Gruppe 10
Sandra Altmannshofer, Bernd Neumann

02.02.2000

Versuchsprotokoll

Versuch 24 (Röntgenbeugung)

1. Aufgabenstellung

An drei verschieden geschnittenen NaCl-Einkristallen wurde die Intensität von, durch Bragg-Reflexion gebeugten, Röntgenstrahlen in Abhängigkeit vom Beobachtungswinkel aufgezeichnet. Aus diesen Daten wurde das Bravais-Gitter von NaCl und dessen Gitterkonstante bestimmt.

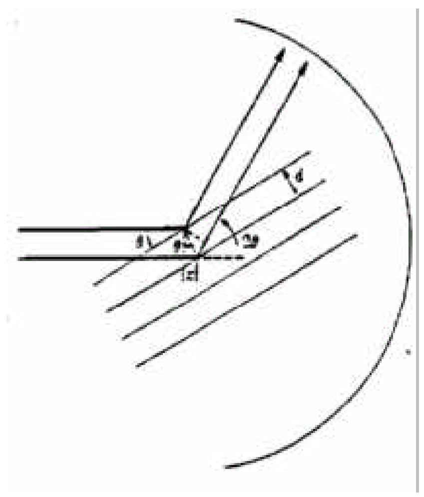
2. Theoretische Grundlagen

Da die Wellenlänge von Röntgenstrahlung in etwa den Atomabständen in Salzen und Metallen entspricht, können an diesen Interferenzerscheinungen beobachtet werden. Hierbei dienen die als Punkte angenommenen Atome als dreidimensionales Interferenzgitter. Für die auftretenden Maxima gilt die Bragg-Bedingung:

$$n\lambda = 2d\sin\theta$$

was bedeutet, daß bei einfallender monochromatischer Röntgenstrahlung und einem Schichtabstand d nur unter bestimmten Ein- und Ausfallwinkeln θ Maxima beobachtet werden (s. Skizze)

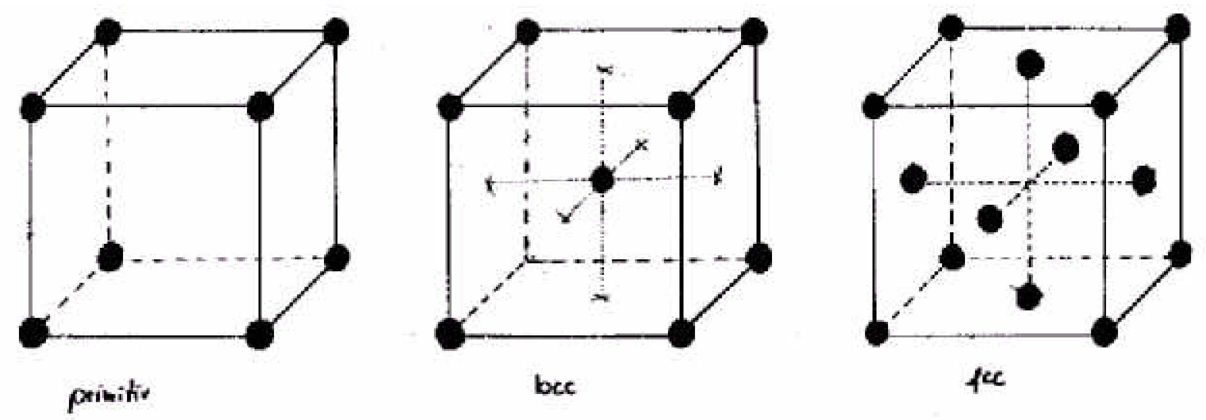
Als reflektierende Schicht kann in einem Kristall hierbei jede mögliche Ebene des Gitters dienen. Parallele Schichten bilden eine Ebenenschar, welche unter demselben „Glanzwinkel“ reflektiert. Diese Ebenenscharen werden durch die Miller´schen Indizes (hkl) (Schnittpunkte der Ebenen mit den Koordinatenachsen im reziproken Raum) beschrieben. Ist die Indizierung der einzelnen Reflexe bekannt, ergibt sich für die Glanzwinkel bei einer kubischen Elementarzelle mit der Länge der Würfelkante a:



$$\sin^2 q = \frac{n^2 l^2}{4a^2}\left(h^2 + k^2 + l^2\right)$$

Auch für andere Systeme kann eine Funktion für die Glanzwinkel und die Elementarzellenkanten (a,b,c) angegeben werden (⇒ Atkins, Physikalische Chemie, 681ff.).
Hierbei ergibt sich aber das Problem, daß drei verschiedene kubische Bravais-Gitter existieren, die Struktur des NaCl also nur durch die Länge der Elementarzelle nicht vollständig beschrieben ist.
Es ergeben sich aber für die einzelnen Bravais-Gitter systematische Auslöschungen bestimmter Reflexe; beim bcc-Gitter z.B. die (100)-Reflexe, da die (000)-Atomschichten Reflexe erzeugen, welche mit denen der (½½½)-Atomlagen mit einem Gangunterschied von $\lambda/2$ interferieren und sich somit auslöschen. Es bleiben bei den einzelnen Bravais-Gittern bei Berücksichtigung dieser Auslöschungen folgende Reflexe übrig:

$h^2+k^2+l^2$	*1*	*2*	*3*	*4*	*5*	*6*	*8*	*9*	*10*	*11*	*12*
hkl	100	110	111	200	210	211	220	300 221	310	311	222
Primitiv	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•
BCC		•		•		•	•		•		•
FCC			•	•			•			•	•



