

Versuch 1.13

Röntgenbeugung

Die Röntgenbeugung ist eine elementare Methode zur Strukturbestimmung von Festkörpern. In dem Praktikumsversuch führen Sie Messungen durch an einer Gold-Aufdampfschicht und einem Zinkblech. Sie ermitteln Gittertypen, bestimmen Gitterparameter, Vorzugsrichtungen der Kristallit-Orientierung in den Proben, lernen Netzebenen-Indizierungen, bestimmen die mittlere Korngröße und berechnen für Gold das reziproke Gitter.

A. Grundlagen

Raumgitter und reziprokes Gitter

Ein Kristall ist die dreidimensionale periodische Anordnung von Atomen oder Atomgruppen (Basis). Ordnet man jeder Basis einen Gitterpunkt zu, so entsteht durch die Periodizität ein Raumgitter. Von jedem Punkt dieses Gitters lassen sich die anderen Punkte durch Translationsvektoren $\mathbf{a} = n_1 \mathbf{a}_1 + n_2 \mathbf{a}_2 + n_3 \mathbf{a}_3$ erreichen, wobei n_1, n_2, n_3 ganze Zahlen sind. Durch die Vektoren $\mathbf{a}_1, \mathbf{a}_2, \mathbf{a}_3$ wird eine Elementarzelle aufgespannt, deren Volumen gegeben ist durch $\mathbf{a}_1 \times \mathbf{a}_2 \cdot \mathbf{a}_3$. Die Richtungen der $\mathbf{a}_1, \mathbf{a}_2, \mathbf{a}_3$ sind die kristallographischen Achsen, ihre Beträge die Gitterparameter. Hinsichtlich der Längen- und Winkelbeziehungen der $\mathbf{a}_1, \mathbf{a}_2, \mathbf{a}_3$ zueinander gibt es 7 Kristallsysteme (triklin, monoklin, orthorhombisch, tetragonal, hexagonal, rhomboedrisch, kubisch), bei Betrachtung aller möglichen Symmetrieeoperationen 14 fundamentale Raumgitter (Bravais-Gitter). Die 7 Kristallsysteme spalten nach Punktgruppen in insgesamt 32 Kristallklassen auf.

Für das Verständnis der Röntgenbeugung ist es zweckmäßig, den Begriff des reziproken Gitters einzuführen, das aufgespannt wird durch die Translationsvektoren $\mathbf{b} = m_1 \mathbf{b}_1 + m_2 \mathbf{b}_2 + m_3 \mathbf{b}_3$ mit ganzzahligen m_1, m_2, m_3 und den Basisvektoren

$$\mathbf{b}_1 = 2\pi \frac{\mathbf{a}_2 \times \mathbf{a}_3}{\mathbf{a}_1 \cdot \mathbf{a}_2 \times \mathbf{a}_3}, \quad \mathbf{b}_2 = 2\pi \frac{\mathbf{a}_3 \times \mathbf{a}_1}{\mathbf{a}_1 \cdot \mathbf{a}_2 \times \mathbf{a}_3}, \quad \mathbf{b}_3 = 2\pi \frac{\mathbf{a}_1 \times \mathbf{a}_2}{\mathbf{a}_1 \cdot \mathbf{a}_2 \times \mathbf{a}_3}, \quad (1)$$

sowie $\mathbf{a}_i \cdot \mathbf{b}_k = 2\pi \delta_{ik}$, wobei $\delta_{ik} = 1$ für $i = k$ und $\delta_{ik} = 0$ für $i \neq k$.

Die reziproken Vektoren $\mathbf{b}_1, \mathbf{b}_2, \mathbf{b}_3$ stehen senkrecht auf $\mathbf{a}_2$ und $\mathbf{a}_3$, $\mathbf{a}_3$ und $\mathbf{a}_1$, $\mathbf{a}_1$ und $\mathbf{a}_2$. Ihre Beträge sind proportional zu $1/a_1, 1/a_2, 1/a_3$. Es gilt

$$\begin{aligned} \mathbf{a} \cdot \mathbf{b} &= (n_1 \mathbf{a}_1 + n_2 \mathbf{a}_2 + n_3 \mathbf{a}_3) \cdot (m_1 \mathbf{b}_1 + m_2 \mathbf{b}_2 + m_3 \mathbf{b}_3) \\ &= 2\pi (n_1 m_1 + n_2 m_2 + n_3 m_3) = 2\pi \cdot \text{ganze Zahl} \end{aligned}$$

