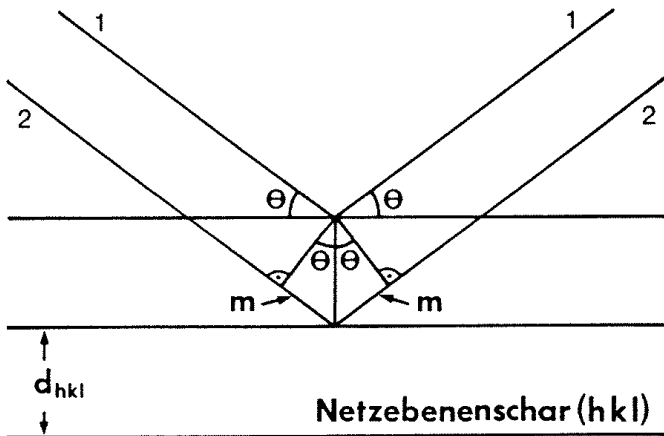


GRUNDZÜGE DER KRISTALLOGRAPHIE

Lösung zur 11. Übung: Röntgenbeugung am Kristallpulver I

Aufgabe 1:



2θ : Beugungswinkel

θ : Glanzwinkel

d_{hkl} : Netzebenenabstand einer Ebenen-schar mit den Miller-Indizes hkl

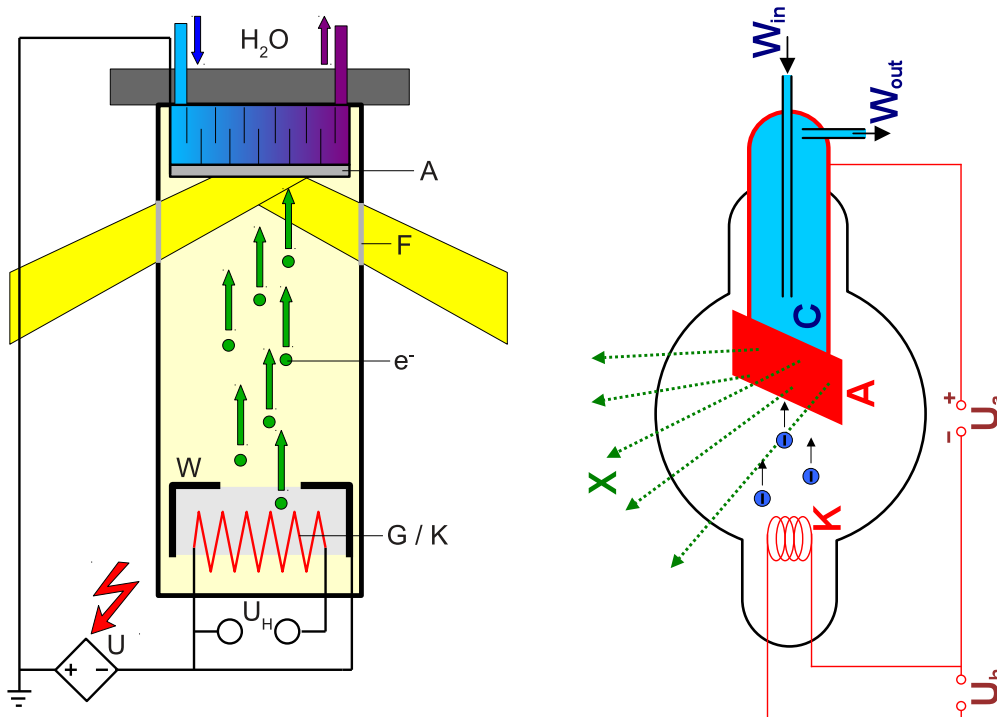
$2m$: Gangunterschied zwischen Strahl 1 und Strahl 2:

$$2m = 2 \cdot d_{hkl} \cdot \sin(\theta)$$

Die gebeugten Strahlen 1 und 2 sind nur dann in Phase, d.h. verstärken sich zu einem Maximum, wenn der Gangunterschied ein ganzzahliges Vielfaches der Wellenlänge λ ist \Rightarrow Braggsche Gleichung: $2 \cdot d_{hkl} \cdot \sin(\theta_{hkl}) = (n \cdot) \lambda \quad n \in \mathbb{N}, \quad n: \text{Beugungsordnung}$

