

Versuch 24 – Röntgenbeugung

Gruppe 1

Name: Ondrej Burkacky

Doris Weber

Aufgabe

Durch die Bragg-Reflexion von Röntgenstrahlen an drei verschiedenen geschnittenen NaCl-Kristallen soll das Bravais-Gitter (kubisch primitiv, flächen oder innenzentriert) und die Gitterkonstante bestimmt werden.

Theorie

Gemäß der Bragg-Bedingung kommt bei einer Reflexion genau dann durch Interferenz der reflektierten Strahlen zu einem Reflex, wenn gilt $n\lambda = 2d \sin \theta$. Ansonsten kommt es zu einer Auslöschung.

Lässt man die Position der Strahlenquelle unverändert, so muss man die Beugungseben um einen bestimmten Winkel drehen, um einen Reflex zu erhalten.

Bei einem Atomgitter existieren beliebig viele Ebenen, die sich als Beugungsgitter verwenden lassen. Um sie beschreiben zu können, bedient man sich der sogenannten Miller'schen Indices. Letztendlich ist die Schnittebene eines Kristalls für die Ausrichtung der Beugungsebenen entscheidend.

Um die Struktur eines Kristalls zu beschreiben, greift man auf die sogenannte Elementarzelle zurück, die die kleinste Einheit darstellt, aus der sich die Kristallstruktur aufbauen lässt. Die dreidimensionale Aneinanderreihung dieser Zellen nennt man Bravais Gitter. So gibt es im kubischen System drei Bravais-Gitter: kubisch primitiv, kubisch innen- und raumzentriert.

Setzt man die Kantenlänge eines solchen Elementarzelle mit dem Abstand der Ebenenscharen mit den Miller'schen Indices hkl in Beziehung, so ergibt sich aus geometrischen Überlegungen die folgende Gleichung für den Ebenenabstand d(hkl):

$$d(hkl) = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \text{ bzw. durch Einsetzen der Bragg-Bedingung:}$$

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

Durch die Einführung der Bravais-Gitter ergeben sich jedoch noch ein paar Besonderheiten. So verläuft zum Beispiel bei einer kubisch innenzentrierten Zelle zwischen den beiden durch die Würfelflächen gebildeten Ebenen noch eine weitere, die die Atome in der Würfelmitte beinhaltet. Durch diesen Umstand kommt es zu einer Auslöschung des Reflexes.

Insgesamt kann man sagen, dass bei einem kubisch primitiven System für die Schnittflächen 100, 110 und 111 alle Reflexe vertreten sind ($n=1,2,3,4 \dots$), bei einem kubisch innenzentrierten fehlen jeweils die Reflexe für ungerade n bei 100 und 111 und beim kubisch flächenzentrierten fehlen die Reflexe für ungerade n bei 100 und 110 (die Berechnung lässt sich mittels der Betrachtung des Strukturfaktors F(hkl) durchführen, ist allerdings relativ schwierig).

Somit lässt sich nun durch Messung von den Reflexen durch Betrachtung der Auslöschungen das System eines Kristalls bestimmen.

Versuchsdurchführung

In unserem Fall werden drei NaCl Kristalle betrachtet, die auf drei verschiedene Arten geschnitten wurden (110, 100 und 110). Um die Intensität der Reflexe zu messen werden an dem jeweiligen Kristall Röntgenstrahlen reflektiert und von einem Detektor (Zählrohr) aufgefangen und deren Anzahl ausgegeben. Dreht man nun das Zählrohr und den Kristall, so kann ein Graph mit dem entsprechenden Winkel (bei dem hiesigen Aufbau 2θ) und der Anzahl der reflektierten Strahlen aufgenommen werden. Die Maxima dieses Graphen gehorchen den Bragg-Bedingung und werden ausgewertet.

Die diesem Versuch verwendete Röntgenstrahlenquelle liefert zwei Anteile mit zwei unterschiedlichen Wellenlängen (λ_β und λ_α), wobei die Strahlung K_α intensiver ist als K_β und somit auch im Graphen ein höheres und ausgeprägteres Maximum ergibt.

Auswertung

Aus den durch den Plotter aufgezeichneten Graphen werden die Maxima bestimmt und mit den dazugehörigen Kristallschnitten (100, 110 und 111) tabelliert. Es stellt sich heraus, dass genau die ungeraden Maxima ($n=1,3,5..$) der 100 und 110 Schnittflächen fehlen. Es handelt sich daher bei NaCl wie allgemein bekannt um ein kubisch flächenzentriertes System.

Mit den aus dem Graphen abgelesenen 2θ -Werte kann gemäß der Formel

$$a = \frac{n\lambda}{2\sin\theta} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \text{ die Gitterkonstante berechnet werden.}$$

In der unteren Tabelle wurde die Beugungsordnung bei der Indizierung bereits berücksichtigt. Für die Wellenlängen λ_β und λ_α waren die folgenden Werte vorgegeben:

$$\lambda_\alpha = 0,154 \cdot 10^{-9} \text{ m und } \lambda_\beta = 0,138 \cdot 10^{-9} \text{ m}$$

$2\theta (K_\alpha)$	$2\theta (K_\beta)$	Kristallschnitt	Indices	$h^2+k^2+l^2$	a_α	a_β
26,98		111	111	3		5,72E-10
31,39	27,97	100	200	4	5,71E-10	5,69E-10
45,09	40,38	110	220	8	5,65E-10	5,68E-10
56,04	50	111	222	12	5,66E-10	5,68E-10
65,94	58,35	100	400	16	5,66E-10	5,66E-10
100,57	87,55	110	440	32	5,64E-10	5,66E-10
109,81		100	600	36		5,65E-10

Daraus ergibt sich für a ein Mittelwert von $5,67 \cdot 10^{-10} \text{ m}$.

Um die Masse einer Elementarzelle auszurechnen, multipliziert man deren Volumen (a^3) mit der Dichte ($2,163 \text{ g cm}^{-3}$). Man erhält $3,95 \cdot 10^{-25} \text{ kg}$. Dividiert man nun das Molgewicht von NaCl ($58,4425 \text{ g mol}^{-1}$) durch N ($6,022 \cdot 10^{23} \text{ mol}^{-1}$) so erhält man bezogen auf die oben berechnete Masse der Elementarzelle 4,07 Einheiten NaCl pro Zelle. Dies ist nur eine geringfügige Abweichung gegenüber dem realen Wert von 4,0 (1,75%).