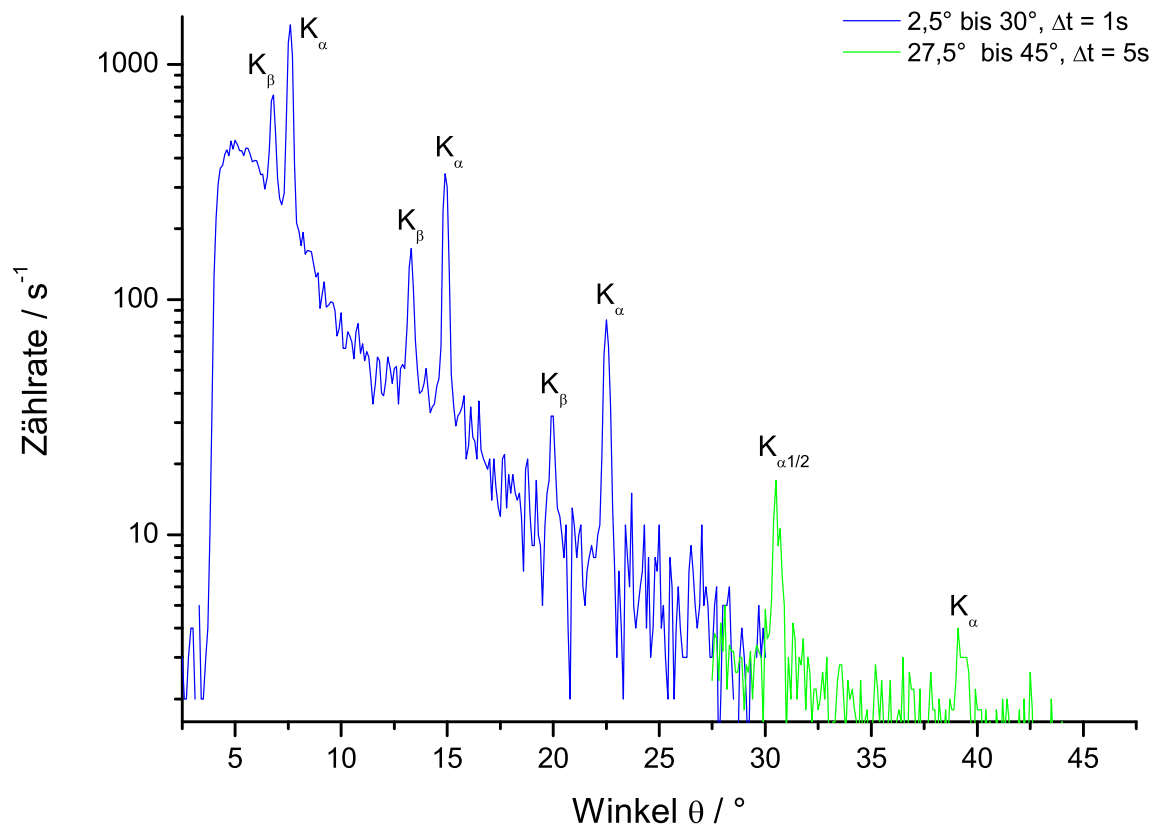


Abbildung 11: Messungen an NaCl, halblogarithmische Darstellung