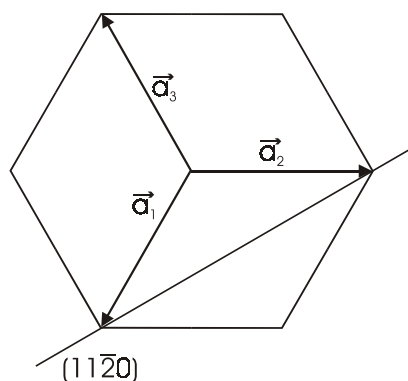


Fig. 1:
Grundfläche des hexagonalen Gitters
mit $(11\bar{2}0)$ -Ebene

Millersche Indizes

Eine mit Gitterpunkten besetzte Ebene im Kristall bezeichnet man als Netzebene. Sie kann durch die Achsenabschnitte ausgedrückt werden, die die Ebene schneiden. Ihre Kennzeichnung erfolgt üblicherweise durch die Millerschen Indizes (hkl) . Diese erhält man, indem man die Reziprokwerte der Achsenabschnitte n_1, n_2, n_3 so mit einer Zahl multipliziert, dass sie ganzzahlig, aber minimal werden. Die Vektoren des

reziproken Gitters stehen senkrecht auf den Netzebenen des normalen Gitters. Bei hexagonalen Gittern wird häufig eine zusätzliche Kristallachse eingeführt. In der Grundfläche hat man dann drei gleich lange Achsen, die jeweils um 120° zueinander versetzt sind (Fig. 1). Die 4. Achse (c-Achse) steht hierauf senkrecht. Die hierfür gültigen Millerschen Indizes lauten (hkl) , wobei gilt $h + k = -i$. Der Index l charakterisiert den c-Achsen-Abschnitt.

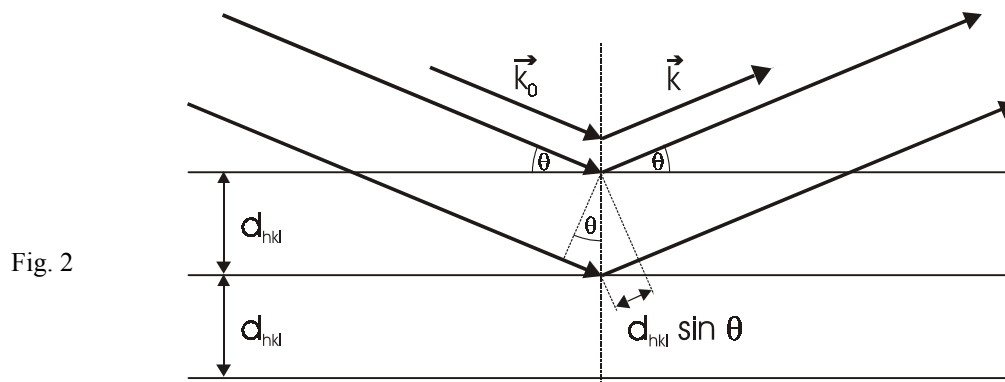
Winkelposition der Beugungslinien

a) Bragg-Gleichung

Die Winkelpositionen der Röntgenbeugungslinien lassen sich aus der Interferenz der an zwei aufeinander folgenden Netzebenen reflektierten Röntgenstrahlung berechnen. Wie aus Fig. 2 zu erkennen, tritt maximale Intensität auf, wenn für den Gangunterschied gilt

$$2 d_{hkl} \sin \Theta = j \lambda \quad (j = 1, 2, 3 \dots), \quad (2)$$

wobei d_{hkl} der Netzebenenabstand ist, λ die Wellenlänge und Θ der Einfallswinkel der Röntgenstrahlung auf die Netzebene (nicht auf die Kristalloberfläche!).



b) Laue-Gleichungen

Im klassischen Bild werden die Hüllenelektronen der Gitteratome durch die einfallende elektromagnetische Welle der Röntgenstrahlung zu erzwungenen Schwingungen angeregt. Hierdurch wird jedes Gitteratom zum Ausgangspunkt einer Kugelwelle von der Frequenz der einfallenden Welle. Die Sekundärwellen interferieren miteinander. Intensitätsmaxima am Beobachtungsort treten auf, wenn die Gangunterschiede der Streuwellen ganzzahlige Vielfache der Wellenlänge ergeben. Bezeichnet man wie in Fig. 2 den Wellenvektor der an einem Gitterpunkt einfallenden Strahlung mit $\vec{k}_0$ und den betragsgleichen Wellenvektor der auslaufenden Welle mit $\vec{k}$, so lässt sich ein Streuvektor $\Delta \vec{k} = \vec{k} - \vec{k}_0$ definieren. Beugungsmaxima treten auf, wenn gleichzeitig die 3 Laue-Gleichungen

$$\vec{a}_1 \cdot \Delta \vec{k} = 2\pi h \quad \vec{a}_2 \cdot \Delta \vec{k} = 2\pi k \quad \vec{a}_3 \cdot \Delta \vec{k} = 2\pi l \quad (3)$$

erfüllt sind für ganzzahlige Werte von h, k, l . Dies trifft zu, wenn $\Delta \vec{k}$ einem Translationsvektor im reziproken Gitter entspricht, wenn also gilt $\Delta \vec{k} = \vec{b}$. Eine sehr anschauliche Darstellung dieses Sachverhalts erhält man aus der Konstruktion der Ewald-Kugel.

