

Praktikumsanleitung:
Röntgenbeugung an Kristallen (RBE)
Fortgeschrittenenpraktikum

Betreuer: A. Hinderhofer, G. Duva

18. Oktober 2017

1 Versuchsdauer

Am Versuchstag werden drei Proben (Kupfer, Wolfram, NaCl) belichtet und entwickelt. Die experimentelle Arbeit gliedert sich in Maßnahmen zum Strahlenschutz (ca. 15'), Justierung (je 30'), Einlegen des Films (je 10'), die Röntgenaufnahmen (2h, 2h, 2h) und die Entwicklung (je 45') der Filme.

Anmerkung: Im Praktikum für Nano-Science wird am Versuchstag nur eine einzelne Probe belichtet.

2 Aufgabe

Aus den Beugungsbildern von Wolfram, Kupfer und NaCl wird der Gittertyp und die Gitterkonstante für jede der Substanzen bestimmt. Die Gitter sind entweder innen- oder flächenzentriert. Die Gitterkonstanten erhält man mit hoher Genauigkeit, ihre Standardabweichung beträgt etwa ein Promille.

Der im Versuch gewählte Aufbau für eine pulverförmige Probe mit Registrierung der gebeugten Strahlung auf photographischem Film wird als 'Debye-Scherrer Verfahren' bezeichnet.

3 Grundlagen

3.1 Strahlenschutz

Bezeichnung	Berechnung	Einheiten	Anmerkung
Aktivität		1 Becquerel = 1 Bq	Anzahl von beliebigen Ereignissen
Energiedosis	$D = \frac{dW}{dm}$	$[D] = 1 \frac{\text{J}}{\text{kg}} = 1 \text{ Gy} = 1 \text{ Gray}$	Deponierte Energie pro Massenelement
Dosisleistung	$\dot{D} = \frac{dD}{dt}$	$[\dot{D}] = 1 \frac{\text{J}}{\text{kg}\cdot\text{s}} = 1 \frac{\text{Gy}}{\text{s}}$	Pro Sekunde aufgenommene Energiedosis
Äquivalentdosis	$H = Q \cdot D$	$[H] = 1 \text{ Sv} = 1 \text{ Sievert}$	Die Äquivalentdosis ist abhängig vom Qualitätsfaktor Q . Für Röntgenstrahlung gilt $Q \approx 1$.

Tabelle 1: Größen und Einheiten zum Strahlenschutz

Allen am Versuch Teilnehmenden wird ein Dosimeter ausgehändigt. Der angezeigte Wert (mSv) wird vor und nach dem Versuch in einem dafür vorgesehenen Heft vermerkt. Bereiche, in denen die höchste erreichbare Jahresdosis unter 1 mSv liegt, können frei zugänglich sein. Die höchste, gerade noch zulässige Äquivalentdosis bei 5 Stunden Versuchsdauer beträgt daher $2.5 \mu\text{Sv}$ (berechnet mit 40 Arbeitsstunden pro Woche). Zum Vergleich: die natürliche jährliche Strahlenbelastung beträgt $\approx 2 \text{ mSv}$ pro Jahr.

Vor Einschalten der Röntgenröhre wird ein Ratemeter mit akustischem Signal neben der Röhre aufgestellt. Es bleibt während der Dauer des Versuchs eingeschaltet. Ändert sich die Anzahl der Signale pro Zeit, dann tritt durch einen fehlerhaften Aufbau Strahlung aus. Die Röhre muss dann durch Druck auf den roten Knopf in der Mitte sofort ausgeschaltet werden. Keine weiteren Versuche unternehmen, bitte gleich den Betreuer informieren.

3.2 Entstehung von Röntgenstrahlen

Röntgenstrahlen sind wie sichtbares Licht oder γ -Strahlen elektromagnetische Wellen bzw. im Teilchenbild Photonen.

Das elektromagnetische Spektrum reicht von Radiowellen (Lang-, Mittel-, Kurz- und Ultrakurzwellen) über Mikrowellen, infrarotes Licht, sichtbares Licht (zwischen ca. 750 nm und ca. 400 nm), ultraviolettes Licht und Röntgenstrahlen bis zur γ -Strahlung, wobei in dieser Reihenfolge die Wellenlänge immer kürzer und damit nach $c = \lambda \cdot f$ die Frequenz sowie (wegen $E = h \cdot f$) die Photonenenergie immer größer wird (siehe Abbildung 1).

Der Wellenlängenbereich der Röntgenstrahlung überlappt allerdings mit dem der γ -Strahlung. Röntgenstrahlen haben Wellenlängen von etwa $8 \cdot 10^{-8} \text{ m} = 80 \text{ nm}$ bis hinunter zu 10^{-14} m , was nach $c = \lambda \cdot f$ Frequenzen von ca. $4 \cdot 10^{15} \text{ Hz}$ bis $3 \cdot 10^{22} \text{ Hz}$ und nach $E = h \cdot f$ Photonenenergien von 15 eV bis ca. 150 MeV entspricht. γ -Strahlen haben dagegen Wellenlängen kleiner als 10^{-11} m , was Frequenzen über $3 \cdot 10^{19} \text{ Hz}$ und Quantenenergien über 100 keV entspricht.

