



BERGISCHE UNIVERSITÄT WUPPERTAL

FORTGESCHRITTENEN PRAKTIKUM

Strukturanalyse mit Röntgenstrahlung

Verfasser:

Henrik JÜRGENS

Frederik STROTHMANN

Tutoren:

Max MUSTERMANN

Max MUSTERMANN

Abstract:

In diesem Versuch wird mittels Röntgenspektroskopie die Struktur verschiedener Materialien untersucht

Dies	ist	ein
Platz-	halter	für
die	bewertungs	Tabelle

15. August 2015

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	2
2	Messung des Emissionsspektrums	2
2.1	Versuchsdurchführung	2
2.1.1	Justage	2
2.1.2	Emissionsspektrum der Kupferanode	2
2.1.3	Bestimmung der Netzebenenabstände von Si(331) und Ge(111)	3
2.2	Auswertung	3
3	Pulverdiffraktometrie	4
4	Fazit	5

1 Einleitung

Festkörper bilden eine der Grundlagen der heutigen Technologie, vor allem der Computer, die aus der heutigen Zeit nicht mehr weg zu denken sind. Deshalb ist es wichtig Eigenschaften von Festkörpern und Methoden zur Untersuchung dieser zu kennen. In diesem Versuch werden mittels Röntgenstrahlen **verschieden** Eigenschaften kristalliner Festkörper untersucht. Es werden zerstörungsfreie Methoden zur Untersuchung verwendet. Röntgenstrahlung sind elektromagnetische Wellen mit einer Wellenlänge von 1 **pm** bis 250 pm.

2 Messung des Emissionsspektrums

Im ersten Versuchsteil wird das Röntgenspektrum der Kupferanode mit einem Silicium(111)-Einkristall untersucht, für die Untersuchung werden drei **verschieden** Beschleunigungsspannungen und ein Ni-Filter verwendet. Untersucht werden die Zählraten in Abhängigkeit des Winkels, sowie die Lage aller Ordnungen der $K_{\alpha_{1,2}}$ - und K_{β} -Linien von Kupfer und deren Verhältnisse. Dann wird das Signal-Rausch-Verhältnis untersucht und weitere Details der Spektren besprochen. Im Anschluss werden die Netzebenenabstände anderer Einkristalle **untersucht**. **Untersucht** werden Si(331)- und Ge(111)-Einkristalle. Die bestimmten Netzebenenabstände werden mit Literaturwerten abgeglichen.

2.1 Versuchsdurchführung

Nach dem Braggischen Verfahren soll ein Si(111)-Einkristall untersucht werden. Genauer werden die Röntgenspektren für mindestens drei verschiedene Beschleunigungsspannungen aufgenommen. Zusätzlich wird ein Spektrum mit eingesetztem Ni-Filter bei einer hohen Röhrenspannung aufgenommen. Bei jeder Messung wird die Intensität als Funktion des Winkels bestimmt und die Lage aller Ordnungen der Braggreflexe der $K_{\alpha_{1,2}}$ - und K_{β} -Linien von Kupfer und deren Intensitätsverhältnisse zueinander. Aufgrund des Strukturfaktors für das Diamantgitter (Silicium und Germanium), wird der Braggreflex zweiter Ordnung unterdrückt. In der Messung des Emissionsspektrums mit Ni-Filter wird zusätzlich die Abschwächung der K_{β} -Linie und das „Signal zu Rausch“ Verhältnis für die $K_{\alpha_{1,2}}$ Linien, deren resultierende Energie und Energiebreite bestimmt. Zuletzt sollen die Netzebenenabstände weiterer Einkristalle bestimmt werden, indem der Si(111)-Einkristall durch diese ersetzt wird und die Emissionsspektren aufgenommen werden. Die Resultate werden dann mit Literaturwerten für die Netzebenenabstände verglichen.

2.1.1 Justage

Voraussetzung für diese Messungen ist eine ordentliche Justage der Proben. ...

2.1.2 Emissionsspektrum der Kupferanode

Um das Emissionsspektrum der Kupferanode nach dem Braggischen Verfahren an einem Si(111)-Einkristall zu bestimmen, muss ein Literaturwert für den Netzebenenabstand vorausgesetzt

werden. Der Netzebenenabstand beträgt 3.1356 Å (vgl. [?]). Damit können die Energien der Charakteristischen Strahlung von Kupfer nach der Braggschen Gleichung und dem Zusammenhang zwischen Energie und Wellenlänge aus den Winkeln maximaler Reflexion bestimmt werden:

$$E = \frac{hc}{\lambda} = \frac{hc}{2d_{[nh,nk,nl]}\sin(\Theta)} \quad (1)$$

d soll hierbei aufgrund des vernachlässigbaren Fehlers der Literaturangabe als fehlerlos angenommen werden. Der Fehler für die Energie berechnet sich also aus dem Fehler für den Winkel bei maximaler Reflexion:

$$\Delta E = \left| \frac{\partial E}{\partial \Theta} \Delta \Theta \right| = \left| \frac{E}{\tan \Theta} \Delta \Theta \right| \quad (2)$$