Berechnung des Netzebenen-Abstands

Der Abstand d_{hkl} zweier Netzebenen (hkl) eines Kristallgitters lässt sich aus dem Vektor $\mathbf{b} = h\mathbf{b}_1 + k\mathbf{b}_2 + l\mathbf{b}_3$ des reziproken Gitters bestimmen durch

$$d_{hkl} = \frac{2\pi}{|\mathbf{b}|}. \quad (4)$$

Hieraus errechnet sich der Abstand zwischen den Netzebenen (hkl) als Funktion der Gitterparameter (Längen a_1, a_2, a_3 und Winkel α, β, γ zwischen den primitiven Gittervektoren $\mathbf{a}_i$) und vorgegebenen Miller-Indizes. Im Quadrat des Kehrwerts von Gl. (4)

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = (\mathbf{b} \cdot \mathbf{b}) = (h\mathbf{b}_1 + k\mathbf{b}_2 + l\mathbf{b}_3) \cdot (h\mathbf{b}_1 + k\mathbf{b}_2 + l\mathbf{b}_3)$$

werden die Produkte $\mathbf{b}_i \cdot \mathbf{b}_j$ durch die Definitionsgleichungen (1) ersetzt. Man erhält nach einiger Umrechnung

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{1}{V^2} (s_{hh} h^2 + s_{kk} k^2 + s_{ll} l^2 + 2s_{hk} hk + 2s_{kl} kl + 2s_{lh} lh).$$

V ist das Volumen der Elementarzelle.

$$V = a_1 a_2 a_3 \sqrt{1 - \cos^2 \alpha - \cos^2 \beta - \cos^2 \gamma + 2 \cos \alpha \cos \beta \cos \gamma}$$

und

$$\begin{aligned} s_{hh} &= a_2^2 a_3^2 \sin^2 \alpha & s_{hk} &= a_1 a_2 a_3^2 (\cos \alpha \cos \beta - \cos \gamma) \\ s_{kk} &= a_3^2 a_1^2 \sin^2 \beta & s_{kl} &= a_1^2 a_2 a_3 (\cos \beta \cos \gamma - \cos \alpha) \\ s_{ll} &= a_2^2 a_1^2 \sin^2 \gamma & s_{lh} &= a_1 a_2^2 a_3 (\cos \gamma \cos \alpha - \cos \beta) \end{aligned}$$

Für kubische Gitter ($a_1 = a_2 = a_3 = a, \alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$) wird hieraus

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (5)$$

und für hexagonale Gitter ($a_1 = a_2, \alpha = \beta = 90^\circ, \gamma = 120^\circ$)

$$d_{hkl} = \frac{a_1}{\sqrt{\frac{4}{3}(h^2 + hk + k^2) + \frac{a_1^2}{a_3^2} l^2}}. \quad (6)$$

Streuamplitude

Wir betrachten wir die zeitunabhängige Komponente einer ebenen elektromagnetischen Welle (Fig. 3), die ausgehend vom Bezugspunkt O mit dem Wellenvektor $\mathbf{k}_0$ durch einen Kristall läuft. Sie hat im Punkt P beim Auftreffen auf ein punktförmiges Streuzentrum im Abstand s vom Ursprung die elektrische Feldamplitude

$$A_P = A' \exp(i\mathbf{k}_0 \cdot \mathbf{s}), \quad (7)$$

wobei A' die Anfangsamplitude bei O ist. Wenn O mit einem Gitterpunkt übereinstimmt, gilt für den Abstand

$$\mathbf{s} = \mathbf{a} + \mathbf{q} = n_1 \mathbf{a}_1 + n_2 \mathbf{a}_2 + n_3 \mathbf{a}_3 + \mathbf{q}_j \quad (8)$$

mit $\mathbf{q}_j = u_j \mathbf{a}_1 + v_j \mathbf{a}_2 + w_j \mathbf{a}_3$.

