

# **Physikalisches Praktikum für Fortgeschrittene im II. Physikalischen Institut**

## **Versuch Nr. 24: Röntgenographische Methoden**

Betreuer: M. Cwik, Tel.: 470 3574, E-mail: cwik@ph2.uni-koeln.de

November 2004

Im vorliegenden Versuch werden zwei in der Festkörperphysik gängige Charakterisierungsmethoden für kristalline Proben vorgestellt. Das Laue-Rückstrahlverfahren erlaubt es, die Symmetrien eines Einkristalls zu analysieren und anhand dieser den Einkristall für weitere Untersuchungen zu orientieren. Über die Pulverdiffraktometrie können Gitterkonstanten, lokale Symmetrien eines Atomes zu seinen Bindungspartnern und bei geeigneten Verbindungen sogar Atompositionen in der Elementarzelle untersucht werden.

### **1 Voraussetzungen**

Zur erfolgreichen Durchführung des Versuches informieren sie sich bitte über folgende Themengebiete:

- Physik der Röntgenstrahlung [4]:
  - Erzeugung von Röntgenstrahlung, Funktionsweise einer Röntgenröhre, Bremsstrahlung, charakteristische Strahlung
  - Wechselwirkung von Röntgenstrahlung mit Materie
  - Thomsonstreuung, Absorption, Atomformfaktor
- Beugung von Strahlung an periodischen Gittern [2]:
  - Beugung von ebenen Wellen am primitiven Punktgitter, Bragg'sche Gleichung, Ewald'sche Konstruktion, Streubeitrag aller Atome der Elementarzelle: Strukturfaktor, systematische Auslöschen
- Struktur von Kristallen [1, 2]:
  - Symmetrie in Kristallen, sc-, bcc- und fcc-Gitter

- Stereographische Projektion, Wulff'sches Netz, Greninger-Karte
- Experimentelle Methoden [5, 4, 2]:
  - Laue-Verfahren
  - Pulverdiffraktometrie

## 2 Kontrollfragen

Nach der Vorbereitung sollten sie folgende Fragen beantworten können:

- Welche Bravaisgitter werden beim kubischen Kristallsystem unterschieden? Welche Auslöschungsbedingungen gelten für diese?
- Warum können unter Umständen in einem Pulverdiffraktogramm ausgelöschte Reflexe auf einem Lauebild beobachtet werden?
- Wie wird die (100)-,(110)- und (111)-Standardprojektion für ein kubisches System aufgestellt?
- Wie leitet man den Strukturfaktor aus der Fouriertransformation der Elektronendichteverteilung her?

## 3 Versuchsdurchführung

### 3.1 Laue-Verfahren

1. Von der plangeschliffenen Grenzfläche eines bekannten Einkristalls (Si oder Ni) ist eine Laue-Rückstrahl-Aufnahme anzufertigen. Der Kristall wird hierzu in einem Abstand von 3 cm zur Röntgenfilmhalterung auf der Laue-Kamera montiert.  
Die Röntgenanlage darf nur in Gegenwart eines Assistenten eingeschaltet werden !!
2. Nach der Aufnahme ist eine Ecke des Filmes so zu markieren, dass die Orientierung des Filmes zum Kristall festgehalten wird.
3. Die Belichtung erfolgt nach der Betriebsanleitung am Gehäuse der Laue-Kamera. Die Belichtungszeit beträgt (bei 45 kV, 17.5 mA, Blendendurchmesser 1 mm) 3 Minuten.
4. Man orientiere mit Hilfe der Greninger-Karte und der stereographischen Projektion den Kristall in Richtung eines Symmetriepunktes.

### 3.2 Pulverdiffraktometrie

1. Von zwei Pulverproben sind Röntgendiffraktogramme in einem Winkelbereich von  $20^\circ \leq 2\cdot\theta \leq 108^\circ$  anzufertigen. Als Anodenmaterial wird in der Röntgenröhre Cu mit den charakteristischen Wellenlängen  $\lambda_{K\alpha 1}=1.540560 \text{ \AA}$  und  $\lambda_{K\alpha 2}=1.544390 \text{ \AA}$  im Verhältnis 2:1 verwendet.

## 4 Aufgaben

### 4.1 Laue-Rückstrahlverfahren

1. Die Aufnahme für den nicht orientierten Kristall ist auf Transparentpapier zu übertragen. Dabei ist der Durchstrahlpunkt sorgfältig festzulegen.
2. Die Reflexe sind mit Hilfe einer Greninger-Karte und eines Wulff'schen Netzes (siehe Anhang) in die stereographische Projektion zu übertragen (ebenfalls auf Transparentpapier).