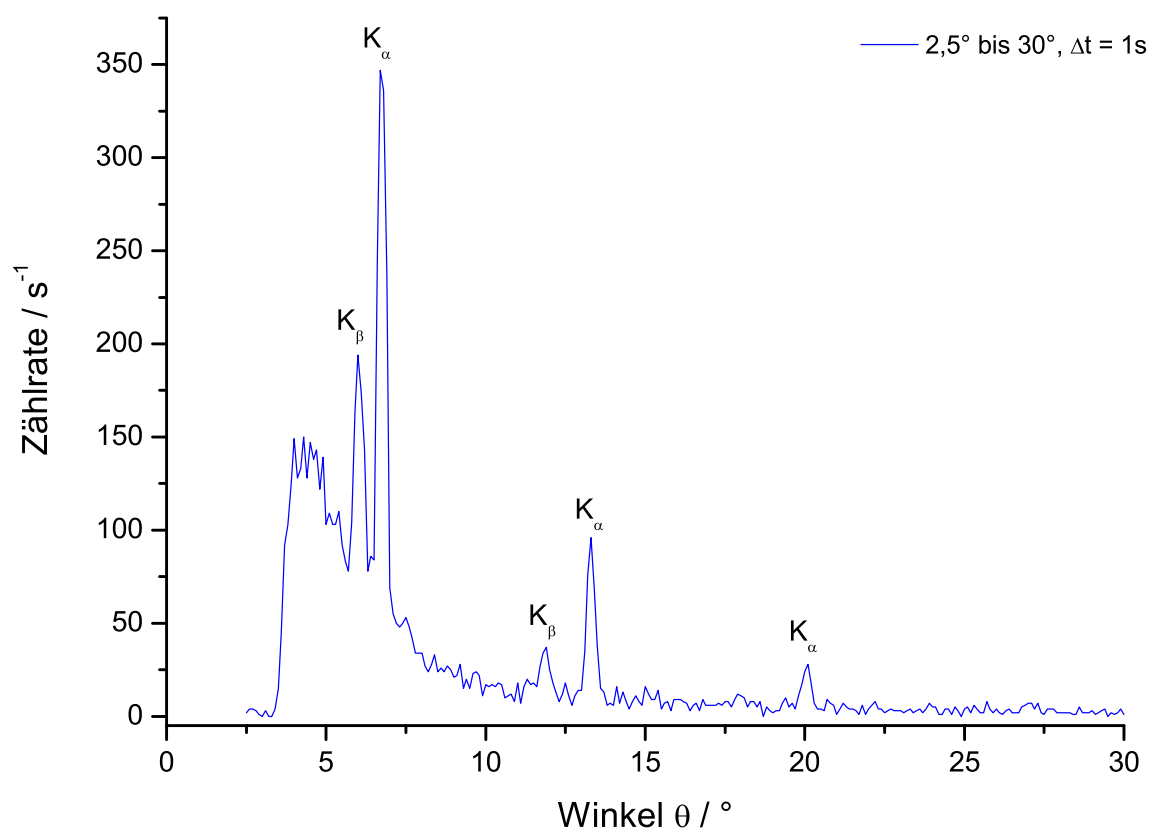


Abbildung 12: Messung an KCl

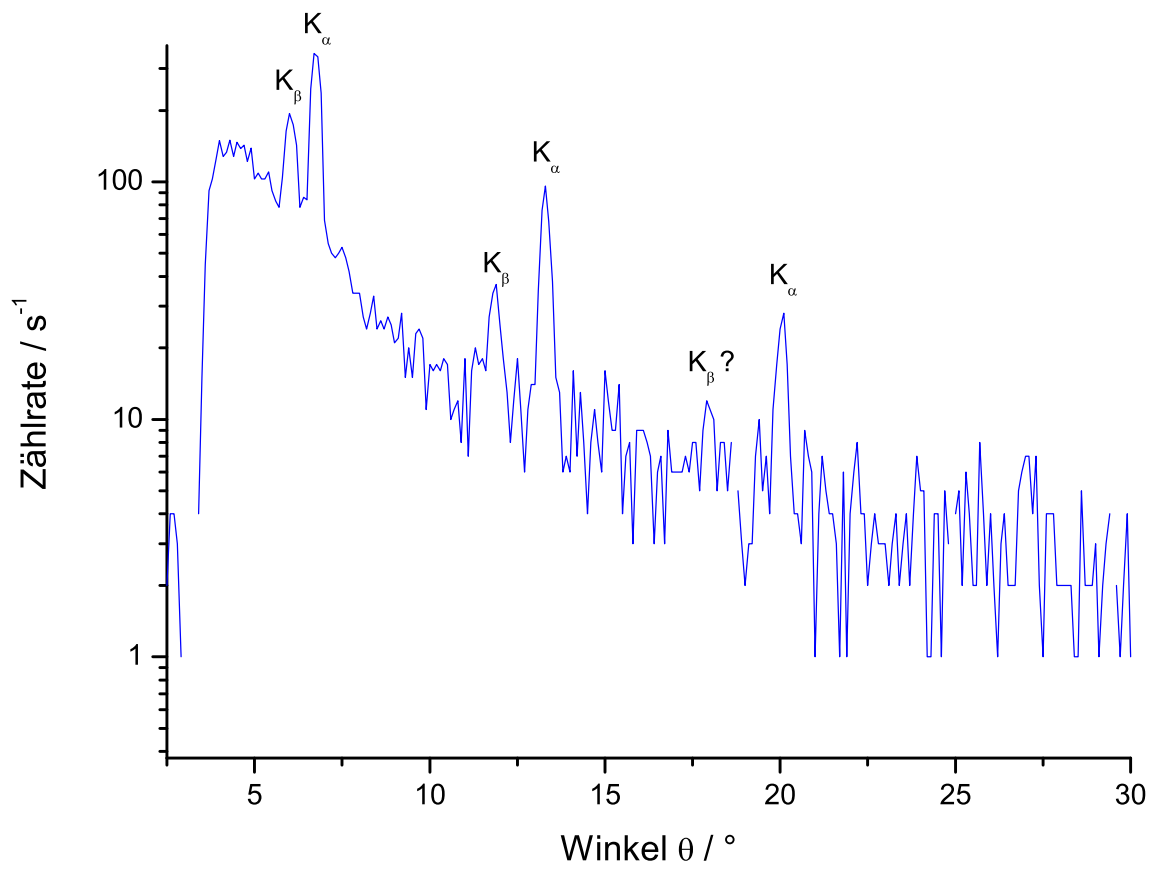