$\mathbf{a}$ ist ein Translationsvektor des Gitters. Der Basisvektor $\mathbf{q}_j$ gibt die Position des j ten Atoms in der Elementarzelle an. Im Punkt P wird der Anteil f der auftreffenden Amplitude gestreut. Die gestreute Kugelwelle breitet sich mit dem Wellenvektor $\mathbf{k}$ aus. Ihre Amplitude A_B am Beobachtungspunkt B, im Abstand ρ ist

$$A_B = f (A_P / \rho) \exp(i \mathbf{k} \cdot \rho) \text{ mit } |\mathbf{k}| = |\mathbf{k}_0| = 2\pi/\lambda. \quad (9)$$

Da der Beobachtungsabstand wesentlich größer ist als die Probenausdehnung, gilt $r \gg s$. Da $\rho = \mathbf{r} - \mathbf{s}$, kann ρ durch $\mathbf{r}$ ersetzt werden. Mit (7) wird dann aus Gl. (9)

$$A_B = f (A' / \rho) \exp(i \mathbf{k}_0 \cdot \mathbf{s}) \exp[i \mathbf{k} \cdot (\mathbf{r} - \mathbf{s})] = f (A' / r) \exp(i \mathbf{k} \cdot \mathbf{r}) \exp[i (\mathbf{k} - \mathbf{k}_0) \cdot \mathbf{s}]$$

Mit $\mathbf{k} - \mathbf{k}_0$ lässt sich dies umschreiben zu $A_B = (f A_0) \exp(i \Delta \mathbf{k} \cdot \mathbf{s})$, wobei $A_0 = (A' / r) \exp(i \mathbf{k} \cdot \mathbf{r})$. Betrachtet man statt der Streuung an einem einzigen Gitterpunkt die Streuung des Gesamtkristalls, so liefert die Summation über alle Atome

$$\begin{aligned} A_{tot} &= A_0 \sum_{n_1, n_2, n_3} \sum_j f_j \exp(i \Delta \mathbf{k} \cdot \mathbf{s}_{n,j}) \\ &= A_0 \sum_j f_j \exp(i \Delta \mathbf{k} \cdot \mathbf{s}_{n,j}) \sum_{n_1, n_2, n_3} \exp[i \Delta \mathbf{k} \cdot (n_1 \mathbf{a}_1 + n_2 \mathbf{a}_2 + n_3 \mathbf{a}_3)] \end{aligned} \quad (10)$$

Der zweite Summenterm in Gl. (10) wird maximal, wenn die Laue-Gleichungen erfüllt sind, bzw. wenn $\Delta \mathbf{k}$ einem reziproken Gittervektor entspricht. Den ersten Summenterm bezeichnet man als Strukturfaktor S . Auch hier kann $\Delta \mathbf{k}$ durch einen reziproken Gittervektor $h \mathbf{b}_1 + k \mathbf{b}_2 + l \mathbf{b}_3$ dargestellt werden und man erhält

$$S_{hkl} = \sum_j f_j \exp[2\pi i (h u_j + k v_j + l w_j)]. \quad (11)$$

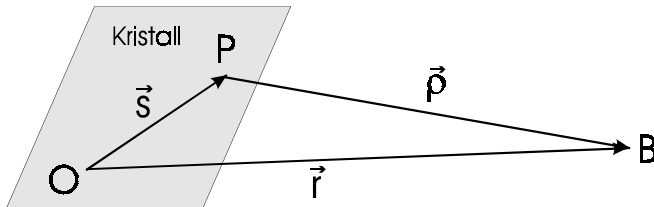


Fig. 3

Dabei wurde nicht berücksichtigt, dass die Atome des Kristallgitters temperaturabhängig Schwingungen ausführen, was zu einer Schwächung der Röntgenreflexe führt. Diesen Effekt erfasst der Debye-Waller-Faktor. Bei Gittern mit einer Basis können Kombinationen von Indizes h, k, l auftreten, für die S_{hkl} null wird.

Der atomare Streufaktor f_j in Gl. (11) wird auch Formfaktor genannt. Er ist gleich dem Verhältnis aus der Amplitude einer an der tatsächlichen Elektronenverteilung eines Atoms gestreuten Welle und der Amplitude einer an einem freien Elektron gestreuten Welle. Bei Röntgenstrahlung hängt wegen der Trägheit der Atomkerne das Streuvermögen nur von den

Elektronen der Atomhülle ab. Diese können Interferenzen innerhalb des Atoms verursachen. Durch

$$f_j = \int c(R) \exp(i\mathbf{R} \cdot \Delta\mathbf{k}) dV$$

wird über $c(R)$ die Elektronen-Konzentration im Abstand R vom Atomzentrum erfasst. f_j nimmt mit zunehmendem Beugungswinkel Θ ab. Für $\Theta = 0^\circ$ oder wenn $R = 0$ für alle Elektronen gelten würde, wäre f_j exakt gleich der Ordnungszahl des betreffenden Atoms.