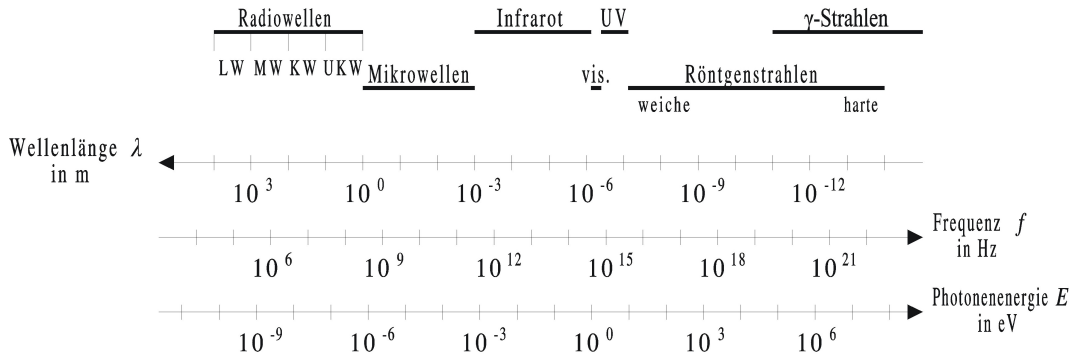


Abbildung 1: Elektromagnetisches Spektrum. Mit vis. ist der Bereich des sichtbaren Lichts, mit UV der des ultravioletten Lichts gekennzeichnet. Man beachte den logarithmischen Maßstab.

3.2.1 (Kontinuierliches) Röntgenbremsspektrum und (diskretes) charakteristisches Röntgenspektrum

Treffen hochenergetische Elektronen (z.B. β -Strahlen oder Elektronen in einer Röntgenröhre) auf Materie, so werden sie im elektrischen Feld des Atomkerns beschleunigt. Da eine beschleunigte elektrische Ladung, welche das Elektron nun darstellt, nach der klassischen Elektrodynamik Energie in Form elektromagnetischer Wellen abstrahlt, wird das Elektron hierbei abgebremst. Je nachdem, wie viel Energie das Elektron bei diesem Abbremsprozeß verliert, hat das hierbei entstehende Röntgenphoton unterschiedliche Energie. Da beliebige Energieverluste von Null bis zu der gesamten kinetischen Energie des Elektrons möglich sind, ist das hierbei entstehende Bremsspektrum ein kontinuierliches Spektrum. Es ist jedoch zu kleineren Wellenlängen und somit zu größeren Frequenzen und Energien hin durch die sogenannte Grenzwellenlänge λ_{Grenz} begrenzt. Sie entspricht der maximal möglichen Photonenenergie, welche gleich dem maximalen Energieverlust des ankommenden Elektrons, also gleich dessen kinetischer Energie ist. Erhalten die Elektronen etwa ihre kinetische Energie allein durch das Durchlaufen einer elektrischen Spannung U in einer Röntgenröhre, so dass sie also die kinetische Energie $E_{\text{kin}} = e \cdot U$ besitzen, so ist die Grenzwellenlänge gegeben durch

$$\lambda_{\text{Grenz}} = \frac{c}{f_{\text{Grenz}}} = \frac{h \cdot c}{E_{\text{kin}}} = \frac{h \cdot c}{e \cdot U} . \quad (1)$$

Ein schnelles Elektron kann aber beim Auftreffen auf Materie auch ein Elektron aus einer der inneren Schalen eines Atoms herausschlagen und das Atom dadurch ionisieren. Der freigewordene Platz in der inneren Schale wird durch ein Elektron aus einer äußeren Schale aufgefüllt, da die innere Schale energetisch tiefer liegt. Die überschüssige Energie wird ebenfalls in Form elektromagnetischer Strahlung abgegeben. Da die Energiedifferenzen zwischen äußeren und inneren Schalen sehr hoch sind, entsteht hierbei kein sichtbares oder UV-Licht, sondern Röntgenstrahlung. Diese kann aber nur diejenigen Energien aufweisen, welche der Energiedifferenz zwischen zwei Energieniveaus des Atoms entspricht. Man bekommt daher

ein diskretes Spektrum, welches charakteristisch für das chemische Element ist, zu dem das von dem hochenergetischen Elektron getroffene Atom gehört. Das hierdurch entstehende Röntgenspektrum wird deshalb auch charakteristisches Spektrum genannt.

Beim Auftreffen schneller Elektronen auf Materie werden immer beide Prozesse ablaufen, sowohl die Erzeugung von Bremsstrahlung als auch die Erzeugung charakteristischer Strahlung. Daher erhält man insgesamt ein Röntgenspektrum, bei welchem der Bremsstrahlung die charakteristischen Linien überlagert sind:

Wellenlänge [nm]	Anmerkungen
0.154178	Mittelwert der K_α Doppellinie
0.1540562	Cu $K_{\alpha 1}$
0.1544390	Cu $K_{\alpha 2}$
$\frac{CuK_{\alpha 1}}{CuK_{\alpha 2}} = \frac{2}{1}$	Intensitätsverhältnis zwischen beiden Anteilen

Tabelle 2: Wellenlängen und Intensitätsverhältnisse der Cu K_α Strahlung

3.3 Wechselwirkung elektromagnetischer Strahlung mit Materie

Beim Durchgang eines Photons durch Materie können sich die folgenden Prozesse ereignen, die zur Schwächung der Intensität des Primärstrahls führen:

1. klassische Streuung (σ_k)
2. Photoeffekt (τ)
3. Comptoneffekt (σ_C)
4. Paarbildung (κ)

Klassische Streuung: Wenn beim Stoß eines Lichtquants (Photons) mit einem gebundenen Hüllenelektron der Rückstoß vom gesamten Atom aufgenommen wird, verbleibt das Elektron in seiner Schale und wird zusammen mit anderen Elektronen zu kollektiven Schwingungen angeregt. Die schwingenden Elektronen senden nun ihrerseits ein Photon derselben Energie wie des absorbierten Photons aus, aber im allgemeinen in eine andere Richtung.

Bei der klassischen Streuung wird also das Photon aus der Primärstrahlrichtung abgelenkt.

