

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

1	Theoretische Beschreibung von Kristallstrukturen	3
1.1	Kubische Kristallstrukturen	3
1.2	Gitterebenen	3
1.3	Beugung von Röntgenstrahlen an Kristallen	4
1.4	Debye-Scherrer-Verfahren	5
1.5	Charakteristika der Röntgenröhre	6
2	Durchführung und Versuchsaufbau	6
	Literatur	7

1 Theoretische Beschreibung von Kristallstrukturen

Durch das Debye-Scherrer-Verfahren soll die Kristallstruktur zweier Proben bestimmt werden. Dazu wird zunächst allgemein auf die theoretische Beschreibung von Kristallstrukturen eingegangen.

Eine Kristallstruktur lässt sich durch ein Punktgitter beschreiben. Ein einzelner Gitterpunkt besteht aus einem einzelnen Atom oder einer Atomgruppe. Dieses Atom oder diese Atomgruppe wird als Basis bezeichnet. Das Gitter beschreibt die periodische Anordnung der Atome im Kristall. Diese Anordnung lässt sich durch die Basisvektoren \vec{a}_i ($i = 1, 2, 3$) beschreiben. Durch Linearkombinationen dieser Vektoren lässt sich jeder Gitterpunkt von einer beliebigen Basis aus erreichen.

Das von den Vektoren aufgespannte Volumen heißt Elementarzelle. Befindet sich in dieser Elementarzelle nur ein Gitterpunkt ist die Elementarzelle primitiv. Betrachtet man nur die Symmetrieeigenschaften der Kristallstrukturen gibt es 14 unterschiedliche Gittertypen, die Bravais-Gitter genannt werden.

Im folgenden Unterkapitel 1.1 wird genauer auf die kubischen Kristallstrukturen eingegangen. Zudem wird im Unterkapitel 1.2 auf die Kennzeichnung von Netzebenen durch Millersche Indizes sowie auf die Berechnung von Abständen zwischen den Netzebenen eingegangen. Da mithilfe von Beugung von Röntgenstrahlen an Kristallgittern auf die Struktur dieser Kristallgitter rückgeschlossen werden kann, wird im Unterkapitel 1.3 auf die theoretische Beschreibung dieser Methode eingegangen.

1.1 Kubische Kristallstrukturen

Das kubische Kristallgitter ist das Bravais Gitter, welches in der Natur am häufigsten vorkommt. Das kubisch-primitive Gitter besteht aus einer Würfelstruktur, wobei sich an jedem Eckpunkt des Würfels ein Gitterpunkt befindet. Enthält die Gitterzelle zusätzlich einen Gitterpunkt zentriert in der Mitte des Würfels, heißt die Gitterstruktur kubisch-raumzentriert. Wenn sich stattdessen neben den Eckatomen jeweils ein zusätzlicher Gitterpunkt in der Mitte jeder Würfelfläche befindet, wird die Struktur kubisch-flächenzentriert genannt.

Einige wichtige Kristallstrukturen, wie beispielsweise die Dimant- oder die Fluorid-Struktur, setzen sich aus kubisch-flächenzentrierten Strukturen zusammen. noch was ergänzen?

1.2 Gitterebenen

Als Gitterebene wird eine Ebene bezeichnet die durch die Gitterpunkte des Kristallstruktur aufgespannt wird. Aufgrund der Symmetrie des Kristalls gehört zu jeder Netzebene eine Netzebenenscharr. Alle Netzebenen einer Netzebenenscharr sind parallel zueinander und äquidistant. Die Lage einer Netzebenenscharr im Raum wird durch die Millerschen Indizes (hkl) festgelegt. Für die Berechnung der Millerschen Indizes wird das Reziproke der Achsenabschnitte der entsprechenden Ebene mit einem beliebigen Faktor ganzzah-

lig gemacht. Zwischen zweier benachbarten Netzebenen der gleichen Netzebenenschar befindet sich der Abstand

$$d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}, \quad (1)$$

wobei a der Betrag der Basisvektoren ist.

1.3 Beugung von Röntgenstrahlen an Kristallen

Mit Röntgenstrahlung bezeichnet man elektromagnetische Wellen mit Energien zwischen 5 keV und einigen hundert keV. Die Wechselwirkung von Röntgenstrahlung mit den Atomen eines Kristalls kann durch einen klassischen Streuprozess beschrieben werden. Da sowohl die Elektronen als auch die Atomkerne der Gitteratome durch das elektrische Wechselfeld angeregt werden, beginnen sie selbst zu schwingen und elektrische Strahlung zu emittieren. Da sich die Gitteratome in einer räumlichen Symmetrie zueinander befinden, kann diese emittierte Strahlung miteinander interferieren. Damit die Streuwinkel gut messbar sind, sollte sich die Wellenlänge der Röntgenstrahlung in der Größenordnung Å befinden.