3. Es ist ein Symmetriepunkt aufzusuchen und die stereographische Projektion der Aufnahme so umzuwälzen, daß dieser in der Mitte zu liegen kommt. Daran kann die Symmetrie (Zähligkeit) ermittelt werden.
4. Für die aufgrund der Zähligkeit identifizierte Richtung ist für das betreffende Kristallsystem ein Polfigur anzufertigen. Dazu ist die entsprechende Standardprojektion unter Verwendung der Winkeltabellen (siehe Anhang) mit Hilfe des Wulff'schen Netzes umzuzeichnen und zu ergänzen. Mit dieser Vorlage ist die umgewälzte stereographische Projektion zu vergleichen und die Reflexe zu identifizieren.
5. Geben Sie die Orientierung des Kristalls an, indem Sie z.B. die Lage der drei  $<100>$ -Richtungen in einem mit dem Film fest verbundenem Koordinatensystem angeben. Man vergleiche die Drehwinkel mit den während der Durchführung gefundenen Winkeln.
6. Für die stärksten Reflexe sind die Wellenlängen zu berechnen.

## 4.2 Pulverdiffraktometrie

1. Berechnen sie den Strukturfaktor für eine einfach kubische, eine kubisch raumzentrierte (bcc) und eine kubisch flächenzentrierte (fcc) Struktur. Welche Auslösungsbedingungen gelten?
2. Indizieren sie die Reflexe im Pulverdiffraktogramm für die drei kubischen Strukturen. Hierbei ist bei großen Winkeln unter Umständen eine Aufspaltung der Reflexe zu beachten. Warum? Tragen sie je in einem Diagramm  $\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$  gegen  $\sin(\theta)$  auf? Um welche der drei kubischen Strukturen handelt es sich?
3. Bestimmen sie die Gitterkonstante und anhand der Tabelle „Kristallstrukturen der Elemente“ in [3] das Probenmaterial.

## Literatur

- [1] S. Haussühl, *Kristallgeometrie*, 2. Aufl., VCH Taschentext (1993)
- [2] C. Giacovazzo, *Fundamentals of Crystallography*, 18. Aufl., Oxford Univ. Press (1995)
- [3] C. Kittel, *Einführung in die Festkörperphysik*, 5. Aufl., R. Oldenbourg Verlag München (1980)
- [4] W. Kleber, *Einführung in die Kristallographie*, 18. Aufl., Verlag Technik Berlin (1998)
- [5] K. Massa, *Kristallstrukturbestimmung*, B. G. Teubner Stuttgart (1996)
- [6] H. Neff, *Grundlagen und Anwendung der Röntgen-Feinstruktur-Analyse*, 2. Aufl., R. Oldenbourg Verlag München (1962)