Der Massenschwächungskoeffizient durch klassische Streuung, σ_k/ρ , hat näherungsweise eine Abhängigkeit von der Photonenenergie E_γ (im Bereich $10 \text{ keV} \leq E_\gamma \leq 20 \text{ keV}$) sowie von der Kernladungszahl Z und der Massenzahl A des Absorbermaterials derart:

$$\sigma_k/\rho \sim \frac{Z^{2.5}}{A} 1/E_\gamma^2 \quad (2)$$

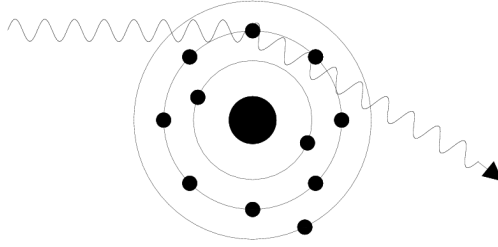


Abbildung 2: Klassische Streuung

Photoeffekt: Beim Photoeffekt überträgt das Photon seine gesamte Energie auf ein Atom, das daraufhin ein Elektron (das sog. Photoelektron) emittiert. Die kinetische Energie dieses Elektrons entspricht dem Differenzbetrag zwischen der Bindungsenergie des abgelösten Elektrons und der Energie des Photons. Für niedrige Photonenenergien wird die Schwächung der Röntgenstrahlung vorwiegend durch Photoeffekt verursacht.

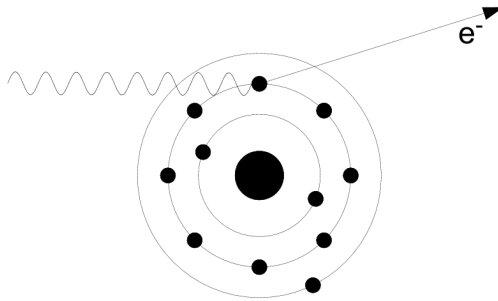


Abbildung 3: Photoeffekt

Die E_γ -, Z - und A -Abhängigkeit des Massenschwächungskoeffizienten durch Photoeffekt, τ/ρ , lautet näherungsweise:

$$\tau/\rho \sim \frac{Z^4}{A} 1/E_\gamma^3 \quad (3)$$

Comptoneffekt: Unter Comptonstreuung versteht man den elastischen Zusammenstoß eines Photons mit einem quasifreien Elektron. Das Photon überträgt dabei – analog zum elastischen Zusammenstoß zweier Kugeln ungleicher Masse – einen Teil seiner Energie auf ein Elektron, welches dann das Atom verlässt, das Atom wird also ionisiert. Die Energie E_x der gestreuten Strahlung ist nach der Wechselwirkung um den auf das Elektron übertragenen Energiebetrag E_k niedriger. Nach dem Energiesatz gilt:

$$E_x = E_\gamma - E_k, \quad (4)$$

wobei E_γ die Quantenenergie des primär einfallenden Photons ist.

Zwischen 0.2 und 10 MeV ist die E_γ -, Z - und A -Abhängigkeit des Massenschwächungskoeffizienten durch Comptonstreuung, σ_C/ρ , näherungsweise:

$$\sigma_C/\rho \sim \frac{Z}{A} 1/E_\gamma^{1/2} \quad (5)$$

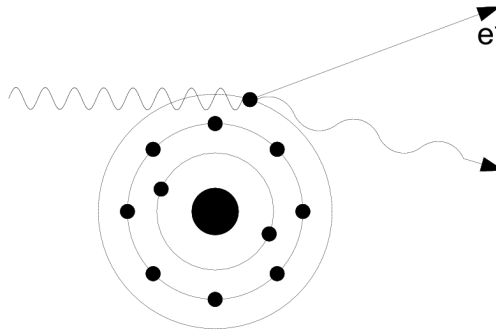


Abbildung 4: Comptoneffekt

Paarbildung: Ab einer Quantenenergie von ca. 1.1 MeV wird ein weiterer Prozess, die Paarbildung, möglich. Dabei entsteht aus einem Photon im Coulomb-Feld eines Atomkerns ein Elektron-Positron-Paar. Das Positron ist das Antiteilchen des Elektrons und hat dieselben Eigenschaften (Masse) wie das Elektron, bis auf die entgegengesetzte Ladung ($+e$). Die Summe der Ruheenergien¹ der beiden entstandenen Teilchen beträgt $2 \cdot 511 \text{ keV} = 1.022 \text{ MeV}$. Deshalb ist dieser Prozess nur bei Photonenenergien, die diesen Wert übersteigen, möglich. Für große Photonenenergien (ab etwa 60 MeV bei Elementen mit niedrigem Z) ist die Schwächung der Röntgenstrahlung in erster Linie auf Paarbildung zurückzuführen.

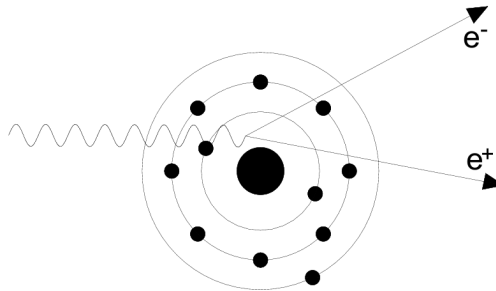


Abbildung 5: Paarbildung

Die E_γ -, Z - und A -Abhängigkeit ($E_\gamma \geq 1.022 \text{ MeV}$) des Massenschwächungskoeffizienten durch Paarbildung, κ/ρ , lautet näherungsweise:

$$\kappa/\rho \sim \frac{Z^2}{A} \log(E_\gamma) \quad (7)$$

¹ Die Relation

$$E = m \cdot c^2 \quad (6)$$

(c ist die Lichtgeschwindigkeit) gewinnt hier in Kombination mit der Beziehung zwischen der Frequenz f und der Energie E eines Lichtquants $E = h \cdot f$ (h ist das Plancksche Wirkungsquantum) an Leben: Aus einem Lichtquant der Frequenz f können 2 (wegen Ladungserhaltung) Masseteilchen mit der Masse m entstehen und umgekehrt.

