Fortgeschrittenenpraktikum der Physik

STRUKTURBESTIMMUNG MIT Röntgenstrahlung

Versuch 6



Durchführung: 19 Juni 2008

Erste Abgabe: 5.06.2008

Gruppe: 717 Betreuer: Stefan Fischer

Tobias Meisch tobias.meisch@uni-ulm.de Oliver Heinrich oliver.heinrich@uni-ulm.de

Inhaltsverzeichnis

1	The	oretische Grundlagen	5	
	1.1	Erzeugung und Absorption von Röntgenstrahlen	5	
	1.2	Röntgenbeugung nach Bragg	6	
	1.3	Theorie nach von Laue	6	
	1.4	Das reziproke Gitter	7	
	1.5	Millersche Indizes und Gitterebenen	7	
	1.6	Konstuktion der Ewaldkugel	8	
	1.7	Verfahren zur Strukturanalyse	8	
		1.7.1 Das von Laue-Verfahren	8	
		1.7.2 Die Drehkristallmethode	8	
		1.7.3 Die Pulvermethode nach Debye-Scherrer	8	
	1.8	Streuamplitude	9	
2	Erweiternde theoretische Grundlagen 10			
	2.1	Aufbau der DNA	10	
	2.2	Chromosome	11	
	2.3	Entdeckungsgeschichte der DNA	12	
	2.4	Strukturanalyse mit Röntgenstahlen an biologischen Molekülen $\ .\ .\ .$.	12	
3	Vers	suchsbeschreibung	13	
	3.1	Der Versuchsaufbau	13	
	3.2	Planfilmaufnahmen	13	
	3.3	Aufnahmen in der Guinier-Kammer	13	
	3.4	Rückstreuung	14	
4	Vers	suchsdurchführung	15	
	4.1	Bestimmung der Ausmaße der Planfilmkammer	15	
	4.2	Bestimmung der Ausmaße der Guinier-Kammer	16	
	4.3	Auswertung der Planfilmaufnahme von Tesa	16	
	4.4	Auswertung der Guinier-Kammer-Daten	18	
	4.5	Polymer-Analyse	22	
	4.6	Rückstreuung	24	

Abbildungsverzeichnis

1	Absorptionsspektrum $[1]$
2	elektromagnetisches Spektrum [5]
3	Bragg-Streuung [6] $\ldots \ldots \ldots$
4	$Ewald-Konstruktion [7] \dots \dots$
5	Doppel-Helix-Struktur der DNA [2]
6	Doppel-Helix-Struktur der A/B/Z-DNA [3] 11
7	Packungsstadien einer DNA [4]
8	Planfilm: Planfilm - Silicium
9	Planfilm: Planfilm - Tesa
10	Planfilm: Planfilm - Tesa
11	Planfilm: amorphes Polyethylen
12	Planfilm: amorphes Polyethylen
13	Planfilm: Polyethylen DM0111 19
14	Planfilm: Polyethylen DM0111 19
15	Planfilm: Polyethylen DM0362 20
16	Planfilm: Polyethylen DM0362 20
17	Planfilm: Polyethylen PE1840
18	Planfilm: Polyethylen PE1840
19	Planfilm: unverstrecktes Polymer
20	Planfilm: verstrecktes Polymer
21	Planfilm: extrem verstrecktes Polymer
22	Rückstreuung: Natriumchlorid
23	Rückstreuung: Silicium
24	Rückstreuung: LiF

Tabellenverzeichnis

Literatur

- [1] http://leifi.physik.uni-muenchen.de/web_ph12/grundwissen/09vers_atomph/image024.gif
- [2] http://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/f/f0/DNA_Overview.png
- [3] http://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/b/b1/A-DNA%2C_B-DNA_and_Z-DNA.png
- [4] http://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/d/d5/Chromatin_chromosom.png
- [5] http://www.roro-seiten.de/physik/lk12/emwellen/spektrum1.gif
- $[6] \ http://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/c/ca/Bragg.svg$
- [7] http://upload.wikimedia.org/wikipedia/de/e/e2/Ewald-konstruktion.png