Indizierung gemessener Reflexe bei kubischen Gittern

Ersetzen von d_{hkl} in Gl. (2) durch Gl. (5) ergibt

$$\frac{\sin^2 \Theta}{h^2 + k^2 + l^2} = \frac{\lambda^2}{4a^2}.$$

Demnach bleibt der Quotient $\frac{\sin^2 \Theta}{h^2 + k^2 + l^2}$ konstant, wenn man aus den Beugungslinien einer

Messung $\sin^2 \Theta$ bestimmt und durch $h^2 + k^2 + l^2$ der zugehörigen Millerschen Indizes (hkl) dividiert. Die passenden Indizes findet man, indem man für n Linien des gemessenen Spektrums ($n \geq 3$) die Werte von $\sin^2 \Theta$ in n Spalten nebeneinander schreibt und in den folgenden Zeilen durch ganze Zahlen 2, 3, ... dividiert. Bei kubischem Gitter müssen schließlich gleiche Werte in allen n Spalten auftreten. Die ganzen Zahlen der Division der entsprechenden Zeilen geben $h^2 + k^2 + l^2$ an. Aus ihnen lassen sich leicht die zugehörigen (hkl) ermitteln. Tab. 2 veranschaulicht dieses Verfahren anhand der in Tab. 1 gezeigten Winkellagen und Millerschen Indizes der ersten 3 Reflexe des kubischen Gitters von FeS_2 ($n = 3$). Werte-Übereinstimmung tritt zwischen den Zeilen 3, 4 und 5 auf. Hierfür gilt:

$$\begin{array}{llll} \text{Zeile 3:} & 3 = 1^2 + 1^2 + 1^2 & \Rightarrow & (hkl) = (111) \\ \text{Zeile 4:} & 4 = 2^2 + 0^2 + 0^2 & \Rightarrow & (hkl) = (200) \\ \text{Zeile 5:} & 5 = 2^2 + 1^2 + 0^2 & \Rightarrow & (hkl) = (210) \end{array}$$

Tab. 1: Die ersten 3 Beugungslinien von FeS_2 für Cu-K α 1-Strahlung

2Θ	$\sin^2\Theta$	h	k	l
28.513	0.0606455	1	1	1
33.084	0.0810644	2	0	0
37.107	0.1012449	2	1	0

Tab.2: Bestimmung der (hkl) aus den Winkeln von Tab. 1

	$\sin^2\Theta$ (1)	$\sin^2\Theta$ (2)	$\sin^2\Theta$ (3)	h	k	l
1	0.06065	0.08106	0.10124			
2	0.03032	0.04053	0.05062			
3	0.02022	0.02702	0.03375	1	1	1
4	0.01516	0.02027	0.02531	2	0	0
5	0.01213	0.01621	0.02025	2	1	0
6	0.01011	0.01351	0.01687			
7	0.00866	0.01158	0.01446			
8	0.00758	0.01013	0.01266			

Abschätzung der Korngröße aus der Halbwertsbreite der Beugungslinien (Scherrer-Formel)

Die Halbwertsbreite $\Delta(2\Theta)$ der Röntgenbeugungslinien beim Streuwinkel 2Θ hängt außer von apparativen Parametern (z.B. Spaltbreiten, Wellenlängen-Unschärfe der Primärstrahlung) auch von der Korngröße der Kristallite der untersuchten Probe ab. Sie wächst mit abnehmender Korngröße, also mit abnehmender Zahl beteiligter Netzebenen. Bei der Herleitung der Laue-Gleichungen (3) erhält man für die gestreute Gesamtintensität an N_i Netzebenen Proportionalität zu

$$\frac{\sin^2(N_1 \Delta \mathbf{k} \cdot \mathbf{a}_1)}{\sin^2(\Delta \mathbf{k} \cdot \mathbf{a}_1)} \frac{\sin^2(N_2 \Delta \mathbf{k} \cdot \mathbf{a}_2)}{\sin^2(\Delta \mathbf{k} \cdot \mathbf{a}_2)} \frac{\sin^2(N_3 \Delta \mathbf{k} \cdot \mathbf{a}_3)}{\sin^2(\Delta \mathbf{k} \cdot \mathbf{a}_3)} \quad (12)$$

Die Quotienten in (12) treten in gleicher Weise bei der Beugung an eindimensionalen Gittern mit N Spalten auf. Hier wie bei der Röntgenbeugung gibt es zwischen den Hauptmaxima $(N - 2)$ Nebenmaxima, die bei hohem Wert von N verschwinden. Mit abnehmendem N werden die Haupt- und Nebenmaxima breiter, die Nebenmaxima nehmen zu und die Intensität der Hauptmaxima, die proportional zu N^2 ist, sinkt. Diesen Effekt kann man ausnutzen, um mit der Scherrer-Formel

$$L = \frac{K\lambda}{\Delta H(2\Theta) \cos \Theta} \quad (13)$$

aus der größenabhängigen Zunahme der Halbwertsbreite $\Delta H(2\Theta)$ der Beugungslinien den mittleren Korndurchmesser L der Probenkristallite in der Normalenrichtung senkrecht zur erfassten Netzebene abzuschätzen. $H(2\Theta)$ ist im Bogenmaß anzugeben. λ ist die Wellenlänge und K eine dimensionslose Konstante, die für kubische Gitter 0.94 beträgt und je nach Kristallitgestalt zwischen 0.89 und 1.39 liegen kann.