Die zugehörigen Counts können dann am Maximum der angefitteten Gausskurven abgelesen werden:

$$I = \frac{a}{\sqrt{2\pi\sigma^2}} \quad (3)$$

Die Parameter a und σ sowie deren Fehler werden aus dem Fit berechnet. Der Fehler von I ist dann:

$$\Delta I = \sqrt{\left(\frac{\Delta a}{\sqrt{2\pi\sigma^2}} \right)^2 + \left(\frac{a\Delta\sigma}{\sqrt{2\pi\sigma^4}} \right)^2} \quad (4)$$

2.1.3 Bestimmung der Netzebenenabstände von Si(331) und Ge(111)

Um die Netzebenenabstände der Einkristalle Si(331) und Ge(111) zu bestimmen, werden diese in das Diffraktometer eingesetzt. Mit der Braggschen Gleichung werden nach der Aufnahme der Emissionsspektren die Netzebenenabstände bestimmt:

$$d = nd_{[nh,nk,nl]} = \frac{n\lambda}{2\sin \Theta} = \frac{nhc}{2E\sin \Theta} \quad (5)$$

Für den Fehler ergibt sich also:

$$\Delta d = \sqrt{\left(\frac{\partial d}{\partial \Theta} \Delta \Theta \right)^2 + \left(\frac{\partial d}{\partial E} \Delta E \right)^2} = d \sqrt{\left(\frac{\Delta \Theta}{\tan \Theta} \right)^2 + \left(\frac{\Delta E}{E} \right)^2} \quad (6)$$

2.2 Auswertung

Es soll das Röntgenspektrum der Kupferanode bei drei unterschiedlichen Beschleunigungsspannungen und mit einem Ni-Filter, bei möglichst hoher Röntgenspannung untersucht werden. Zum beugen der Röntgenstrahlen wird ein Si(111)-Einkristall verwendet, der Netzebenenabstand liegt bei 3.1356 Å, entnommen von [?]. Gescannt wird ein Winkelbereich von ??° bis ??°, dabei wurden für die Beschleunigungsspannung Werte von

- $U = ??$ und $A = ??$
- $U = ??$ und $A = ??$
- $U = ??$ und $A = ??$

verwendet. Dabei ergeben sich die folgenden Plots.

Es ist deutlich zu erkennen, dass bei steigender Beschleunigungsspannung und Strom die Counts größer werden und so die Peaks deutlich von dem Untergrund zu unterscheiden sind. Um Informationen über den Winkel und die Intensität zu erhalten, werden die Peaks mit der Gaußverteilung gefittet. Die Energie wird nach Gleichung ?? bestimmt, die Counts ergeben sich mit Gleichung ?. Der Fehler wird mit Gleichung ?? bestimmt.

Es ergeben sich die folgenden Ergebnisse:

Tabelle 1: In der Tabelle sind die Messdaten und die daraus bestimmten Energien für die unterschiedlichen Cu-Linien und Ordnungen

Cu-Linie	Ordnung	$2\theta^\circ$	$\Delta 2\theta^\circ$	Counts	ΔCounts	$E_{exp}[\text{eV}]$	$\Delta E_{exp}[\text{eV}]$	$E_{literatur}$
K_β	1							
K_{α_1}	1							
K_{α_2}	1							
K_β	3							
K_{α_1}	3							
K_{α_2}	3							
K_β	4							

3 Pulverdiffraktometrie

Nun soll mit der zuvor verwendeten Methode die Zusammensetzung unbekannter Pulverproben bestimmt werden. Aus den bestimmten Diffraktogrammen soll mittels einer Datenbank die Zusammensetzung bestimmt, so wie die Netzebenenabstände berechnet werden. Graphisch soll auch die Verträglichkeit der gefundenen Kristallstruktur mit dem Diffraktogramm gezeigt werden und die mittlere Kristallgröße ermittelt werden.

3.1 Versuchsdurchführung

Nun soll mit dem Diffraktometer die Zusammensetzung einer unbekannten Pulverprobe bestimmt werden. Mit dem Diffraktometer werden dazu Diffraktogramme erstellt, aus denen mittels einer Datenbank qualitativ die Probenzusammensetzung ermittelt werden kann. Ebenfalls sollen unabhängig von der Auswertung mithilfe der Datenbank einige Netzebenenabstände d aus den Diffraktogrammen bestimmt werden.

4 Fazit