1 Theoretische Grundlagen

1.1 Erzeugung und Absorption von Röntgenstrahlen

Röntgenstrahlung ist eine elektro-magnetische Strahlung mit einer Wellenlänge zwischen 0,01nm und 10nm (vergleiche Abbildung 2). In unserem Versuch verwenden wir Strahlung der Wellenlänge, die im Bereich vom Atomdurchmesser (0,1nm) liegt. Röntgenlicht können wir durch ein schnelles Abbremsen beschleunigter Elektronen (Bremsstrahlung) erzeugen. Hierzu wird zwischen einer Glühkathode und einem Target, welches als Anode dient, eine Spannung angelegt. Die Elektronen werden so von der Kathode zur Anode hin beschleunigt und durch die einzelnen Atome im Target stark abgebremst. Wir erhalten ein breites Spektrum an Strahlung (vergleiche Abbildung 1). λ_{min} kommt dadurch zustande, dass die kinetische Energie der Elektronen vollständig in Licht umgewandelt wird. Die K_{β} -, K_{α} - und so weiter Linien entstehen, wenn die Ladungsträger einige Atome des Targets ionisieren. Danach werden die Energielücken wieder durch Elektronen aus höheren Energieniveaus aufgefüllt und es entsteht ebenfalls Röntgenstrahlung. Für die Strukturanalyse verwendet man überlicherweise die K_{α} -Linie, die durch den Übergang der Elektronen von der L(n=2) zu der K(n=1)-Schale hervorgerufen wird.



Abbildung 1: Absorptionsspektrum [1]

Trifft ein Röntgenphoton auf ein Atom, so kann es mit genügend großer Energie dieses ionisieren. Durch Abgabe von Fluoreszenzstrahlung geht das Ion wieder in einen neutralen Zustand über. Die meiste Röntgenstrahlung jedoch wird durch diffuse Streuung innerhalb des Materials absorbiert.

Der Nachweis von Licht dieser Wellenlänge erfolgt über Ionisationsbeobachtungen, Schwärzung von Photoplatten oder Fluoreszenz in geeigneten Materialien.

Da Strahlung solch hoher Energie wie schon beschrieben ionisierend wirkt, ist diese folglich auch schädlich für die menschlichen Zellen. Daher ist es immer ratsam sich durch diverse Bleibarrieren davor zu schützen.



Abbildung 2: elektromagnetisches Spektrum [5]

1.2 Röntgenbeugung nach Bragg

Bragg beobachtete, dass nur dann maximale Streuintensität auftritt, wenn die einlaufende Welle mit der Ausgehenden konstruktiv interferiert. Wir betrachten dabei zwei parallele Kristallebenen: Die beiden einfallenden Strahlen treffen unter dem Winkel θ auf die Probe auf (vergleiche Abbildung 3). Der untere ausgehende Strahl muss also für einen sichtbaren Reflex ein Gangunterschied von $n \cdot \lambda$ ($n \in \mathbb{N}$) gegenüber dem oberen haben. Wir erhalten zwischen dem Netzebenenabstand d, der Wellenlänge λ und dem Einfallswinkel θ folgende Beziehung (*Bragg-Gleichung*):



Abbildung 3: Bragg-Streuung [6]

1.3 Theorie nach von Laue

Von Laue ging nicht mehr nur von zwei einzelnen Netzebenen aus, sondern bezog seine Theorie auf ein komplettes Kristallgitter. Wir gehen somit davon aus, dass ein sichtbarer Reflex nur dann auftritt, wenn eine kontruktive Interferenz zwischen allen Gitterplätzen auftritt. Dies ist dann der Fall, wenn gilt:

$$\vec{d}\left(\vec{k}-\vec{k'}\right) = \vec{d}\cdot\Delta\vec{k} = m\cdot\lambda = 2\pi\cdot m$$

Nehmen wir nun für den Streuzentrenabstand \vec{d} den Gittervektor \vec{R} im realen Raum, so erhalten wir:

$$\vec{R}\Delta\vec{k} = 2\pi \cdot m \tag{2}$$

Beziehungsweise anders formuliert: $e^{i\vec{R}\Delta\vec{k}} = 1$. Über die Definition für die Gittervektoren \vec{K} des reziproken Raums kommen wir nun zu der von Laue formulierten Bedingung für scharfe Reflexe:

Konstruktive Interferenz tritt dann auf, wenn die Änderung des Wellenvektors $\Delta \vec{k}$ gleich einem Vektor \vec{K} des reziproken Gitters ist