3. Versuchsaufbau

In einer Röntgenröhre treffen 30keV-Elektronen auf eine Kupferanode. Es treten im Wesentlichen die Übergänge L→K (Kα: 154pm/8,06keV) und M→K (Kβ: 138pm/9,00keV) auf, die Bremsstrahlung ist im Vergleich dazu gering. Die Strahlung tritt durch einen Spalt aus, trifft unter dem Winkel θ auf den NaCl-Kristall und wird reflektiert. Die bei bestimmten 2θ-Werten auftretenden Bragg-Maxima werden mit einem Zählrohr registriert, in Spannungsimpulse umgewandelt und als y-Ablenkung auf einem xy-Schreiber ausgegeben. Der x-Vorlauf des Schreibers erfolgt mit den 2θ-Winkeln, was dadurch realisiert wird, daß der auf Zeitablenkung (20sec/cm) gestellte Schlitten (über eine Schnur) den Meßarm langsam über die 2θ-Winkel dreht während der Kristall simultan um θ gegen die einfallende Röntgenstrahlung gedreht wird.

4. Versuchsdurchführung /Auswertung

Mit drei entlang bestimmter Ebenenscharen geschnittenen NaCl-Einkristallen wird die Intensität der reflektierten Röntgenstrahlung über Winkel von $2\theta = 15\text{-}120°$ aufgezeichnet. Es treten bevorzugt die den (Vielfachen der) Schnittebenen entsprechenden Reflexe auf (jeweils als Doppelimpuls wegen K_α und K_β). Die y-Ablenkung wird jeweils manuell auf den höchsten vorkommenden Peak ausgelegt. Während der Messung werden für bestimmte Winkel (40°,80°,120°) durch Umschalten des y-Meßbereichs Peaks erzeugt mit deren Hilfe die y-Skala geeicht werden kann (1cm: 3,77°). Es ergeben sich für die verwendeten Einkristalle (100/gelb; 110/blau; 111/rot) Peaks bei folgenden Winkeln und dazugehörigen Indizierungen.

2q(Ka)	2q(Kb)	Schnitt	hkl	(h²+k²+l²)	a(Ka)	a(Kb)
27,17	-	111 (rot)	111	3	5,68 Å	-
31,51	28,49	100 (gelb)	200	4	5,67 Å	5,61 Å
45,09	-	110 (blau)	220	8	5,68 Å	-
56,23	50,38	111 (rot)	222	12	5,66 Å	5,61 Å
66,23	59,25	100 (gelb)	400	16	5,64 Å	5,58 Å
100,38	87,92	110 (blau)	440	32	5,67 Å	5,62 Å
110,19	-	100 (gelb)	600	36	5,63 Å	-

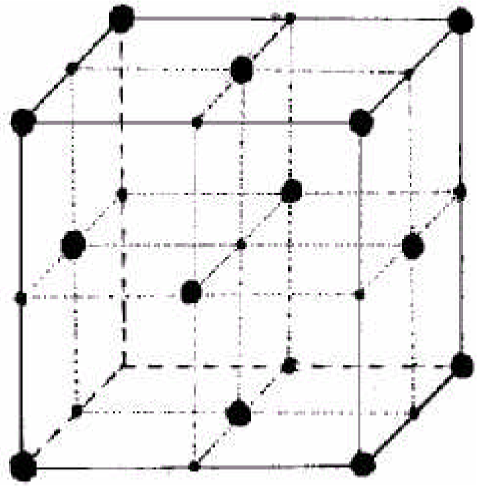
Die fehlenden Peaks zeigen, daß das Natriumchlorid in einem kubisch flächenzentrierten (fcc; *Kochsalz-Typ!*) Bravais-Gitter kristallisiert.
Aus den vorliegenden Peaks wird mit obiger Formel die Länge a der Elementarzelle berechnet, der durchschnittliche gemessene Wert liegt bei **5,64 Å**, was angesichts des Literaturwertes von 5,6396 Å ein sehr gutes Ergebnis darstellt.
Bemerkenswert ist, daß sich mit den K_α-Peaks insgesamt höhere Werte für a ergeben als mit den K_β-Peaks (Begründung??). Aufgrund der Breite der Peaks und der daraus resultierenden Ableseungenauigkeit (±1mm=0,38°) ergibt sich für die einzelnen a-Werte eine Fehlertoleranz von (je nach Gesamtwinkel) ±0,02-0,08Å und für den Durchschnittswert ±0,01Å
Das Volumen der fcc-Elementarzelle liegt bei

$$a^3 = 1{,}79 \cdot 10^{-28}\, m^3$$

Mit einer Dichte von $\rho = 2{,}163$ g/cm³ beträgt ihr Gewicht also

$$2{,}163 \cdot 10^3 \cdot 1{,}79 \cdot 10^{-28} \frac{m^3 kg}{m^3} = 3{,}87 \cdot 10^{-25} kg = 233u$$

Da die Stöchiometrie N(Na) = N(Cl) ist ergibt sich mit den molaren Massen M(Na)=22,990g/mol und M(Cl)=35,453g/mol eine Anzahl von jeweils 3,99 = 4 Atomen im Bravais-Gitter, was ebenfalls mit dem fcc-Gitter übereinstimmt:



Cl^- : $(8*1/8)+(6*1/2) = 4$
Na^+ : $(12*1/4)+1 = 4$