

## GRUNDZÜGE DER KRISTALLOGRAPHIE

### 12. Übung: Röntgenbeugung am Kristallpulver II

Die Braggsche Gleichung lautet:

$$2 \cdot d_{hkl} \cdot \sin(\Theta_{hkl}) = (n \cdot) \lambda \quad n \in \mathbb{N} \quad (1)$$

In dieser Gleichung ist  $\lambda$  bekannt, da es im Experiment vorgegeben wird,  $\Theta$  wird gemessen, so dass  $d$  berechnet werden kann. Im kubischen Fall gilt zusätzlich die Gleichung ("Quadratische Form")

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{1}{a^2} \cdot (h^2 + k^2 + l^2). \quad (2)$$

Aus  $d_{hkl}$  und den Zahlen  $h, k, l$  läßt sich der Gitterparameter  $a$  bestimmen. Setzt man Gleichung (2) in (1) ein, so ergibt sich:

$$\begin{aligned} \sin^2(\Theta_{hkl}) &= \frac{\lambda^2}{4a^2} \cdot \overbrace{(h^2 + k^2 + l^2)}^{= N} \\ &= \frac{\lambda^2}{4a^2} \cdot N \end{aligned} \quad (3)$$

$N$  ist eine Folge von ganzen Zahlen, die entsprechend der im Anhang beigefügten Tabelle für die kubischen Bravaisgitter  $P$ ,  $F$  und  $I$  verschieden ist, da zentrierte Zellen Reflexauslöschungen bedingen.

#### Aufgabe 1:

Bestimmen Sie die Gitterparameter und die Indizierung der beiden kubischen Substanzen (siehe Seite 2). Aus den gegebenen  $2\Theta$ -Reflexpositionen erhalten Sie den Wert von  $\sin^2 \Theta$ . Bestimmen Sie dann, für welche Zahlenfolge  $N$  entsprechend Gleichung (3) sich ein gemeinsamer Faktor  $\lambda^2/4a^2$  ergibt. Vergleichen Sie Ihre Zahlenfolge  $N$  mit den im Anhang angegebenen Zahlenfolgen für die kubischen Bravaisgitter. Bestimmen Sie  $d$ ,  $a$  sowie  $hkl$  aus Gleichung (1) bzw. (2).

*Hinweis:*  $\lambda(\text{Cu}_{K\alpha}) = 1.5418 \text{ \AA}$

### Substanz 1

Nr.	$2\Theta [^\circ]$	I	$\sin^2 \Theta$	$\Delta_{\sin^2 \Theta}$	$N = h^2 + k^2 + l^2$	$\frac{\lambda^2}{4a^2}$	$d$	$hkl$
1	43.0	4622		—				
2	50.1	2114						
3	73.6	917						
4	89.0	783						
5	94.2	224						
6	115.7	141						
7	134.8	409						
8	142.8	367						
$\lambda^2/4a^2 = \quad \Rightarrow \quad a =$								

### Substanz 2

Nr.	$2\Theta [^\circ]$	I	$\sin^2 \Theta$	$\Delta_{\sin^2 \Theta}$	$N = h^2 + k^2 + l^2$	$\frac{\lambda^2}{4a^2}$	$d$	$hkl$
1	27.3	1051		—				
2	31.5	8109						
3	45.3	4452						
4	53.7	164						
5	56.2	1212						
6	65.8	481						
7	72.2	87						
8	74.8	892						
$\lambda^2/4a^2 = \quad \Rightarrow \quad a =$								

### Aufgabe 2:

Um welche Substanzen handelt es sich? Verwenden Sie hierzu die im Anhang gegebenen ASTM-Karteikarten. Dabei werden die  $d$ -Werte der drei stärksten Reflexe aus Aufgabe 1 mit den  $d$ -Werten in den gegebenen Karten verglichen.

**Aufgabe 3:**

Welche Struktur haben die Substanzen?

**Aufgabe 4:**

Welche Abstände haben die benachbarten Atome in den jeweils vorliegenden Strukturen? Benutzen Sie hierzu den Gitterparameter, der in Aufgabe 1 bestimmt wurde.

**Aufgabe 5:**

Berechnen Sie mit Hilfe der Angaben auf der passenden ASTM-Karteikarte die molare Masse  $M$ .

*Hinweis:* Benutzen Sie die mit  $D_x$  in der Karte angegebene Dichte in  $\frac{g}{cm^3}$  und den Gitterparameter  $a$ .