Aufgabe 2:

Die übliche Methode zur Erzeugung von Röntgenstrahlung ist die Verwendung einer Röntgenröhre, wie sie hier skizziert ist:

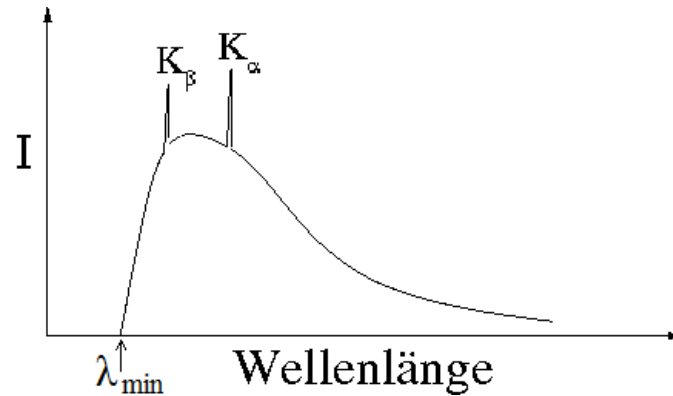


In einer solchen Röntgenröhre treten per Glühemission Elektronen aus einer mit der Spannung U_H geheizten Glühwendel oder Glühkathode (G/K, meist aus Wolfram) aus und werden danach durch eine entsprechende Hochspannung zwischen Glühkathode (G/K) und Metallanode (A) auf eine Energie von einigen 10 keV beschleunigt. Die Energie E der beschleunigten Elektronen ist dabei direkt über die Elementarladung e proportional zur angelegten Beschleunigungsspannung U : $E = e \cdot U$. Innerhalb des Glaskörpers der Röhre herrscht Vakuum.

Durch das elektrostatische Feld des Wehnelt-Zylinders (W) wird der Elektronenstrahl üblicherweise auf eine etwa rechteckige Form von $10 \text{ mm} \times 1 \text{ mm}$ fokussiert. Beim Auftreffen der Elektronen auf die Metallanode schlagen sie Rumpfelektronen des Anodenmaterials aus dem Atom heraus oder regen diese zumindest in energetisch höhere Zustände an. Diese Rumpfelektronen hinterlassen entsprechend ein Loch in einer niedrigen Elektronenschale, welches anschließend von Elektronen höherer Schalen im Mittel nach einer Lebensdauer τ des Loches wieder besetzt wird. Dabei geben die aus höheren Schalen nachrückenden Elektronen die Energiedifferenz ΔE zwischen beiden Niveaus als Röntgenquant ab: $E = h \cdot \nu = h \cdot \frac{c}{\lambda} = \Delta E$.

Hierbei ist h das Planck'sche Wirkungsquantum, c die Lichtgeschwindigkeit und ν die Frequenz der ausgesandten elektromagnetischen Welle.

Neben dieser, vom Anodenmaterial abhängigen, *charakteristischen Strahlung* entsteht zusätzlich die sogenannte *Bremsstrahlung*. Sie besteht aus einem kontinuierlichen Wellenlängenspektrum von einer minimalen Wellenlänge ausgehend (maximale Energie) hin zu langen Wellenlängen. Die Überlagerung beider Strahlungen ergibt somit das in der folgenden Abbildung idealisiert skizzierte Emissionsspektrum einer Röntgenröhre:



Man erkennt deutlich die minimale Wellenlänge λ_{min} , die sich wie folgt mit Hilfe von obigen Gleichungen aus der Beschleunigungsspannung U berechnen lässt: $\lambda_{min} = \frac{h \cdot c}{e \cdot U}$. Des Weiteren sieht man für ausreichend hohe Beschleunigungsspannungen auf dem Rücken des "Bremsbergs" die scharfen Linien der charakteristischen Strahlung. Für geringere Beschleunigungsspannungen reicht die Energie der auftreffenden Elektronen nicht aus, um Rumpfelektronen des Anodenmaterials herauszuschlagen und dadurch die charakteristischen intraatomaren Elektronenübergänge des Anodenmaterials zu ermöglichen. Die Breite der charakteristischen Linien hängt insbesondere von der Lebensdauer τ des angeregten Zustands ab. Die Nomenklatur der charakteristischen Linien erfolgt dabei folgendermaßen: Zunächst steht das Elementsymbol des zugehörigen Atoms gefolgt vom Buchstaben der Schale, in die das Elektron zurückfällt (z. B. K , wenn in der K-Schale ein Loch durch ein Elektron einer höheren Schale besetzt wird). Als Index wird dann mit griechischen Buchstaben abgezählt, aus einer wie viel höheren Schale das Elektron nachgerückt ist. Fällt also z. B. ein Elektron aus der L-Schale in die K-Schale, so sendet es dabei K_α -Strahlung aus, da die L-Schale im Vergleich zur K-Schale energetisch um eins höher liegt. Für den Fall eines Übergangs von der M-Schale in die K-Schale erhält man entsprechend K_β -Strahlung. Die Röntgenstrahlung tritt schließlich durch die Röhrenfenster (F, üblicherweise aus Beryllium) aus der Röntgenröhre als divergenter Strahl heraus. Das rasche Abflachen des Bremsbergs für lange Wellenlängen ist in der zunehmenden Absorption und Streuung von langwelliger Röntgenstrahlung an Molekülen der Umgebungsluft im Strahlengang begründet.

Aufgabe 3:

a)

$$Q_{hkl}^{tetragonal} = \frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2}$$

b) Raumgruppe $P_{\frac{4}{m}} \Rightarrow$ tetragonales Kristallsystem $\Rightarrow a = b, c, \alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$

$$\text{aus } d_{100} = 9.4128 \text{ \AA} \Rightarrow a = 9.4128 \text{ \AA}, \text{ da } \frac{1}{d_{100}^2} = \frac{1^2}{a^2}$$

mit $a = 9.4128 \text{ \AA}$ und $d_{101} = 3.1445 \text{ \AA}$

$$\begin{aligned} \Rightarrow \frac{1}{(3.1445 \text{ \AA})^2} &= \frac{1^2}{(9.4128 \text{ \AA})^2} + \frac{1^2}{c^2} \\ \Rightarrow c &= \sqrt{\frac{1}{\frac{1}{(3.1445)^2} - \frac{1}{(9.4128)^2}} \text{ \AA}} \\ \Rightarrow c &= 3.3362 \text{ \AA} \end{aligned}$$

c) Man berechnet den d-Wert des Reflexes:

$$\begin{aligned} 2\Theta &= 24^\circ \Rightarrow \Theta = 12^\circ \\ d &= \frac{\lambda}{2 \sin \Theta} = \frac{1.5406 \text{ \AA}}{2 \sin(12^\circ)} = 3.7049 \text{ \AA} \end{aligned}$$

Da der Wert größer als $3.3362 \text{ \AA} = |\vec{c}|$ ist, müsste die l -Komponente des Reflexes 0 sein, da selbst 001 einen zu kleinen d-Wert liefert. Es kommen also nur $hk0$ -Reflexe in Frage. Der d-Wert des zusätzlichen Reflexes liegt aber zwischen d_{210} und d_{220} , zwischen denen es jedoch keinen weiteren möglichen Reflex geben kann, da h und k ganzzahlig sein müssen.

\Rightarrow Fremdphase. Der Reflex kann der Gleichung $\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{h^2+k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2}$ nicht genügen.

Aufgabe 4:

Das 2. Pulverdiffraktogramm ist das von FeSi_2 , da der stärkste Reflex bei $\approx 49^\circ$ liegt, der zweitstärkste Reflex etwa 60% der Intensität des stärksten Reflexes hat und bei $\approx 37.5^\circ$ liegt und der drittstärkste Reflex etwa 50% der Intensität des stärksten Reflexes hat und bei $\approx 48^\circ$ liegt. Die beiden anderen Diffraktogramme erfüllen diese Bedingungen nicht.