3.3.1 Das Schwächungsgesetz für elektromagnetische Strahlung wie Licht, Röntgen- und γ -Strahlung

Das Schwächungsgesetz² für elektromagnetische Strahlung besagt, dass monoenergetische Strahlung in gleichen (infinitesimalen) Schichtdicken um den gleichen Bruchteil μ geschwächt wird, d.h.:

$$\frac{dI}{I} = -\mu \cdot dx \quad (8)$$

dx ist die (infinitesimale) Dicke der Materieschicht, und μ bezeichnet man als den **linearen Schwächungskoeffizienten**.

Für endliche Schichtdicken x erhält man die durchgelassene Intensität $I(x)$ bei einer Primärintensität I_0 der elektromagnetischen Strahlung aus dem Integral der Gleichung (8) zu:

$$I(x) = I_0 \cdot e^{-\mu \cdot x} . \quad (9)$$

Oder, wenn statt der Schichtdicke x die Flächenmasse (auch Massenbelegung, flächenbezogene Masse, Flächenbelegung oder Massenbedeckung genannt) $D = \frac{m}{A} = \rho \cdot x$ (Einheit: g/cm^2) und entsprechend anstelle des linearen Schwächungskoeffizienten der Massenschwächungskoeffizient μ/ρ (Einheit: cm^2/g) eingeführt wird:

$$I(D) = I_0 \cdot e^{-(\mu/\rho) \cdot D} . \quad (10)$$

Diejenige Schichtdicke, bei der die Intensität der Strahlung auf die Hälfte zurückgegangen ist, wird **Halbwertsschichtdicke** oder kurz **Halbwertsdicke** $d_{1/2}$ genannt. Sie hängt mit dem linearen Schwächungskoeffizienten μ über die Beziehung

$$d_{1/2} = \frac{\ln 2}{\mu} \quad (11)$$

zusammen.

Die Einzelanteile der oben aufgelisteten Prozesse an der Gesamtschwächung der Strahlung werden durch ihre Wirkungsquerschnitte gekennzeichnet, d.h. für klassische Streuung σ_k , Photoabsorption τ , Comptonstreuung σ_C und Paarbildung κ . Die gesamte resultierende Schwächung wird durch die Summe dieser Wirkungsquerschnitte, den linearen Schwächungskoeffizienten μ gekennzeichnet:

$$\mu = \sigma_k + \tau + \sigma_C + \kappa \quad (12)$$

Der Beitrag, den die einzelnen Anteile zum linearen Schwächungskoeffizienten liefern, ist von der Energie der γ -Strahlung und von der Ordnungszahl Z der durchstrahlten Materie abhängig (siehe vorangehender Abschnitt).

Abbildung 6 zeigt die verschiedenen Anteile des Massenschwächungskoeffizienten für Kupfer. Während bei kleinen Photonenenergien vorwiegend die Photoabsorption überwiegt, dominiert bei Energien ab etwa 1.2 MeV der durch Paarbildung verursachte Schwächungsanteil.

²Man nennt es auch Lambert-Beersches Gesetz.

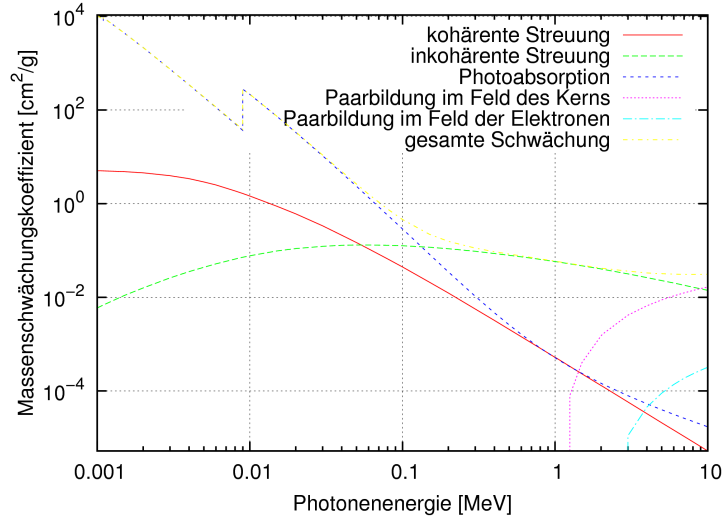


Abbildung 6: Energieabhängigkeit der einzelnen Anteile des Massenschwächungskoeffizienten in Abhängigkeit von der Photonenergie für Cu ($Z = 29$) Quelle: NIST Standard Reference Database

3.4 Beugung am Gitter

Entscheidend für die Beugung am Gitter ist die Berücksichtigung der Gangunterschiede aller an den Streuzentren auslaufenden Wellen, welche nach dem Huygen'schen Prinzip als Kugelwellen betrachtet werden können. Die phasengerechte Summation aller Teilwellen liefert dann beispielsweise eine Intensitätsverteilung, wie sie am Ende des Versuchs auf den entwickelten Filmen zu sehen ist. Im Folgenden soll die Herleitung der Streuamplitude für verschiedene Streugeometrien skizziert werden.

