

Versuch 41

## Debye-Scherrer-Aufnahmen

Kevin Schmidt  
kevin3.schmidt@tu-dortmund.de

Simone Mender  
simone.mender@tu-dortmund.de

Durchführung: 31.10.2016

1. Abgabe: xx.11.2016

TU Dortmund – Fakultät Physik

## **Inhaltsverzeichnis**

0.1	Debye-Scherrer-Verfahren . . . . .	3
0.2	Charackertika der Röntgenröhre . . . . .	3
<b>1</b>	<b>Durchführung und Versuchsaufbau</b>	<b>3</b>

## 0.1 Debye-Scherrer-Verfahren

Wird eine kristalline Probe mit monochromatischem Röntgenlicht bestrahlt, kann anhand des Beugungsmusters eine Aussage über die Gitterstruktur getroffen werden. Die Röntgenstrahlung wird an den Verschiedenen Netzebenen um den Beugungswinkel  $\theta$  gestreut. Bei unterschiedlichen Gitterstrukturen löschen sich die Streuamplituden bestimmter Netzebenen aus. Dadurch kann Aufschluss über die Kristallstruktur gewonnen werden. Da Reflexionen nur auftreten, wenn der Bragg-Winkel getroffen wird, wird die zu untersuchende Probe zerkleinert. Dies ermöglicht eine statistische Verteilung der Ausrichtungen der Kristalle, wodurch die Bragg-Reflexionen ermöglicht werden.

Beim Debye-Scherrer-Verfahren können unterschiedliche systematische Fehler auftreten. Da die Beugung nur an einem schmalen Streifen der Probe stattfindet, werden die Winkel zu groß gemessen. Dieser Fehler ist vor allem bei kleinen Winkel ausschlaggebend. Um die Gitterkonstante richtig bestimmen zu können, wird der Korrekturfaktor

$$\frac{\Delta a_A}{a} = \frac{\rho}{2R} \left(1 - \frac{R}{F}\right) \frac{\cos^2(\theta)}{\theta} \quad (1)$$

eingeführt. Dabei ist  $\rho$  der Probenradius,  $R$  der Kameraradius und  $F$  der Abstand vom Fokus zur Probe. Bei großen Winkel tritt ein weiterer systematischer Fehler auf. Die Probenachse liegt nicht genau auf der Achse des Films was zur Verschiebung der Strahlen führt. Aus diesem Grund wird eine weitere Korrektur, welche explizit

$$\frac{\Delta a_V}{a} = \frac{V}{R} \cos^2(\theta) \quad (2)$$

dargestellt werden kann, zur Bestimmung der Gitterkonstante verwendet. Um beide Korrekturen zu berücksichtigen wird der Ausdruck

$$\Delta a_{\text{ges}} = \Delta a_V + \Delta a_A \quad (3)$$

gebildet, welcher proportional zu  $\cos^2$  ist. Durch das Auftragen der berechneten Gitterkonstanten gegen  $\cos^2$  kann mit Hilfe einer linearen Ausgleichsrechnung die beste Gitterkonstante bestimmt werden, da sich ein linearer Zusammenhang zwischen  $a(\theta)$  und  $\cos^2(\theta)$  zeigt.

## 0.2 Charakteristika der Röntgenröhre

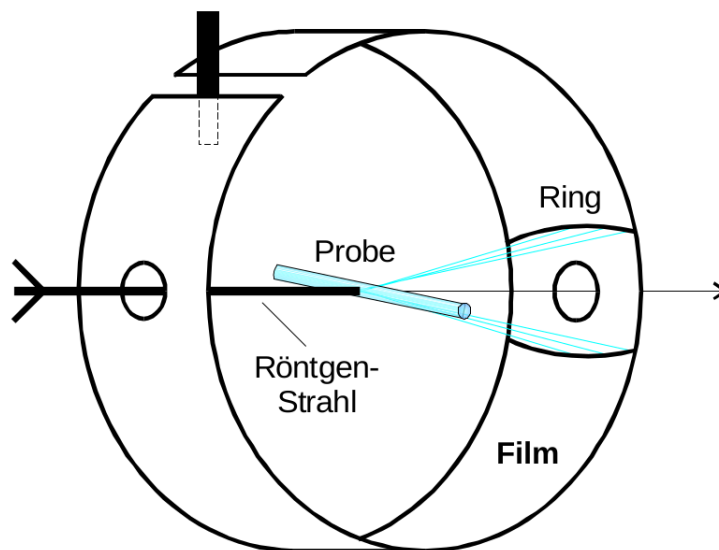
In der Röntgenröhre entsteht sowohl  $K_\alpha$ -Strahlung, als auch  $K_\beta$ -Strahlung. Da die  $K_\beta$ -Strahlung für den Versuch nicht verwendet werden soll, wird diese mit Hilfe eines Filters entfernt. Die Anwendung des Filters führt dazu, dass die  $K_\alpha$ -Strahlung in die  $K_{\alpha_1}$ -Linie und in die  $K_{\alpha_2}$ -Linie unterteilt wird, welche sich jedoch nicht mehr voneinander trennen lassen. Dies führt bei hohen Reflexionswinkeln zu einer Ringaufspaltung, die bei der Auswertung des Beugungsmusters berücksichtigt werden muss.

## 1 Durchführung und Versuchsaufbau

Damit die Kristallstruktur der zu untersuchenden Probe bestimmt werden kann, soll diese mit Röntgenstrahlung bestrahlt werden. Es ist zu beachten, dass vor Beginn der Messung die Probe richtig präpariert wird. Dazu wird diese mit Hilfe eines Mörsers zerkleinert und anschließend in einen vorgefetteten Zylinder gefüllt. Dadurch sind die Ausrichtungen der Kristalline statistisch verteilt und es ist gewährleistet, dass Bragg-Reflexionen in allen Richtungen auftreten. Anschließend kann die Probe im Versuchsaufbau platziert werden. Ein Elektromotor dreht die Probe während der Messung, damit auch bei grobkörnigen Probenmaterial die Kristalline verteilt sind.

Die Bragg-Reflexe sollen mit Hilfe eines Fotofilms detektiert werden. Aus diesem Grund wird ein Filmstreifen ringförmig um die Probe befestigt. Der Filmstreifen besitzt zwei Öffnungen für den Röntgenstrahl. Diese Öffnungen liegen so, dass der Röntgenstrahl sie ohne Reflexion durchläuft und sie markieren gleichzeitig die  $180^\circ$  Ebene. Die Röntgenstrahlung wird durch eine Kupferanode erzeugt. Wenn diese auf die Probe trifft, wird sie mit dem Öffnungswinkel  $2\theta$  gestreut. Das Beugungsmuster kann anschließend auf dem Filmstreifen sichtbar gemacht werden. Eine Darstellung des Versuchsaufbaus ist in Abbildung 1 dargestellt.

Die Messung wird für zwei verschiedene Proben durchgeführt. Um die Bragg-Reflexionen auf dem Film möglichst genau auswerten zu können, werden die Proben jeweils 3 Stunden lang bestrahlt.



**Abbildung 1:** Versuchsaufbau zur Kristallstrukturbestimmung mit Hilfe des Debye-Scherrer-Verfahrens. In der Abbildung wird die Filmmethode dargestellt. Die Röntgenstrahlen werden an der zylindrischen Probe gebeugt. Das Beugungsmuster kann anschließend auf dem Filmstreifen sichtbar gemacht werden.