Es ist zu beachten, dass $\Delta H(2\Theta)$ nur eine Halbwertsbreiten-Zunahme darstellt, jedoch nicht die tatsächliche aus der Messung resultierende Halbwertsbreite $H(2\Theta)$. Diese beinhaltet neben $\Delta H(2\Theta)$ einen von der Apparatur abhängigen Anteil $H_{\text{App}}(2\Theta)$. Beide Größen sind durch eine Faltung miteinander verknüpft. Je nach Apparaturgegebenheiten liegt $\Delta H(2\Theta)$ in einem Intervall, das sich ergibt aus den beiden Sonderfällen

$$H(2\Theta) = H_{\text{App}}(2\Theta) + \Delta H(2\Theta) \quad \text{und} \quad H(2\Theta)^2 = H_{\text{App}}(2\Theta)^2 + \Delta H(2\Theta)^2. \quad (14)$$

Da $\Delta H(2\Theta)$ bei großen Korndurchmessern verschwindet, lässt sich $H_{\text{App}}(2\Theta)$ an entsprechenden Proben in Testmessungen bestimmen. Bei der Röntgenbeugungs-Anlage des Praktikumsversuchs variiert $H_{\text{App}}(2\Theta)$ zwischen 0.046° und 0.100° im Bereich der Spaltkombinationen 0.1/0.01/0.05 und 2/2/1. Für die Spalte 0.6/0.6/0.2 beträgt $H_{\text{App}}(2\Theta)$ 0.058° . Die Scherrer-Formel wird benutzt für Korngrößen im Bereich zwischen ca. 10 – 100 nm. Sie liefert in der beschriebenen Anwendungsweise nur Näherungswerte wegen der Unsicherheit, welche der beiden Gleichungen in (14) gültig ist. Die Ergebnisse der beiden Näherungen werden für abnehmende Werte von L jedoch immer ähnlicher, weil dann $\Delta H(2\Theta)$ stärker gegenüber $H_{\text{App}}(2\Theta)$ dominiert. Für $L < 10$ nm ist es allerdings schwierig, bei hinreichender Winkelauflösung noch ausreichende Linienintensitäten zu erhalten.

B. Messverfahren

Die Messungen werden an einem $\Theta/2\Theta$ -Diffraktometer in Bragg-Brentano-Geometrie durchgeführt. Anlagen-Steuerung, Erfassung und Auswertung der Messdaten erfolgen über PC-Programme. Es wird mit $\text{Cu-K}\alpha$ -Strahlung gearbeitet. Ein Graphit-Sekundärmonochromator unterdrückt die $\text{Cu-K}\beta$ -Strahlung. Zum Strahlungsnachweis dient ein NaJ:Tl -Szintillator mit Photo-Sekundärelektronenvervielfacher (PSEV). Während der Messung dreht sich die Probe. Gleichzeitig wird der Detektor so mitgeführt, dass Einfallswinkel und Ausfallswinkel zur Realisierung der Bragg-Bedingung gleich sind. Für die Apertur-, Streustrahl- und Monochromatorblende stehen unterschiedlich breite Spalte zur Verfügung (Spaltbreitenangaben in Millimetern), mit denen ein Kompromiss zwischen den Bedürfnissen optimaler Winkelauflösung und ausreichender Beugungsintensität angestrebt wird.