1.4 Das reziproke Gitter

Das reziproke Gitter wird durch die Vektoren \vec{K} aufgespannt, für die gelten muss:

$$e^{i\vec{K}\vec{R}} = 1$$

 \vec{R} sind hierbei die Vektoren des Bravaisgitters. Da das reziproke Gitter im Impulsraum (k-Raum) aufgebaut ist, haben die Vektoren die Einheit 1/Länge. Aus den Basisvektoren $(\vec{a}, \vec{b}, \vec{c})$ des realen Gitters lassen sich durch folgende Beziehungen die des reziproken Gitters ($\vec{k}_1, \vec{k}_2, \vec{k}_3$) konstruieren:

$$\vec{k}_1 = \frac{2\pi \cdot (\vec{b} \times \vec{c})}{V_{Ez}} \qquad \vec{k}_2 = \frac{2\pi \cdot (\vec{c} \times \vec{a})}{V_{Ez}} \qquad \vec{k}_3 = \frac{2\pi \cdot (\vec{a} \times \vec{b})}{V_{Ez}}$$
(3)

 V_{Ez} beschreibt dabei das Volumen der Einheitszelle, welches gegeben ist durch: $V_{Ez} = \vec{a} \times (\vec{b} \times \vec{c})$ Wendet man diese Kontruktionshilfen auf ein reziprokes Gitter an, so erhält man wieder den dazu realen Raum. Das reziproke Gitter eines primitiv-kubisch aufgebauten Kristalls ist ein kubischflächenzentriertes Gitter und umgekehrt.

1.5 Millersche Indizes und Gitterebenen

Wir betrachten eine beliebige Netzebene, die die Hauptachsen unter folgenden Punkten schneidet: $x \cdot a$, $y \cdot b$ und $z \cdot c$ (Beispiel: x=1,y=2,z=3) Nach der Bilden der Kehrwerte $(x = 1 \rightarrow \frac{1}{1} \ y = 2 \rightarrow \frac{1}{2} \ z = 3 \rightarrow \frac{1}{3})$ suchen wir das kleinstmögliche ganzzahlige Verhältnis dieser Parameter: h=6, k=3, l=2. Wir sprechen nun von einer (hkl)-Ebene (bzw. (632)-Ebene). h,k,l werden nach dem Physiker William Hallowes Miller benannt, der diese Schreibweise als erster vorschlug.

1.6 Konstuktion der Ewaldkugel

Die Ewaldkugel hilft einem dabei einzuschätzen, ob eine Strukturuntersuchung mit Röntgenstrahlung zum Erfolg führt oder nicht. Dazu deuten wir zuerst durch einzelne Punkte unser reziprokes Gitter an. Ein beliebiger Gitterpunkt wird als Ursprung des Vektors der einfallenen Welle (\vec{k} , vgl. Abbildung 4) gewählt. Die Spitze dieses Vektors bestimmt den Mittelpunkt der Kugel, die den Radius $|\vec{k}|$ hat. Konstuktive Interferenz tritt nur an genau den Punkten auf, die auf dem Rand dieser Kugel liegen.



Abbildung 4: Ewald-Konstruktion [7]

1.7 Verfahren zur Strukturanalyse

1.7.1 Das von Laue-Verfahren

Hierbei verwenden wir ein ganzes Wellenlängenspektrum bestimmter Breite um in der Ewald-Kugel eine kleinste und eine größte Kugel zu erhalten und somit uns einen ganzen Bereich von möglichen Streuzentren zu schaffen.

1.7.2 Die Drehkristallmethode

Bei dieser Methode verwenden wir einen Einkristall, der mit monochromatischer Strahlung beleuchtet wird. Während der Messung wird die Probe jedoch gedreht. Dies bedeutet für unsere Ewald-Kugel-Konstruktion, dass sich das reziproke Gitter dreht während die Kugel fest bleibt. So können wir erreichen, dass während der Messung mehrere Punkte des Gitters den Kugelrand passieren.

1.7.3 Die Pulvermethode nach Debye-Scherrer

Durch Verwenden eines Pulvers statt eines Monokristalls können wir sichergehen, dass wir mit unserem Röntgenstrahl die richtigen Ebenen treffen.