3.4.1 Beugung an zwei Streuzentren

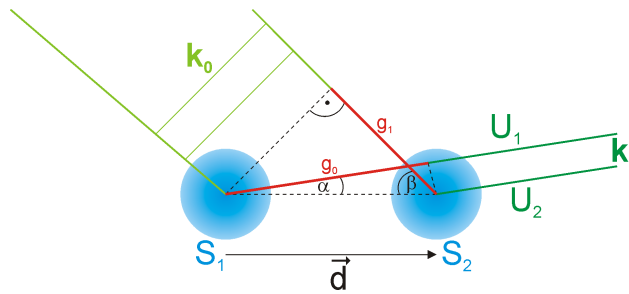


Abbildung 7: Streuung einer ebenen Welle an zwei Streuzentren

Man betrachtet hier die in Abbildung 7 dargestellte Geometrie. Eine unter dem Winkel β einlaufende ebene Welle wird an den beiden Streuzentren S_1 und S_2 gestreut, wodurch die Teilwellen unter einem Winkel α auslaufen. Da hier von elastischer Streuung ausgegangen wird, stimmen die Beträge der Wellenzahlen von ein- und auslaufenden Wellen überein,

d.h.: $|\vec{k}_0| = |\vec{k}_1| = 1/\lambda$ ³. Die Amplituden der beiden gestreuten Wellen lassen sich dann beschreiben durch:

$$U_1 = U_0 e^{i(2\pi\vec{k}_1\vec{r} - \omega t)} \quad (13)$$

$$U_2 = U_0 e^{i(2\pi\vec{k}_1\vec{r} - \omega t + \phi)} \quad (14)$$

wobei U_2 gegenüber U_1 einen Phasenunterschied ϕ aufweist. Für die Gesamtamplitude ergibt sich deshalb:

$$U_{ges} = U_1 + U_2 = U_1(1 + e^{i\phi}) = U_0 e^{i(2\pi\vec{k}_1\vec{r} - \omega t)}(1 + e^{i\phi}), \quad (15)$$

und die Intensität entsprechend zu:

$$I = U_{ges} \cdot U_{ges}^* = U_0^2(2 + e^{i\phi} + e^{-i\phi}) = U_0^2(2 + 2\cos(\phi)) \quad (16)$$

Die Intensität bei der Streuung an zwei Streuzentren wird damit maximal, falls $\phi = n \cdot 2\pi$ ist und minimal für $\phi = \pi(2n + 1)$.

Aufgabe: Zeigen Sie ausgehend von Abbildung 7, dass bei maximaler konstruktiver Interferenz für die Phasenverschiebung ϕ , die Bedingung $\vec{d} \cdot \vec{q} = n$ (mit $n \in \mathbb{Z}$) erfüllt sein muss. Wobei der Streuvektor \vec{q} definiert wird durch $\vec{q} := \vec{k}_1 - \vec{k}_0$.

Die Bragg-Gleichung für Pulverstreuung ergibt sich aus der Definition des Streuvektors (s. Abbildung 8). Sie liefert die Verbindung zum Experiment, da sie den Streuvektor (als theoretische Größe) mit dem Streuwinkel θ , welcher experimentell bestimmt wird, verknüpft. Man kann leicht aus Abbildung 8 ablesen, daß dafür der Zusammenhang

$$\sin(\theta) = \frac{|\vec{q}|}{2 \cdot \frac{1}{\lambda}} \quad (17)$$

gilt. Maximale Intensität liegt vor, falls: $\vec{d} \cdot \vec{q} = n$ (vgl. Übungsaufgabe)

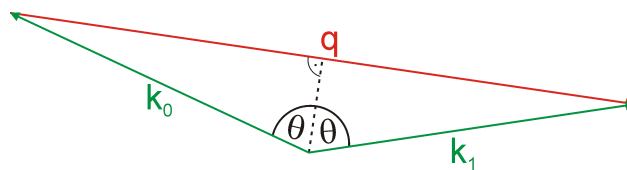


Abbildung 8: Streudreieck

3.4.2 Beugung an vielen Streuzentren

Obige Betrachtungen lassen sich leicht auf die Beugung an vielen Streuzentren übertragen. Analog gilt für die vom n -ten Streuzentrum ausgehende Teilamplitude:

$$U_n = U_1 \cdot e^{2\pi i \vec{q} \vec{d}_n} \quad (18)$$

³Wir verwenden hier die kristallographische Konvention.

Die Gesamtamplitude ergibt sich durch Summation über alle N Streuzentren:

$$U_{ges} = \sum_{n=1}^N U_n = \sum_{n=1}^N U_1 e^{2\pi i \vec{q} \vec{d}_n} = U_1 (1 + e^{2\pi i \phi_1} + e^{2\pi i \phi_2} + \dots) \quad (19)$$

$$= U_1 (1 + e^{2\pi i \vec{q} \vec{d}_1} + e^{2\pi i \vec{q} \vec{d}_2} + \dots) \quad (20)$$

3.4.3 Beugung an periodisch geordneten Streuzentren

Liegt wie im Falle eines Kristallgitters eine periodische Anordnung von Streuzentren vor, so lassen sich deren Vektoren \vec{d}_n durch eine geeignete Basis ausdrücken. Man setzt deshalb:

$$\vec{d}_\nu = \nu_1 \vec{a}_1 + \nu_2 \vec{a}_2 + \nu_3 \vec{a}_3 = \begin{pmatrix} \nu_1 \\ \nu_2 \\ \nu_3 \end{pmatrix}, \quad (21)$$

wobei die \vec{a}_j die Basisvektoren zu den Streuzentren und die ν_j ihre Koordinaten beschreiben. Dazu analog lässt sich eine reziproke Basis⁴ definieren, welche die Position der Streuvektoren \vec{q} im reziproken Raum beschreibt:

$$\vec{q} = h \vec{a}_1^* + k \vec{a}_2^* + l \vec{a}_3^* = \begin{pmatrix} h \\ k \\ l \end{pmatrix}, \quad (22)$$

Die reziproke Basis wird dabei stets so gewählt, dass für die Basisvektoren die folgende Beziehung erfüllt ist:

$$\vec{a}_i \cdot \vec{a}_j^* = \delta_{ij} \quad (23)$$

Die Transformation zwischen dem realen und dem reziproken Gitter ist dann festgelegt durch:

$$\vec{a}_1^* = \frac{\vec{a}_2 \times \vec{a}_3}{\vec{a}_1 \cdot (\vec{a}_2 \times \vec{a}_3)}, \quad \vec{a}_2^* = \frac{\vec{a}_3 \times \vec{a}_1}{\vec{a}_1 \cdot (\vec{a}_2 \times \vec{a}_3)}, \quad \vec{a}_3^* = \frac{\vec{a}_1 \times \vec{a}_2}{\vec{a}_1 \cdot (\vec{a}_2 \times \vec{a}_3)} \quad (24)$$