Abbildung 13: Messung an KCl, halblogarithmische Darstellung

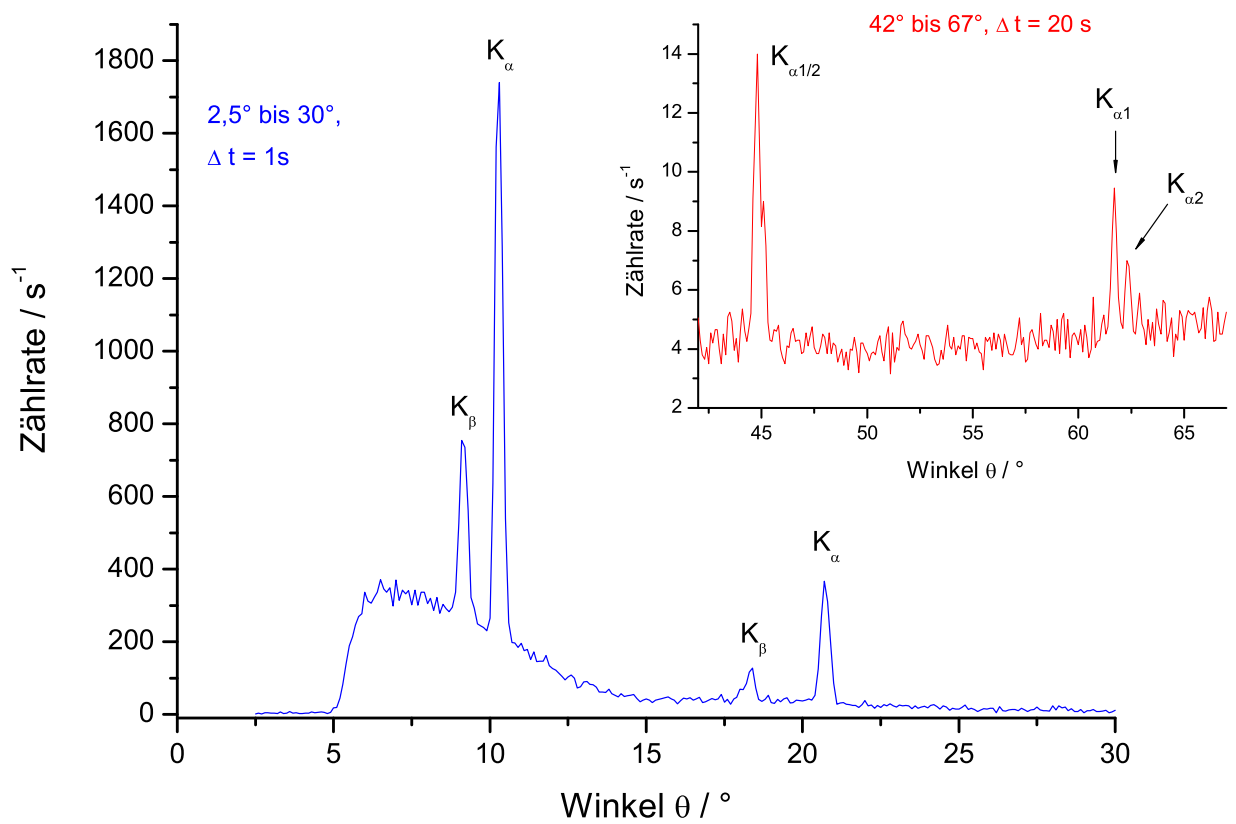


Abbildung 14: Messung an LiF: kurze (blau) und lange (rot) Integrationszeit

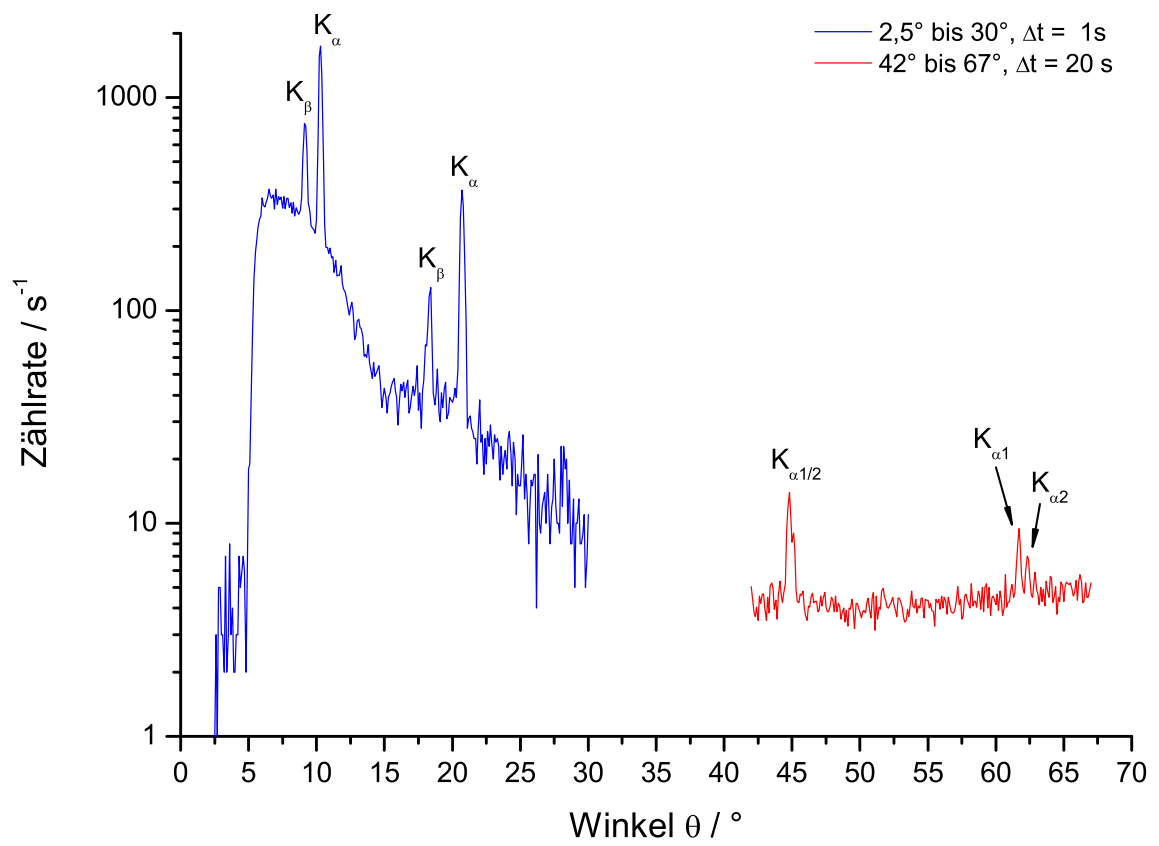


Abbildung 15: Messung an