1.8 Streuamplitude

Wir können annehmen, dass die auf die Probe einfallenden Röntgenstrahlen nur mit den Elektronen der einzelnen Atome wechselwirken. Daher muss unser erster Schritt sein, die Elektronendichteverteilung des gesamten Festkörpers zu bestimmen. Diese setzt sich zusammen aus dem Bravais-Gitter-Aufbau, der Basis und der Elektronendichteverteilung der einzelnen Basen.

Die Streuamplitude ist proportional zu der Fouriertransformierten der Elektronendichteverteilung. Nutzen wir die Eigenschaft dieser Transformation aus, dass das fouriertransformierte Faltungsprodukt gleich dem Produkt der einzelnen Fouriertransformationen ist, so können wir erst die einzelnen Terme betrachten.

Der geometrische Strukturfaktor $S_{\vec{K}}$ beschreibt die Anordnung der einzelnen Streuzentren d. Wir müssen also die Interferenz zwischen allen n Atomen betrachten und Aufsummieren:

$$S_{\vec{K}} = \sum_{j=1}^{n} e^{i\vec{K}\vec{d}_j}$$

Hier gehen wir von nur einer Atomsorte aus. Ist dies nicht der Fall, so muss man noch einen Atomformfaktor (die Fouriertransformierte der Ladungsverteilung des Atomrumpfes) einfügen:

$$f_j(\vec{K}) = -\frac{1}{e} \int d\vec{r} e^{i\vec{K}\vec{r}} \rho_j(\vec{r})$$

Wir erhalten also:

$$S_{\vec{K}} = \sum_{j=1}^{n} f_j(\vec{K}) e^{i\vec{K}\vec{d}_j}$$

Nun können wir die Faltung der einzelnen Komponenten anwenden, die proportional zur Gesamtstreuamplitude A ist:

$$A \propto \sum_{\vec{R}_{i}} e^{i\vec{K}\vec{R}_{i}} \cdot \sum_{j=1}^{n} f_{j}(\vec{K}) e^{i\vec{K}\vec{d}_{j}} = \sum_{i,j} e^{i\vec{K}\left(\vec{R}_{i}+\vec{d}_{j}\right)} f_{j}(\vec{K})$$
(4)

2 Erweiternde theoretische Grundlagen

2.1 Aufbau der DNA

Die Abkürzung *DNA* steht für die Bezeichnung *Desoxyribonukleinsäure*. Es handelt sich um ein Biomolekül beziehungsweise genauer um eine Nukleinsäure, welches in jedem Lebewesen zu finden ist und die jeweiligen Erbinformationen und Gene enthält, die für die Entwicklung eines Organismus und dessen Stoffwechsel nötig ist. Im Deutschen Sprachgebrauch findet man hin und wieder auch die Abkürzung DNS, ist aber laut *Duden* veraltend.

Die DNA hat die Struktur einer Doppelhelix (vergleiche Abbildung 5), die aus sogenannten Nukleotiden besteht - diese wiederum aus einem Phosphat-Rest, einem Zucker und einer von vier organischen Basen. Jedes Nukleotid wird auf gleiche Weise aus dem Phosphat-Rest und dem Zucker Desoxyribose aufgebaut. Sie bilden die Stütze des Nukleotids. Betrachten wir dieses ohne die Phosphatsäure so sprechen wir von Nukleosiden. Die Phosphate sind dafür verantwortlich, dass die gesamte DNA chemisch betrachtet als Säure angesehen werden muss. Die Basen bestehen entweder aus Purin (dann aus Adenin (A) oder Guanin (G)) oder aus Pyrimidin (dann aus Thymin (T) oder Cytosin (C)). Der Zucker wiederum besteht aus 5 Kohlenstoffatomen die mit 1' bis 5' durchnummeriert sind. An 1' wird die jeweilige Base und an 5' der Phosphat-Rest gebunden. Und an 3' haftet eine OH-Gruppe, die auch mit dem Phosphat (5') des Nachbarnukleotids verbunden ist. An jedem Ende der Doppelhelix hat also einer der beiden Einzelstränge sein 3'-Ende, der andere sein 5'-Ende. Es entsteht somit in der Mitte der Doppelhelix eine Paarung von Basen, die durch Wasserstoffbrückenbindung diese stabilisieren. Es können sich jedoch nur Adenin und Thymin beziehungsweise Guanin und Cytosin paaren und somit können wir von dem einen Strang auf den anderen schließen.



