

Versuch 24: Röntgenbeugung

Aufgabe

Durch die Beugung von Röntgenstrahlen an verschiedenen geschnittenen NaCl Einkristallen soll das Bravaisgitter und die Gitterkonstante bestimmt werden.

Theorie

Die gebeugten Röntgenstrahlen werden mit Hilfe eines Impulsratenmessers detektiert. Dabei ist darauf zu achten, dass nur dann eine Beugung auftritt, wenn die Bragg-Gleichung erfüllt ist, also wenn der Gangunterschied ein Vielfaches der Wellenlänge ist: $n\lambda = 2d \sin \theta$. Denn nur dann tritt eine Interferenz auf, die zu einem Reflex führt. Die restlichen gebeugten Strahlen löschen sich gegenseitig aus.

Im Kristallgitter gibt es viele mögliche Ebenen, die als Beugungsebenen dienen können, benutzt man die Miller'schen Indizes um die Ebenen zu benennen. Diese beschreiben den Abstand der Punkte (Atome; Atomgruppen) im Gitter in den drei Raumrichtungen h, k, l mit a/h , b/k , und c/l , so dass man weiß welche Ebene vorliegt. Diese Vereinheitlichung ist deshalb wichtig, weil die, wie der Name schon sagt, Beugungsebene direkt für die Röntgenbeugung verantwortlich ist. Mit den Miller'schen Indizes beschreibt man die sogenannte Elementarzelle des Kristalls. Das ist die kleinst sich immer wiederholende Einheit, aus der der gesamte Kristall aufgebaut ist. Man kann die Elementarzellen auch noch erweitern zu den sogenannten Bravaisgittern. So gibt es bei der kubischen Elementarzelle beispielsweise drei Bravaisgitter (primitiv, flächenzentriert, innenzentriert).

Da für den Ebenenabstand d im kubischen System folgendes gilt:

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

erhält man für die Gitterkonstante a durch einsetzen in die Bragg-Gleichung und umformen

$$\sin^2 \theta = \frac{n^2 \lambda^2}{4a^2} (h^2 + k^2 + l^2) \Rightarrow a = \frac{n\lambda}{2 \sin \theta} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

Zuletzt ist noch darauf zu achten, dass bei kubisch innen-, bzw. flächenzentrierten Systemen nicht alle Reflexe auftreten, da sie sich durch die Beugung, an den zusätzlich vorhandenen Atomen, auslöschen. So fehlen beim innenzentrierten Bravaisgitter die Reflexe der Flächen 100, 111, 210, 221, 300 und 311, sowie beim flächenzentrierten die Reflexe von 100, 110, 210, 211, 221, 300, und 310.

Versuchsdurchführung

Es werden die Reflexe von drei entlang verschiedener Ebenen geschnittenen Kristallen detektiert (100, 110, 111). Dies geschieht mit einer Apparatur, die den Detektor um den Kristall herum bewegt, wobei sich der Kristall mitbewegt, so dass der Detektor immer im Ausfallswinkel des Kristalls steht. Diese Bewegung wird durch einen Plotter aufgezeichnet, und die auftretenden Reflexe werden graphisch dargestellt.

Es ist wieder mal darauf zu achten, dass bei diesem keine monochromatische, sondern eine dichromatische Strahlungsquelle mit $\lambda_\alpha = 0,154 \cdot 10^{-9} \text{ m}$ und $\lambda_\beta = 0,138 \cdot 10^{-9} \text{ m}$ vorliegt.

Auswertung

Aus den Graphen werden die Maxima bestimmt und mit den dazugehörigen Kristallschnitten (100, 110 und 111) tabelliert. Man erkennt, dass die ungeraden Maxima (n=1,3,5..) der 100 und 110 Schnittflächen fehlen, was darauf schließen lässt, dass ein flächenzentriertes Bravaisgitter vorliegt. Bekanntermaßen kristallisiert NaCl im kubisch flächenzentrierten Typ.

$2\theta (K_\alpha)$	$2\theta (K_\beta)$	Kristallschnitt	Indices	$h^2+k^2+l^2$	$a_\alpha [10^{-10}\text{m}]$	$a_\beta [10^{-10}\text{m}]$
27°		111	111	3	5,713	
$31,25^\circ$	$28,35^\circ$	100	200	4	5,718	5,635
$45,4^\circ$	$40,5^\circ$	110	220	8	5,644	5,639
$55,7^\circ$	$50,1^\circ$	111	222	12	5,71	5,645
$66,0^\circ$	$58,7^\circ$	100	400	16	5,655	5,631
$100,57^\circ$	$88,7^\circ$	110	440	32	5,662	5,584
$110,0^\circ$		100	600	36	5,64	

$$\text{Mittelwert} = \sum_1^k \frac{a_i}{k} = 5,656 \cdot 10^{-10} \text{ m}$$

Die Masse der Elementarzelle errechnet sich mit $m = V\rho$, wobei $V=a^3$ da ein kubisches System vorliegt.

$$m_{\text{Elementarzelle}} = (5,656 \cdot 10^{-10} \text{ m})^3 \cdot 2,163 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3} \cdot 1000 \frac{\text{cm}^3}{\text{dm}^3} \cdot 1000 \frac{\text{dm}^3}{\text{m}^3} = 3,9137 \cdot 10^{-22} \text{ g}$$

Die Masse eines einzigen NaCl Moleküls ist $m = \frac{M}{N_A}$

$$m_{\text{NaCl}} = \frac{58,4425 \frac{\text{g}}{\text{mol}}}{6,022 \cdot 10^{23} \frac{1}{\text{mol}}} = 9,7048 \cdot 10^{-23} \text{ g}$$

Somit ergibt sich für Zahl der Formeleinheiten in der Elementarzelle Z

$$Z = \frac{m_{\text{Elementarzelle}}}{m_{\text{NaCl}}} = \frac{3,9137 \cdot 10^{-22} \text{ g}}{9,7048 \cdot 10^{-23} \text{ g}} = 4,0327$$

Da sich in einer kubisch flächenzentrierten Elementarzelle jeweils 4 Na^+ und 4 Cl^- Ionen befinden entspricht die Masse der Elementarzelle 4 NaCl Molekülen. Der Wert von 4,0327 ist sehr nahe am realen Wert.

$$\text{Abweichung}(\%) = \frac{4,0327 - 4,0}{4,0} \cdot 100\% = 0,59\%$$