Lif, halblogarithmische Darstellung

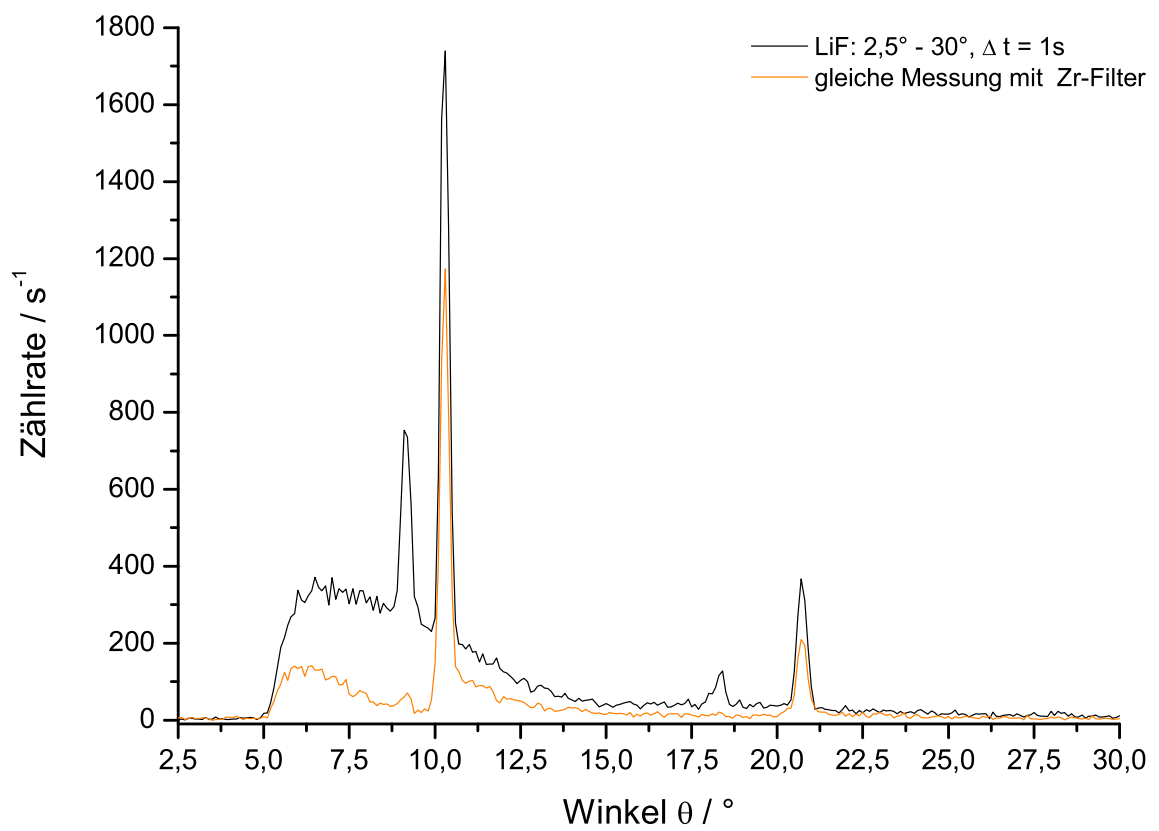


Abbildung 16: Messung für LiF ohne (schwarz) und