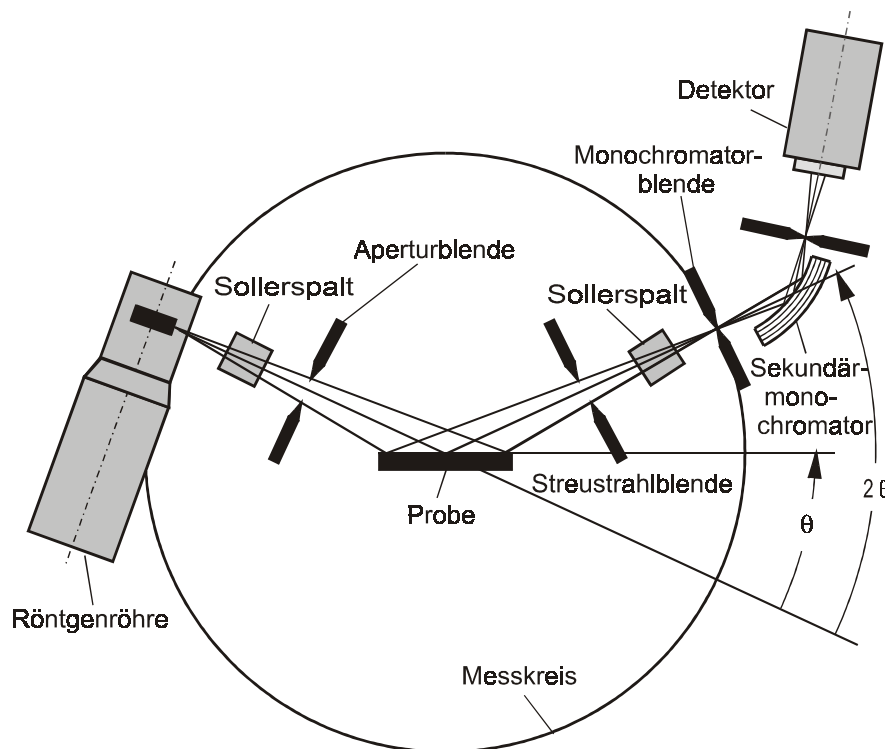


Fig. 3:
Bragg-Brentano-
Anordnung des
Spektrometers

C. Aufgaben

Sie führen Messungen durch an einer Goldprobe mit kubischem und einer Zinkprobe mit hexagonalem Gitter.

a) Gold:

1. Nehmen Sie an einer Gold-Dünnschicht mit dem Programm *Immediate Measurement* (*adjust*) ein Röntgenbeugungs-Übersichtsspektrum auf im Winkelbereich von 35 - 85 Grad (Mode locked coupled, Spalte 2/2/1, Schrittweite 0.05, Messdauer ca. 30 min) und drucken Sie dieses Spektrum mit dem Programm *EVA* aus.
Die Gitterstruktur von Gold ist kubisch. Bestimmen Sie für die 3 höchsten gemessenen Beugungslinien die Millerschen Indizes und entscheiden Sie unter Berücksichtigung des Strukturfaktors, ob das Gitter von Gold einfach kubisch (sc), kubisch flächenzentriert (fcc) oder kubisch raumzentriert (bcc) ist. Geben Sie an und begründen Sie, welche Reflexe bei (fcc) und (bcc) im Vergleich zu (sc) fehlen.

In Tab. 3 sind die relativen Beugungsintensitäten eines Pulverspektrums von Gold angegeben. Der Vergleich mit Ihrem Messergebnis zeigt, in welchem Ausmaß die Kristallite Ihrer Aufdampfschicht eine Vorzugsorientierung (Texturierung) aufweisen.

2. Nehmen Sie mit verbesserter Auflösung ein weiteres Röntgenbeugungsspektrum auf im ausschließlichen Winkelbereich der bei Aufgabe 1 gefundenen Hauptlinie (Spalte 0.6/0.6/0.2, Schrittweite 0.002).
3. Auswertung des Messergebnisses von Aufgabe 2:
 - Wegen der geringen Dicke der Goldschicht kann bei Aufgabe 2 nicht mit optimal dünnen Spalten gemessen werden. Die hieraus resultierende Auflösungsbegrenzung verhindert eine Unterscheidung der Beugungsreflexe für die $K\alpha_1$ - und $K\alpha_2$ -Strahlung. Mit dem Programm *EVA* lässt sich aber eine Entfaltung vornehmen, die aus der Überlagerung der Linien von $K\alpha_1$ - und $K\alpha_2$ -Strahlung den $K\alpha_2$ -Anteil eliminiert. Subtrahieren Sie hierfür in *EVA* zunächst den Untergrund (*Backgnd*) und führen Sie dann den Programmpunkt *Strip KA2* durch. Durch *Append* werden die neuen Kurven zusätzlich zu den alten gezeichnet. Bestimmen Sie für die Winkelposition der Wellenlänge von $K\alpha_1$ -Strahlung die Halbwertsbreite und exakte Winkelposition der Beugungslinie und berechnen Sie den Gitterparameter von Gold.
 - Drucken Sie das gemessene Spektrum der Aufgabe 2. mit dem Programm *EVA* aus, zusammen mit den Spektren aus den Auswerte-Operationen von Aufgabe 3.
 - Berechnen Sie unter Verwendung des ermittelten Gitterparameters die Dichte von Gold (Avogadrozahl = $6.023 \cdot 10^{23} \text{ mol}^{-1}$, relative Atommasse von Gold = 196.9665 g/mol).
 - Zeichnen Sie die Anordnung der Atome in der Netzebene, für die Sie bei Aufgabe 1 eine Vorzugsorientierung festgestellt haben. Geben Sie in dieser Zeichnung die Atomabstände an, die sich aus dem ermittelten Gitterparameter von Gold ergeben.
 - Berechnen Sie für den ermittelten Gitterparameter die Winkellage des Reflexes für $K\alpha_2$ -Strahlung und zeichnen Sie diese zusätzlich zur Lage der $K\alpha_1$ -Linie in das Beugungsspektrum von Aufgabe 2 ein. Geben Sie die zu $K\alpha_1$ und $K\alpha_2$ gehörigen Energien in Elektronenvolt an.
 - Bestimmen Sie aus der Halbwertsbreite der $K\alpha_1$ -Linie mit der Scherrer-Formel näherungsweise die Kristallitgröße in der Goldschicht.
4. Berechnen Sie die Gittervektoren des reziproken Gitters von Gold.

b) Zink

Nehmen Sie an einem Zinkblech mit dem Programm *Immediate Measurement (adjust)* ein Röntgenbeugungs-Übersichtsspektrum auf im Winkelbereich von 30 - 85 Grad (Mode locked coupled, Spalte 2/2/1, Schrittweite 0.05, Messdauer ca. 30 min).