# Anhang:

Gittertyp	Beobachtete Reflexe	Ausgelöschte Reflexe
P	$h, k, l$ beliebig	keine
I	$h + k + l = 2n$	$h + k + l = 2n + 1$
F	$h + k = 2n, k + l = 2n, h + l = 2n$ bzw. $h, k, l$ alle gerade oder alle ungerade	$h + k = 2n + 1$ & $k + l = 2n + 1$ & $h + l = 2n + 1$
A	$k + l = 2n$	$k + l = 2n + 1$
B	$h + l = 2n$	$h + l = 2n + 1$
C	$h + k = 2n$	$h + k = 2n + 1$
R	$-h + k + l = 3n$ (obverse Aufstellung) $h - k + l = 3n$ (reverse Aufstellung)	

Anhang A1: Integrale Auslöschungsbedingungen

N	Cubic $N = h^2 + k^2 + l^2$		
	P	F	I
	hkl	hkl	hkl
1	100		
2	110		110
3	111	111	
4	200	200	200
5	210		
6	211		211
7			
8	220	220	220
9	300		
9	221		
10	310		310
11	311	311	
12	222	222	222
13	320		
14	321		321
15			
16	400	400	400
17	410		
17	322		
18	411		411
18	330		
19	331	331	
20	420	420	420
21	421		
22	332		332
23			
24	422	422	422
25	500		
25	430		
26	510		510
26	431		431
27	511	511	
27	333	333	
28			
29	520		
29	432		
30	521		521
31			
32	440	440	440
33	522		
33	441		

Anhang A2: Erlaubte (nicht ausgelöschte) Reflextripel  $hkl$  für die kubischen Bravaisgitter  $P$ ,  $I$  und  $F$ .

# 4-0836 MAJOR CORRECTION

★

d 4-0846	2.09	1.81	1.28	2.088	Cu					
I/I <sub>1</sub> 4-0836	100	46	20	100						

<p>Rad. CuKα<sub>1</sub>      λ 1.5405      Filter Ni</p> <p>Dia.      Cut off      Coll.</p> <p>I/I<sub>1</sub> G. C. DIFFRACTOMETER      d corr. abs.?</p> <p>Ref. SWANSON AND TATGE, JC FEL. REPORTS, NBS (1949)</p> <hr/> <p>Sys. CUBIC      S.G. O<sub>H</sub><sup>6</sup> - Fm<math>\bar{3}</math>m</p> <p>a 3.6150    b      c      A      C</p> <p>α      β      γ      Z 4</p> <p>Ref. IBID.</p> <hr/> <p>±α      nαβ      ±γ      Sign</p> <p>2V      D<sub>x</sub> 8.936 mp      Color</p> <p>Ref. IBID.</p> <hr/> <p>JOHNSON AND MATTHEY-SPEC. SAMPLE, ANNEALED AT 700°C IN VACUUM.</p> <p>AT 26°C</p> <p>TO REPLACE 1-1241, 1-1242, 2-1225, 3-1005, 3-1015, 3-1018</p>	d Å	I/I <sub>1</sub>	hkl	d Å	I/I <sub>1</sub>	hkl
	2.088	100	111			
	1.808	46	200			
	1.278	20	220			
	1.0900	17	311			
	1.0436	5	222			
	0.9038	3	400			
	.8293	9	331			
	.8083	8	420			

1691

# 5-0628 MINOR CORRECTION

d	2.82	1.99	1.63	3.258	NaCl					
I/I <sub>1</sub>	100	55	15	13	SODIUM CHLORIDE (HALITE)					
Rad. CuKα λ 1.5405 Filter Ni Dia. Cut off Coll. I/I <sub>1</sub> G. C. DIFFRACTOMETER d corr. abs.? Ref. SWANSON AND FUYAT, NBS CIRCULAR 539, Vol. II, 41 (1953)					d Å	I/I <sub>1</sub>	hkl	d Å	I/I <sub>1</sub>	hkl
Sys. CUBIC S.G. O <sub>H</sub> <sup>6</sup> - Fm3m a 5.6402 b c A C α β γ Z 4 Ref. IBID.					3.258	13	111			
					2.821	100	200			
					1.994	55	220			
					1.701	2	311			
					1.628	15	222			
					1.410	6	400			
					1.294	1	331			
					1.261	11	420			
					1.1515	7	422			
					1.0855	1	511			
±α nαβ 1.542 γ Sign 2V D <sub>x</sub> 2.164 mp Color COLORLESS Ref. IBID.					0.9969	2	440			
					.9533	1	531			
					.9401	3	600			
					.8917	4	620			
AN ACS REAGENT GRADE SAMPLE RECRYSTALLIZED TWICE FROM HYDROCHLORIC ACID. X-RAY PATTERN AT 26°C.					.8601	1	533			
					.8503	3	622			
					.8141	2	444			
REPLACES 1-0993, 1-0994, 2-0818										

2003