Damit gilt beispielsweise für ein kubisches Gitter (d.h. $a_1 = a_2 = a_3 := a$):

$$|\vec{a}_1^*| = \frac{a^2}{a^3} = \frac{1}{a}, \quad |\vec{a}_2^*| = \frac{a^2}{a^3} = \frac{1}{a}, \quad |\vec{a}_3^*| = \frac{a^2}{a^3} = \frac{1}{a} \quad (25)$$

Und der Betrag des Streuvektors kann ausgedrückt werden durch:

$$|\vec{q}| = \sqrt{\frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{a^2} + \frac{l^2}{a^2}} = \frac{1}{a} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}. \quad (26)$$

⁴Die Komponenten h, k, l werden als Miller'sche Indizes bezeichnet

Aus $|\vec{q}|$, welches die messbare Größe im Experiment repräsentiert, kann die Gitterkonstante im realen Gitter mittels des Bragg-Gesetzes (s.o.) bestimmt werden. Einsetzen von $|\vec{q}|$ in Gleichung (17) liefert:

$$a = \frac{\lambda}{2 \sin(\theta)} \sqrt{(h^2 + k^2 + l^2)} = \frac{\lambda}{2 \sin(\theta)} \sqrt{N} \quad (27)$$

Für andere Kristallgitter, mit einer niedrigeren Symmetrie, sind diese Ausdrücke wesentlich komplizierter.

Für die Berechnung der gesamten Streuamplitude werden die Vektoren \vec{q} und \vec{d}_n durch die beschriebenen Basen repräsentiert und eine Summation über die Koordinaten aller Streuzentren durchgeführt, d.h. es werden alle Gitteratome „durchgezählt“:

$$U_{ges} = U_1 \sum_{\nu_1} \sum_{\nu_2} \sum_{\nu_3} e^{2\pi i(\nu_1 h + \nu_2 k + \nu_3 l)} \quad (28)$$

Durch die spezielle Wahl der reziproken Basis fallen die Skalarprodukte der Basisvektoren im Exponenten der e-Funktion weg.

3.4.4 Strukturfaktor

Bei elementarer Untersuchung von Röntgenstreuung an Kristallgittern wird man auf das Bragg-Gesetz geführt. Dieses gibt die Bedingung für konstruktive Interferenz von Wellen an, welche unter einem Winkel θ auf eine Menge von Gitterebenen treffen, die jeweils im Abstand d von einander entfernt sind. Obwohl dies eine sehr nützliche Konstruktion ist, erlaubt es uns nicht, die Intensität am Ort konstruktiver Interferenz zu bestimmen. Für die Berechnung der Intensität verwendet man das vorher entwickelte Konzept der Streuamplitude.

Betrachtet man zunächst die periodische Struktur eines Kristalls, dann lässt sich die Position jedes Streuers durch zwei Vektoren beschreiben: Einen Ortsvektor \vec{r}_j , welcher die Position innerhalb der Einheitszelle angibt und einen Vektor \vec{R}_n , der den Ort der Einheitszelle selbst charakterisiert. Die Position eines Streuzentrums im Kristall, ist daher durch

$$\vec{R}_n + \vec{r}_j \quad (29)$$

eindeutig festgelegt. Damit faktorisiert die Streuamplitude in ein Produkt aus zwei Termen:

$$U_{ges} = U_1 \sum_{r_j} f_j(\vec{q}) e^{2\pi i \vec{q} \cdot \vec{r}_j} \sum_{\vec{R}_n} e^{2\pi i \vec{q} \cdot \vec{R}_n} \quad (30)$$

Die erste Summe wird als Strukturfaktor bezeichnet. Er beinhaltet die Phasensummation über alle Streuzentren der Einheitszelle, d.h. die Information über die vorliegende Kristallstruktur. Die zweite Summe entspricht der Summation über das Gitter, welche zu einer Verstärkung des Signals führt. Der zusätzliche Faktor $f_j(\vec{q})$ wird als Atomformfaktor bezeichnet und berücksichtigt die nicht punktförmige Ausdehnung der einzelnen Streuzentren.

Er ergibt sich aus der Fouriertransformation der Elektronendichte eines Atoms und hängt von der jeweiligen Atomspezies ab. Der Atomformfaktor wird definiert durch:

$$f_j(\vec{q}) = \frac{1}{V_{Zelle}} \int_{V_{Zelle}} \rho_0(\vec{x}) e^{2\pi i \vec{q} \vec{x}} d\vec{x} \quad (31)$$

Für die Streuamplitude ergibt sich damit in der diskutierten Basisdarstellung unter Berücksichtigung der Beziehung (23):

$$U_{ges} = U_1 \sum_{\mu} f_{\mu} e^{2\pi i(x_{\mu}h + y_{\mu}k + z_{\mu}l)} \sum_{\nu_1} \sum_{\nu_2} \sum_{\nu_3} e^{2\pi i(\nu_1h + \nu_2k + \nu_3l)} \quad (32)$$

Besteht die Einheitszelle aus nur einem Atom, kann man den Ursprung des Ortsvektors \vec{r}_j auf die Position des Atoms setzen, d.h. $x_1 = y_1 = z_1 = 0$. Da der Summationsindex μ nur über 1 läuft, vereinfacht sich Gleichung (32) zu:

$$U_{ges} = U_1 \sum_{\nu_1=0}^{N_1} \sum_{\nu_2=0}^{N_2} \sum_{\nu_3=0}^{N_3} f_1(\vec{q}) e^{2\pi i(\nu_1h + \nu_2k + \nu_3l)}. \quad (33)$$