mit (orange) Zr-Absorber

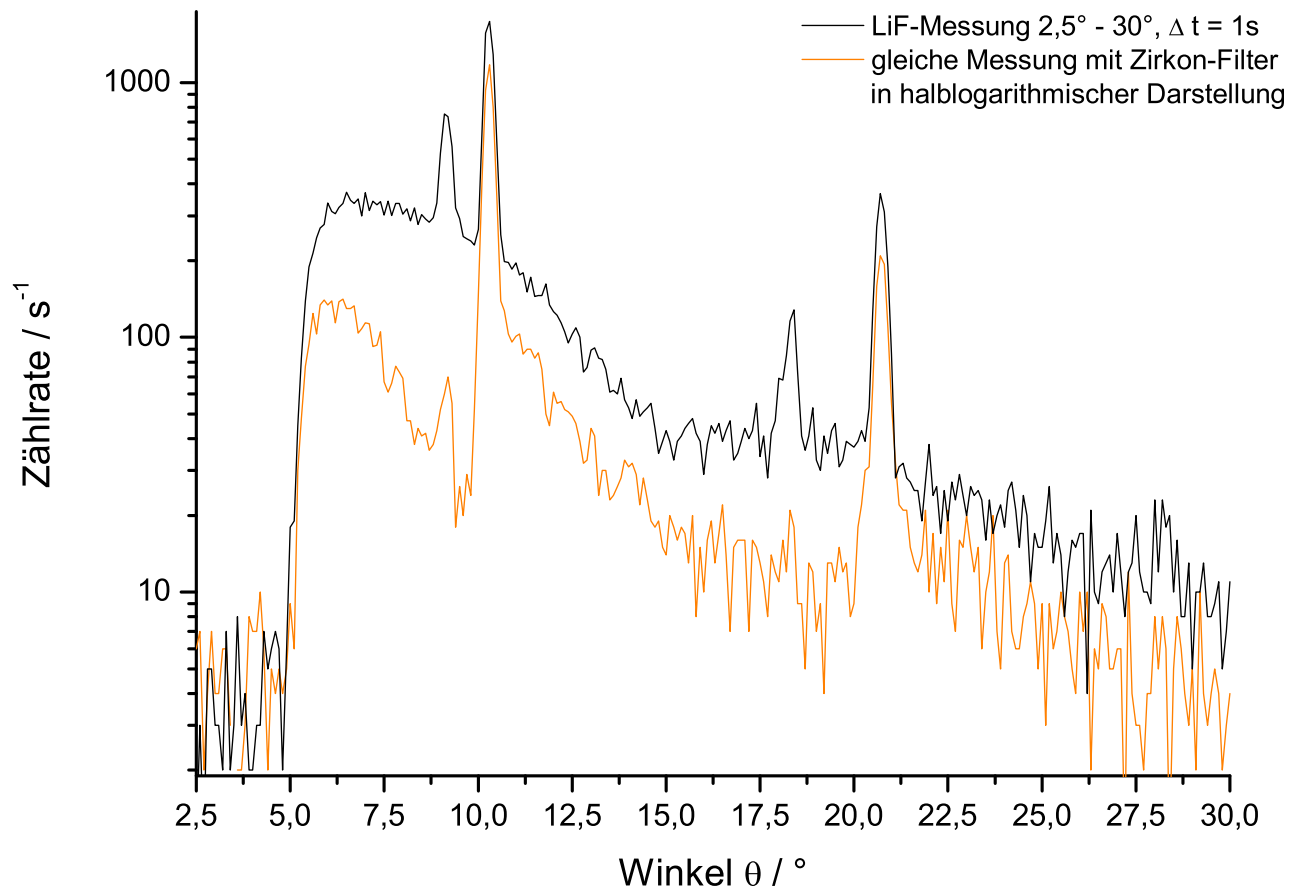


Abbildung 17: Zr-Absorber-Messung, halblogarithmisch.