Abbildung 5: Doppel-Helix-Struktur der DNA [2]

Die Doppelhelix (hier die sogenannte B-DNA) hat einen ungefähren Durchmesser von 2,5 nm. Die Zuckermoleküle stehen in einem Winkel von 36° zueinander, das heißt 10 Basen ergeben eine komplette Umdrehung. Betrachten wir das größte menschliche Chromosom, welches aus 247 Millionen Basenpaaren besteht, so kommen wir auf eine Gesamtlänge von 8,4 cm. Weiterhin unterscheiden wir noch eine A-DNA, die wie auch die B-DNA rechtsgedreht ist, sich jedoch in ihren Ausmaßen (Durchmesser, Winkel zwischen den

einzelnen Ebenen etc) von der B-DNA unterscheidet. Die sogenannte Z-DNA ist jedoch linksgedreht (vergleiche Abbildung 6).



Abbildung 6: Doppel-Helix-Struktur der A/B/Z-DNA [3]

2.2 Chromosome

Da die DNA in jedem Zellkern vorkommen muss und dieser aber viel kleiner ist, als die DNA lang, so muss diese mit vielen Proteinen gepackt werden (vergleiche Abbildung 7. Im ersten Schritt der DNA-Packung wird diese zu sogenannte *Nukleosomen* (Abb. 7, Teil 1) aufgewickelt, die aus acht Histonenmoleküle bestehen. Die nächsten Verpackungsebenen sind jedoch unklar. Das eine Modell (Loop-Modell, (Abb. 7, Teil 2)) beschreibt, dass eine Schlaufe gebildet wird, die an einem Rückrat befestigt ist. Das andere (Chromonema-Modell, (Abb. 7, Teil 3)) hingegen besagt, dass die Nukleosomen sich zu dickeren Strängen zusammenfalten. Über den letzten Schritt herrscht jedoch wieder Einigkeit: Der Strang wird spiralförmig zu dem Chromosom aufgewickelt (Abb. 7, Teil 4).



Abbildung 7: Packungsstadien einer DNA [4]

2.3 Entdeckungsgeschichte der DNA

Bereits 1869 entdeckte der Schweizer Arzt Miescher eine Substanz in Zellkernen, die er Nuklein nannte. 1929 erkannte Levene die groben Bestandteile der DNA, nämlich Zucker, Phosphorrest und Base. Er vermutete bereits, dass die DNA eine Kettenstruktur aufweisen müsste, in der die Nukleotide durch die Phosphorteile zusammenhalten werden. 1937 wurde diese Vermutung durch William Astbury mit Röntgenstrukturaufnahmen bestätigt. Rosalind Franklin beschäftigte sich intensiv mit der Strukturanalyse mit Hilfe der Röntgenstrahlen. In diesen Aufnahmen erkannte man auch zuerst eindeutig, dass die DNA die Struktur einer Doppelhelix haben muss.

2.4 Strukturanalyse mit Röntgenstahlen an biologischen Molekülen

Bei der Kristallstrukturanalyse mit Röntgenstrahlen erhalten wir die Verteilung der Elektronen, die mit den Strahlen wechselwirken, in einer Elementarzelle. So kann man auch auf die genauen Positionen der einzelnen Atome im Kristall rückschließen. Das Problem bei der Strukturanalyse von Molekülen ist, dass diese kristallin vorliegen müssen, was gerade bei Proteinen Schwierigkeiten bereitet, da sich deren Eigenschaften eventuell bei der Kristallation verändert. Eine vergleichbare Methode zur Strukturbestimmung von Proteinen mittels Röntgenkristallstrukturanalyse stellt die NMR-Spektroskopie dar, die allerdings derzeit nur für Proteine kleiner oder mittlerer Größe verwendet werden kann. Um eine DNA per Röntgenbeugung untersuchen zu können, müssen einige Vorbereitungen getroffen werden. Als ersten Schritt muss die DNA von der entsprechenden Zelle separiert werden. Unter Luftabschluss wird bei 150°C die DNA durch Totalhydrolyse in ihre Bestandteile zerlegt und anschließend die Basen chromatisch getrennt. Nun können diese der Strukturanalyse unterzogen werden.