Entsprechend läuft μ bei einer zweiatomigen Basis von 1 bis 2, also:

$$U_{ges} = U_1 \sum_{\mu=1}^2 \sum_{\nu_1=0}^{N_1} \sum_{\nu_2=0}^{N_2} \sum_{\nu_3=0}^{N_3} f_{\mu}(\vec{q}) e^{2\pi i(\nu_1h + \nu_2k + \nu_3l)} e^{2\pi i(x_{\mu}h + y_{\mu}k + z_{\mu}l)}. \quad (34)$$

4 Versuch

4.1 Versuchsaufbau

Eine stäbchenförmige Pulverprobe (hier in Form eines Drahts) steht in der Achse der Kamera, umgeben vom 35 mm hohen Röntgenfilm. Senkrecht zur Achse sind der Kollimator und der Strahlfänger angebracht. Um möglichst vielen Körnern die Gelegenheit zur Reflektion zu geben, wird das Präparat während der Aufnahme um die Kameraachse gedreht.

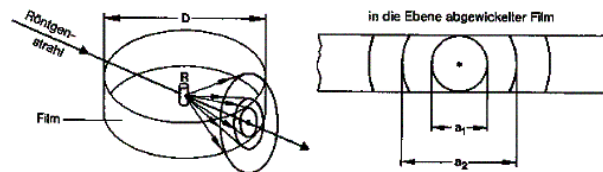


Abbildung 9: Streugeometrie zum Debye-Scherrer-Versuch.

4.2 Versuchsablauf

Es werden drei Proben aus Wolfram, Kupfer und NaCl vermessen. Nacheinander wird jede der drei Proben justiert, gemessen, und die Filme dazu entwickelt. Es folgt die Auswertung der Filme mit einem Präzisions-Maßstab.

4.3 Justage

Zunächst wird jeder Draht auf einem optischen 'Goniometer' in die Achse des drehbaren 'Goniometerkopfs' justiert. Dieses ist der kritische Teil des Versuchs: Die Probe darf sich bei Drehung um ihre Längsachse maximal um eine ihrem Durchmesser entsprechende Distanz aus der Mitte bewegen. Andernfalls werden die Linien zu breit.

Die Justierung wird zunächst im eingebauten Zustand, aber noch ohne Film, mit dem Röntgenstrahl überprüft. Dazu beobachtet man den Schattenriss des Drahts bei Rotation der Probe durch ein Bleiglasfenster.

In der Dunkelkammer, bei Rotlicht, wird die Kammer mit der Probe und dem Film bestückt und zusammengebaut. Am besten verfährt man in folgenden Schritten:

1. Film in den Filmzylinder einlegen.
2. Kollimator und Primärstrahlführung probenhalber einbauen, um die korrekte Lage des Films zu testen. Beide werden wieder ausgebaut, um bei Montage der Probe die Berührung mit diesen Elementen auszuschließen.
3. Drehvorrichtung mit dem justierten Goniometerkopf vorsichtig einbauen, Berührung mit einem Element der Kammer dejustiert die Probe.

4. Kollimator und die Primärstrahlführung endgültig einbauen.
5. Kammer mit dem Deckel schließen.

4.4 Messung

Vor Einschalten der Röntgenröhre muss das Kühlwasser aufgedreht werden. Die Röntgenröhre wird mit einer Spannung von 40 kV und einem Strom von 30 mA betrieben. Die Inbetriebnahme der Röhre und die Einweisung zum Strahlenschutz erfolgt durch den Betreiber.

Material	Belichtungszeit (h)
Wolfram	2 h
Kupfer	2 h
NaCl	2 h

Tabelle 3: Proben und Messzeiten

4.5 Photographische Entwicklung der Filme

Ausgangspunkt für die Entwicklung sind Silberkeime, das heißt, jene wenigen Silberionen eines Silberhalogenid-Kristalls, die bei der Belichtung in metallisches Silber umgewandelt wurden. Die nicht belichteten Silberionen wandern in die Nähe des Silberkeims und werden dort durch den Entwickler ebenfalls zu metallischem Silber reduziert. Da in einem einzigen Silberhalogenid-Kristall bis zu 1000 Silberionen vorhanden sind, ergibt sich durch die Entwicklung eine milliardenfache chemische Verstärkung des latenten Bildes.

Eine entwickelte photographische Emulsion enthält an den unbelichteten Stellen noch lichtempfindliches Silberhalogenid, das zur Stabilisierung des Bildes vollständig entfernt werden muss. Dies geschieht durch das Fixierbad und die anschließende Wässerung. Im Fixierbad werden die Silberhalogenide zunächst in ein schwerlösliches Doppelsalz umgewandelt, wobei die milchige Färbung der Schicht verschwindet (Klärzeit). In einer zweiten Phase werden dann leicht lösliche Silberthiosulfat-Komplexe gebildet, die sich durch die Wässerung aus der Emulsion entfernen lassen. Die bekanntesten Fixiersubstanzen sind Natriumthiosulfat (für normale Fixierbäder) und Ammoniumthiosulfat (für Schnellfixierbäder).

Umgangssprachlich wird unter 'Entwicklung' auch die gesamte Filmverarbeitung inklusive Fixierung, Wässerung und Trocknung verstanden.

Bitte keine mit Fixierbad in Berührung gekommenen Teile in den Entwickler bringen. Er wird sonst unbrauchbar!

Vorgang	Dauer (min)	
Entwicklung	5	Bad links
Zwischenwässern	1/2	Bad Mitte
Fixierbad	5	Bad rechts
Endgültiges Wässern	15	Bad ganz rechts
Trocknen	20	Trockenschrank mit Heizung

Tabelle 4: Entwicklung des belichteten Röntgenfilms

5 Auswertung

5.1 Beugungswinkel

Der Beugungswinkel wird mit mittels eines Lineals bestimmt. Dazu misst man den Abstand zwischen zwei gegenüberliegenden Intensitätsmaxima der gleichen Ordnung. Der Radius der Debye-Scherrer-Kammer beträgt $r=28.65$ mm. Deshalb entspricht ein Beugungswinkel von 1° , einem Abstand von 1mm auf dem Film.