Die von der Röntgenstrahlung angeregten Teilchen können als Hertzscher Dipol aufgefasst werden. Daher beträgt die Intensität der emittierten Strahlung

$$I_e(r, \theta) = I_0 \left(\frac{\mu_0 q^2}{4\pi m} \right)^2 \frac{1 + \cos^2(2\theta)}{2r^2}. \quad (2)$$

Dabei ist I_0 die Intensität des einfallenden Strahles, r die Distanz zum Dipol, μ_0 die magnetische Feldkonstante¹, 2θ der Winkel zwischen einfallendem und gestreutem Strahl, q die Ladung und m die Masse des schwingenden Teilchens. Da die Intensität antiproportional zur Masse des schwingenden Teilchens ist, ist die Emission der Atomkerne vernachlässigbar gegenüber der Emission der Elektronen. Da die Ausdehnung der Elektronenhülle aufgrund der überharten Röntgenstrahlung nicht vernachlässigbar ist, kommt es zu einem Phasenunterschied $\Delta\varphi$ zwischen den Intensitäten der Strahlung durch die einzelnen Elektronen. Durch diesen Phasenunterschied unterscheidet sich die Streuintensität I_a eines Atoms mit der Kernladungszahl z von der über die Formel 2 berechneten Streuintensität I_e . Das Verhältnis

$$\frac{I_a}{I_e} = f^2 \quad (3)$$

dieser Intensitäten ist gleich dem Quadrat des Formfaktors f . Dieser Faktor berechnet sich durch die Fourier-Transformation der Ladungsverteilung $\rho(\vec{r})$ der Elektronen:

$$f = \int_{\text{Hülle}} \exp(i\Delta\varphi) \rho(\vec{r}) d^3r. \quad (4)$$

¹ $\mu_0 = 1,2566 \cdot 10^{-6} \text{ N/A}^2$

Durch geometrische Überlegungen, welche in Abbildung 1 dargestellt sind, wird deutlich, dass der Phasenunterschied

$$\Delta\varphi = 2\pi \frac{\Delta s}{\lambda} = 2\pi \frac{s_1 + s_2}{\lambda} = 2\pi \vec{r} \cdot (\vec{k} - \vec{k}_0) \quad (5)$$

beträgt.

1.4 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 θ 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

$$\frac{\Delta a_A}{a} = \frac{\rho}{2R} \left(1 - \frac{R}{F}\right) \frac{\cos^2(\theta)}{\theta} \quad (6)$$

eingeführt. Dabei ist ρ 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

$$\frac{\Delta a_V}{a} = \frac{V}{R} \cos^2(\theta) \quad (7)$$

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

$$\Delta a_{\text{ges}} = \Delta a_V + \Delta a_A \quad (8)$$

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

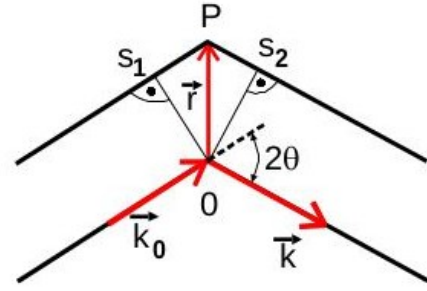


Abbildung 1: Geometrische Überlegung zur Berechnung des Phasenunterschiedes $\Delta\varphi$ zweier Wellen die an den Punkten O und P gestreut werden. Abbildung entnommen aus [1].

1.5 Charakteristika der Röntgenröhre

In der Röntgenröhre entsteht sowohl K_α -Strahlung, als auch K_β -Strahlung. Da die K_β -Strahlung für den Versuch nicht verwendet werden soll, wird diese mit Hilfe eines Filters entfernt. Die Anwendung des Filters führt dazu, dass die K_α -Strahlung in die K_{α_1} -Linie und in die K_{α_2} -Linie unterteilt wird, welche sich jedoch nicht mehr von einander trennen lassen. Dies führt bei hohen Reflexionswinkeln zu einer Ringaufspaltung, die bei der Auswertung des Beugungsmusters berücksichtigt werden muss.

2 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° Ebene. Die Röntgenstrahlung wird durch eine Kupferanode erzeugt. Wenn diese auf die Probe trifft, wird sie mit dem Öffnungswinkel 2θ gestreut. Das Beugungsmuster kann anschließend auf dem Filmstreifen sichtbar gemacht werden. Eine Darstellung des Versuchsaufbaus ist in Abbildung 2 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.

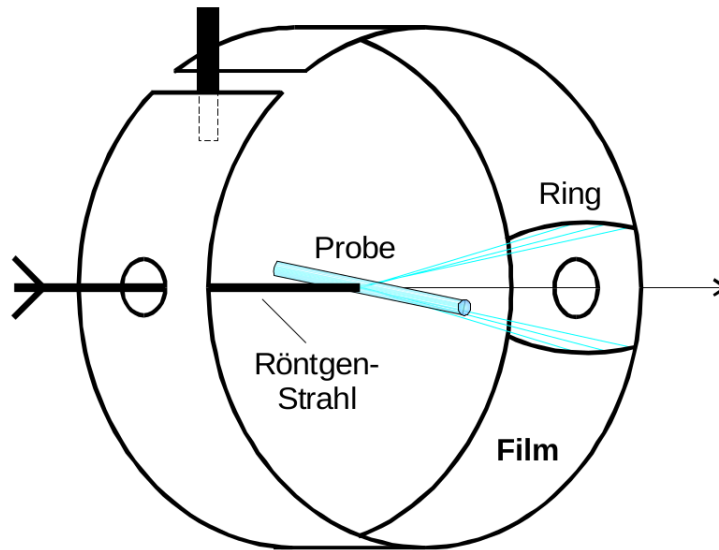


Abbildung 2: Versuchsaufbau zur Kristallstrukturbestimmung mit Hilfe des Debye-Scherrer-Verfahrens. In der Abbildung wird die Filmmethode dargestellt. Die Röntgenstrahlen werden an der zylindrischen Probe gebeugt. <- das stimmt nicht :D Das Beugungsmuster kann anschließend auf dem Filmstreifen sichtbar gemacht werden. Abbildung entnommen aus [1].

Literatur

- [1] TU Dortmund. *Debye-Scherrer-Aufnahmen*. URL: http://129.217.224.2/HOMEPAGE/Anleitung_FPMA.html (besucht am 18.10.2016).