3 Versuchsbeschreibung

3.1 Der Versuchsaufbau

Der Versuchsaufbau besteht aus einer Röntgenröhre, deren Anodenmaterial aus Kupfer besteht. Durch drei Beryllium-Fenster gelangen Röntgenstahlen durch ein Kollimationssystem in den Messbereich. Die Strahlen nach links sind punktförmig fokussiert und strahlen durch die Probe in der evakuierten Kammer und beleuchten die Imageplate. Der Strahl geradeaus gelangt in die evakuierte *Guinier-Kammer*. Der Strahl nach rechts ist wieder punktförmig fokussiert und dient zu Laueaufnahmen. Die die Guinier-Kammer und Kammer für die Rückstreuung, in denen die Aufnahmen statt finden müssen evakuiert sein, um Streuung der Röntgenstrahlung an Luft zu vermeiden.

Um zu starke Erhitzung der Anode (=Target) durch das Auftreffen der beschleunigten Elektronen zu verhindern, wird diese durch Wasser gekühlt.

3.2 Planfilmaufnahmen

Die Planfilmkamera erhält ihren Namen, weil die zu beleuchtende Imageplate eben ist. Die Streuung findet an einer Probe statt und gelangt dann auf den Film. Dass der Primährstrahl, der eine hohe Intensität aufweist, den Film nicht belichten kann, wird ein Primärstrahlfänger eingebaut. Durch die zweidimensionale Aufzeichnung auf der Imageplate können auch Anisotropien in den Proben (z.B. verstreckte Polypropylene) untersucht werden.

3.3 Aufnahmen in der Guinier-Kammer

In der Guinier-Kammer entsteht monochromatische Röntgenstrahlung durch einen Kristallmonochromator, der genau die K_{α} -Linie auf die Probe bricht. Die ankommende Strahlung ist in Richtung der Glühkathode punktförmig und senkrecht dazu linienförmig. Vor der Messung muss zuerst die Position des Primärstrahls bestimmt werden. Dazu wird ein Hebel an der Kammer so umgelegt, dass der Primärstrahl die Imageplate beleuchten kann. Die Beleuchtung darf nur kurz, etwa eine Sekunde, statt finden, weil die Imageplate sonst zu stark ionisiert wird und sich so der Primärstrahl einbrennt. Zum Löschen muss dann die Weißlichtbeleuchtung zu oft durchgeführt werden. Nach dem Schließen des Primärstrahldurchlasses evakuiert man die Kammer auf einen Druck von etwa 0,9 $\frac{kp}{cm^2}$. Die Probe kann zudem während der Beleuchtung gedreht werden. Dadurch kann man sicherstellen, dass bei anisotropen Proben eine Streuung auf die Imageplate statt findet. Die Bogenlänge B_{Pix} der kreisförmigen Imageplate ist proportional zum Streuwinkel Θ . Um auf den Streuwinkel zu schließen, messen wir die Bogenlänge in Pixel ($Pixel=100 \ \mu m$, daher der Faktor 10^{-4}) und berechnen ihn mit der Formel (5):

$$\Theta = \frac{360^{\circ}}{8\pi R} 10^{-4} \cdot B_{Pix} \tag{5}$$

Diese ergibt sich aufgrund des Zusammenhangs von Grad- und Bogenmaß:

$$\frac{B}{2\pi R} = \frac{\alpha}{360^{\circ}}$$

 α ist ein Mittelpunktswinkel, R der Radius der Guinier-Kammer und Θ der Umfangsoder Peripheriewinkel. Allgemein gilt hierbei die Beziehung: $\Theta = 4\alpha$. Durch Einsetzen und Umformen erhält man leicht Gleichung (5).

Eine Aufgabe wird es unteranderem sein, den kristallinen Anteil von verschiedenen Polyethylenproben zu bestimmen. Dazu messen wir erst eine amorphe Probe um den Intensitätsverlauf dieser zu bestimmen. Danach wird eine Polyethylenprobe gemessen und den Verlauf der amorphen Probe in das gleiche Schaubild gelegt und angepasst. Durch den Vergleich der Flächen A unter den einzelnen Funktionen können wir auf den kristallinen Anteil schließen:

$$X_C = \frac{A_C}{A_{Ges}} = \frac{A_{Ges} - A_{Amorph}}{A_{Ges}} \tag{6}$$

3.4 Rückstreuung

Mit Hilfe des Rückstreuverfahrens werden *Laueaufnahmen* gemacht. Das verwendete Röntgenlicht ist "weiß", also polychromatisch. Die Reflexe der Röntgenstrahlung an der Probe werden von einem Film aufgezeichnet, der zwischen der Probe und der Strahlungsquelle steht. Die unterschiedlichen Wellenlängen erzeugen Reflexe, deren Richtung und Intensität vom verwendeten Material und dessen Ausrichtung abhängig ist.