Drucken Sie dieses Spektrum mit *EVA* aus und kennzeichnen Sie die einzelnen Linien mit den zugehörigen Millerschen Indizes anhand der in Tab. 4 aufgelisteten Reflexe einer Zn-Pulver-

probe, und zwar sowohl mit der dreiachsigen als auch der vierachsigen Notation. Sie werden feststellen, dass – wie bei der Goldprobe – auch hier eine Vorzugsorientierung besteht.

1. Führen Sie analog zur Vorgehensweise bei Gold zwei weitere Messungen mit verbesserter Auflösung durch (Spalte 0.6/0.6/0.2, Schrittweite 0.002) und berechnen Sie hieraus die beiden Gitterparameter a und c von Zink. Für die exakte Winkelbestimmung wenden Sie erneut die Funktionen Untergrund-Subtraktion und $K\alpha_2$ -Stripping von *EVA* an. Berechnen Sie mit den ermittelten Gitterparametern die 2θ -Winkellage der Beugung an der $(10\bar{1}3)$ -Ebene und vergleichen Sie das Ergebnis mit Ihrer Übersichtsmessung aus Aufgabe 1. Berechnen Sie das Verhältnis c/a der hexagonal dichtesten Kugelpackung und vergleichen Sie diesen Wert mit dem Verhältnis c/a Ihrer Gitterparameter-Bestimmung von Zink.
2. Zeichnen Sie in die beiden der Anleitung beigegefügt dreidimensionalen Darstellungen des hexagonalen Gitters schraffiert die (102) - und die (112) -Ebene ein. Auf dem gleichen Blatt befindet sich ein Sechseck, das die Grundfläche des hexagonalen Gitters darstellen soll. Geben sie an den 6 Außenkanten in 3er- und 4er-Notation die Bezeichnungen der Netzebenen an, die senkrecht auf diesen Kanten stehen. Markieren Sie in allen 3 Darstellungen die a_1 -, a_2 - und a_3 -Richtungen der 4er-Notation.

Hinweise:

Am Messrechner des Röntgenspektrometers können Auswertungen durchgeführt werden, während im Hintergrund Messungen laufen.

Es ist die Praktikums-Kurzanleitung für die Durchführung von Beugungs-Messungen mit dem Röntgenspektrometer zu beachten.

Die Röntgenröhre wird vom Betreuer in Betrieb genommen und nach dem Versuch ausgeschaltet. Sie darf nicht mit mehr als 20 mA, 40 kV betrieben werden!

D. Daten

Wellenlängen: Cu - $K\alpha_1$: 0.1540598 nm
 Cu - $K\alpha_2$: 0.1544426 nm
 Cu - $K\bar{\alpha}$: 0.1541874 nm

Tab. 3: Röntgenbeugungslinien von Gold-Pulver

2θ	Normierte Intensität
38.184	100
44.392	52
64.576	32
77.547	36
81.721	12
98.133	6
110.798	23
115.259	22
135.416	23

Tab. 4: Röntgenbeugungslinien von Zink-Pulver

2θ	Normierte Intensität	h	k	l
36.295	53	0	0	2
38.991	40	1	0	0
43.230	100	1	0	1
54.333	28	1	0	2
70.053	25	1	0	3
70.657	21	1	1	0
77.024	2	0	0	4
82.098	23	1	1	2
83.761	5	2	0	0

E. Literatur

- CH. KITTEL, *Einführung in die Festkörperphysik*, Oldenbourg-Verlag
- CH. WEISSMANTEL, C. HAMANN, *Grundlagen der Festkörperphysik*, Johann Ambrosius Barth Verlag
- H. KRISCHNER, B. KOPPELHUBER-BITSCHNAU, *Röntgenstrukturanalyse und Rietveld-methode*, Vieweg
- B.E. WARREN, *X-Ray Diffraction*, Addison-Wesley
- M. BÖHM, A. SCHARMANN, *Höhere Experimentalphysik*, VCH Weinheim
- R.L. SNYDER, *X-Ray Diffraction*, In: *Materials Science and Technology*, Vol. 2A, *Characterization of Materials*, Part I, VCH Weinheim