5.2 Indizierung

Die Braggsche Gleichung erlaubt die Berechnung der Gitterkonstanten aus den Beugungswinkeln, wenn die Zuordnung der h, k, l Tripel zu jedem Reflex bekannt ist. Diese Zuordnung bezeichnet man als 'Indizierung' eines Beugungsbilds. Bei unbekanntem Substanzen ist das der schwierigste Schritt zur Strukturlösung aus Pulverproben, der nicht immer zu eindeutigen Ergebnissen führt. Im vorliegenden Fall erkennt man die Indizierung eindeutig durch einen Vergleich der beobachteten Reflexfolgen mit Reflexfolgen aus Modellrechnungen. Die Rechnungen werden für das innenzentrierte und flächenzentrierte kubische Kristallgitter durchgeführt. Unterschiedliche Gittertypen zeigen unterschiedliche Reflexmuster. Das heißt, in Folge aufsteigender Beugungswinkel fehlen einige Reflexe: Sie sind 'ausgelöscht', obwohl es ein ganzzahliges h, k, l Tripel für ihre Positionen gibt. Auslöschungen gibt es, wenn in der Elementarzelle noch kürzere Translationsvektoren enthalten sind, als die durch die Gitterkonstanten gegebenen. Das ist in innen- und flächenzentrierten Gittern der Fall, jeder der beiden Gittertypen zeigt deshalb eine charakteristische 'Auslöschungsregel'.

5.3 Berechnung der Gitterkonstanten und Fehlerrechnung

Ist die Indizierung bekannt, kann aus jedem Beugungswinkel die Gitterkonstante berechnet werden.

1. Bilden Sie zunächst den Mittelwert \bar{a} aus allen einzeln bestimmten a_{hkl} -Werten, und Berechnen Sie die Standardabweichung aus dem Fehler bei der Ablesung des Winkels.
2. Es kann gezeigt werden, dass systematische Fehler bei der Bestimmung der Gitterkonstanten für $\theta \rightarrow 90^\circ$ praktisch verschwinden. Daher kann die Gitterkonstante durch

entsprechende Extrapolation 'verfeinert' werden. Tragen Sie dazu die Gitterkonstanten a_{hkl} gegen $\cos^2(\theta)$ auf und führen sie eine lineare Extrapolation auf $\cos^2(\theta) = 0$ durch.

5.4 Vergleich mit Literaturwerten

Die ermittelten Gitterparameter \bar{a} und $a(\theta \rightarrow 90^\circ)$ sollen abschließend mit Literaturwerten verglichen werden. Dazu wird empfohlen, die unter der Url <http://icsd.fiz-karlsruhe.de> zugängliche Datenbank zu verwenden. Unter der Rubrik 'Advanced search & retrieve' -> 'Chemistry' können die Elemente in die Suchmaske eingegeben werden. Danach den Artikel markieren und auf 'Show detailed view' klicken. Bei der Angabe der Literaturwerte bitte immer die jeweilige Referenz, d.h. das Journal mit Artikelnummer mitangeben. Da die Seite eine IP-Authentifikation verwendet, kann sie nur innerhalb des Uni-Netzwerkes (d.h. Uni-Rechner oder VPN-Zugang) erreicht werden. Für die Literaturwerte bitte keine Quellen wie Wikipedia o.ä. verwenden.

6 Zur Vorbereitung

6.1 Fragen zur Vorbereitung

- Beschreiben Sie den Aufbau einer Röntgenröhre.
- Zeichnen (schematisch!) und beschreiben Sie das Röntgenspektrum (Photonenfluss vs. Wellenlänge) für eine Kupfer-Anode ohne Eigenfilterung.
- Was ist Cu-K α_1 , Cu-K α_2 und Cu-K β -Strahlung?
- Was passiert mit dem Spektrum, wenn die Strahlung gefiltert wird? (z.B. durch eine dünne Aluminium-Folie)
- Zeigen Sie ausgehend von Abbildung 7, dass bei maximaler konstruktiver Interferenz für die Phasenverschiebung ϕ , die Bedingung $\vec{d} \cdot \vec{q} = n$ (mit $n \in \mathbb{Z}$) erfüllt sein muss. Wobei der Streuvektor \vec{q} definiert wird durch $\vec{q} := \vec{k}_1 - \vec{k}_0$.
- Was ist der Strukturfaktor?
- Können Sie die thermische Änderung der Gitterkonstanten in diesem Experiment vernachlässigen?

6.2 Empfohlene Literatur

- Einführende Literatur
 1. Skript zu Experimentalphysik V, Prof. R. Kleiner und Prof. F. Schreiber:
<http://www.soft-matter.uni-tuebingen.de/teaching.html>
 2. Skript zur Kristallographie I und II, Prof. J. Ihringer:
<http://www.uni-tuebingen.de/uni/pki/skripten/skripten.html>
 3. C. Kittel, Einführung in die Festkörper-Physik, Oldenbourg Verlag, 2002
 4. N.W. Ashcroft, N.D. Mermin, Solid state physics, Harcourt College Publishers
- Weiterführende Literatur
 1. J. Als-Nielsen, Elements of modern x-ray physics, Wiley
 2. B.E. Warren, X-ray diffraction, Dover Publications
 3. L. Spieß, R. Schwarzer, H. Behnken, G. Teichert, Moderne Röntgenbeugung, Teubner 2005
 4. A. Taylor, H. Sinclair, On the determination of lattice parameters by the Debye-Scherrer method, Proc. Phys. Soc. **57** (1945) 126