4 Versuchsdurchführung

4.1 Bestimmung der Ausmaße der Planfilmkammer

Um die Winkel der einzelnen Reflexe bestimmen zu können, müssen wir zuerst den Abstand l zwischen Probe und Planfilm betimmen. Dazu verwenden wir ein Siliciumpulver als Probe, da wir hier wissen, unter welchen Winkeln wir einen Reflex sehen werden. Mit Hilfe der Planfilmaufnahme und dem Auswertungsprogramm *Fit2D* können wir auf den Radius der einzelnen Reflexringe schließen.

Wir verwenden für unsere Versuchsdurchführung Röntgenstrahlung der Wellenlänge $\lambda = 0,154$ nm und wir wissen, dass die Gitterkonstante von einem Siliciumkristall a=0,543nm beträgt. Somit können wir die Netzebenenabstände der (111)-Ebene berechnen:

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

Setzen wir diese in die Bragggleichung ein, so erhalten wir den Winkel des Reflexionsignals:

$$\theta = \arcsin\left(\frac{\lambda}{2 \cdot d_{hkl}}\right)$$

Mit Hilfe der Beziehung $tan(2 \cdot \theta) = \frac{r}{l}$ (r: Radius des Reflexringes) können wir schließlich auf den Abstand Probe-Planfilm schließen:

$$l = \frac{r}{\tan\left(2 \cdot \arcsin\left(\frac{\lambda}{d_{hkl}}\right)\right)} \tag{7}$$

Der Reflexring auf unserer Planfilmaufnahme hat einen Radius von 527 Pixeln (3. Ring, die zwei inneren kommen von dem Tesa-Klebstreifen (vergleiche Kapitel 4.3)). Wir wissen, dass 1 Pixel 1μ m entspricht und erhalten somit l=9,73cm für den Abstand.



Abbildung 8: Planfilm: Planfilm - Silicium

4.2 Bestimmung der Ausmaße der Guinier-Kammer

Der Winkel, unter dem wir ein Intensitätsmaximum finden, is proportional zu den aufgenommenen Pixeln. Wir müssen nun zuerst den Proportionalitätsfaktor (vergleiche Gleichung 5) bestimmen.

Wir verwenden zur Radiusbestimmung wieder Silicium. Der Winkel bei einer Reflexion an der (111)-Ebene ergibt sich durch:

$$\theta = \arcsin\left(\frac{\lambda}{2 \cdot d_{hkl}}\right) = 14,22^{\circ}$$

 B_{pix} (der Abstand zwischen Primärstrahl und erster Reflexion) ist 485,1835 Pixel. Somit erhalten wir für den Radius: R=4,89cm

4.3 Auswertung der Planfilmaufnahme von Tesa

Da wir unsere Proben immer mit einem Tesafilm fixierten, wollen wir wissen, welchen Anteil an Reflexionen dieser uns verursacht. Wir erhalten folgende Planfilmaufnahme:

Wir erhalten folgende Planfilmaufnahme:



Abbildung 9: Planfilm: Planfilm - Tesa

Es ergibt sich ein Intensitätsverlauf wie folgt:



Abbildung 10: Planfilm: Planfilm - Tesa

Die Reflexe, die also von der Tesafixierung her kommen findet man unter dem Winkel von 14° und $20^\circ.$

4.4 Auswertung der Guinier-Kammer-Daten

Zuerst untersuchten wir eine amorphe Polyethylen-Probe (vergleiche Abbildung 11) um später den amorphen Anteil anderer Proben bestimmen zu können.



Abbildung 11: Planfilm: amorphes Polyethylen

Abbildung 12: Planfilm: amorphes Polyethylen

Der Reflexionswinkel beträgt 9,43° beziehungsweise 321,75 Pixel.

Als nächstes untersuchten wir das Polyethylen DM0111:

Abbildung 13: Planfilm: Polyethylen DM0111

Unter den Winkeln $10,67^{\circ}$ (363,98 Pixel) und $20,83^{\circ}$ (710,57 Pixel) beobachteten wir die beiden Reflexe. Für den Intensitätsverlauf ergibt sich:

Abbildung 14: Planfilm: Polyethylen DM0111

Den Intensitätsverlauf der amorphen Probe haben wir in das gleiche Schaubild gelegt und an die Kurven entsprechend angepasst. Wir erhalten für die Fläche unter der amorphen Kurve einen Wert von 1919 und für den DM0111-Teil 6425. Somit ergibt sich für unseren kristallinen Anteil unserer Probe: 77,00%

Die nächste Untersuchung erfolgte an dem Polyethylen DM0362:

Abbildung 15: Planfilm: Polyethylen DM0362

Der Reflexionswinkel liegt bei $10,73^{\circ}$ beziehungsweise 366,05 Pixel. Wir bekommen für den Intensitätsverlauf und der angepassten amorphen Kurve folgendes Schaubild:

Abbildung 16: Planfilm: Polyethylen DM0362

Für die Fläche unter der amorphen Funktion ergibt sich 5976 und für die andere Intensitätskurve 9329. Somit hat das Polyethylin einen kristallinen Anteil von 60,95% nach unseren Berechnungen.

Die letzte PE-Probe besteht aus Polyethylen-1840. Die Guinier-Aufnahme sieht wie folgt aus:

Abbildung 17: Planfilm: Polyethylen PE1840

Die Reflexion finden wir unter einem Winkel von 10,79° (368,11 Pixel). Für die Intensitätsverläufe ergibt sich das Bild:

Abbildung 18: Planfilm: Polyethylen PE1840

Die Fläche unter der amorphen Funktion beträgt 5085 und die unter der PE-1840-Funktion 10115. Somit bekommen wir einen kristallinen Anteil von 66,55%.

4.5 Polymer-Analyse

Unsere erste Planfilmaufnahme mit einem unverstreckten Polymer ergabt folgendes Bild:

Abbildung 19: Planfilm: unverstrecktes Polymer

Wir sehen konstuktive Interferenz in Form von Ringen. Das lässt darauf schließen, dass die einzelnen Polymerkristalle wie in einem Pulver ohne Vorzugsrichtung angeordnet sind. Strecken wir unsere Polymerprobe ein wenig und machen anschließend wieder eine Röntgenstrukturbestimmung mit einer Planfilmaufnahme, so bekommen wir folgendes Bild:

Abbildung 20: Planfilm: verstrecktes Polymer

Man kann erkennen, dass sich die Ringstruktur der Interferenzmuster sich anfängt aufzulösen. Ein Indiz dafür, dass wir durch das Strecken einige Polymere angeordnet haben. Eine Bestätigung erhalten wir durch eine Probe mit verstärkt verstreckten Polymeren:

Abbildung 21: Planfilm: extrem verstrecktes Polymer

Wir erhalten also durch weiteres Strecken der Probe eine isotrope Anordnung der einzelnen Polymerkristallen. Die Ringstruktur geht über in eine Punktstruktur, die wir bei angeordneten Kristallen erwarten würden.

4.6 Rückstreuung

Mit Hilfe der Rückstreuung untersuchen wir eine Silicium-, Natriumchlorid- und eine LiF-Kristallprobe auf die jeweiligen Kristallstrukturen. Für Natriumchlorid erhalten wir folgendes Streubild:

Abbildung 22: Rückstreuung: Natriumchlorid

Durch Zuhilfenahme des Laue-Atlases sehen wir durch Vergleichen der einzelnen Reflexmaximas, dass wir hier eine kubische Kristallstruktur vorliegen haben und die Ebene (100) betrachten. Die Reflexe, die wir eindeutig zuordnen können, haben wir nach den Angaben des Atlases beschriftet.

Die Siliciumanalyse ergab folgendes Schaubild:

Abbildung 23: Rückstreuung: Silicium

Der Laue-Atlas zeigt uns, dass wir eine Diamantstruktur (zwei um die Diagonale verschobenen fcc-Strukturen) haben und die Ebene (100) betrachtet haben. Die Beugungsmaxima sind hier deutlicher abgebildet als bei der zuvorigen Probe.

Als Letztes untersuchten wir noch einen LiF-Kristall:

Abbildung 24: Rückstreuung: LiF

Auch hier erkennen wir eine kubische Struktur. Die Reflexebene ist die (100)-Ebene wie auch bei der Natriumchlorid-Probe.