## A Standardprojektionen

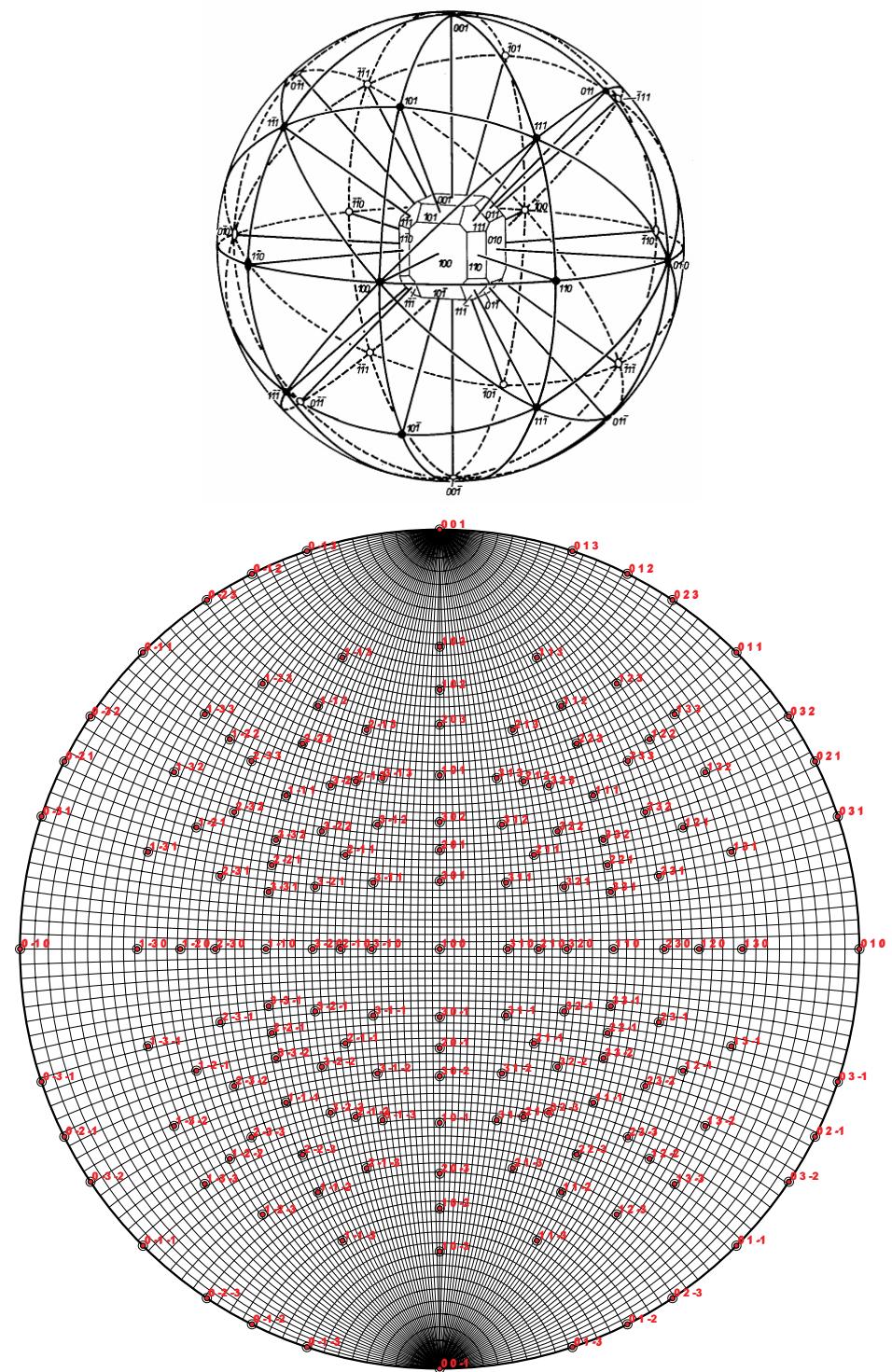


Abbildung 1: Sphärische Projektion mit (100)-Standardprojektion eines kubischen Kristalls aus [6]

| $h_1 k_1 l_1$ | $h_2 k_2 l_2$ |       | $h_1 k_1 l_1$ | $h_2 k_2 l_2$ |     |       |       |       |
|---------------|---------------|-------|---------------|---------------|-----|-------|-------|-------|
| 100           | 100           | 0.00  | 90.00         | 110           | 110 | 0.00  | 60.00 | 90.00 |
|               | 110           | 45.00 | 90.00         |               | 111 | 35.26 | 90.00 |       |
|               | 111           | 54.74 |               |               | 210 | 18.43 | 50.77 | 71.56 |
|               | 210           | 26.56 | 63.43         | 90.00         | 211 | 30.00 | 54.74 | 73.22 |
|               | 211           | 35.26 | 65.90         |               | 221 | 19.47 | 45.00 | 76.37 |
|               | 221           | 48.19 | 70.53         |               | 310 | 26.56 | 47.87 | 63.43 |
|               | 310           | 18.43 | 71.56         | 90.00         | 311 | 31.48 | 64.76 | 90.00 |
|               | 311           | 24.24 | 72.45         |               | 320 | 11.31 | 53.96 | 66.91 |
|               | 320           | 33.69 | 56.31         | 90.00         | 321 | 19.11 | 40.89 | 55.46 |
|               | 321           | 36.70 | 57.69         | 74.50         | 322 | 30.96 | 46.69 | 80.12 |
|               | 322           | 43.31 | 60.98         |               | 331 | 13.26 | 49.54 | 71.07 |
|               | 331           | 46.51 | 76.74         |               | 332 | 25.24 | 41.08 | 81.33 |
|               | 332           | 50.24 | 64.76         |               | 410 | 30.96 | 46.69 | 59.04 |
|               | 410           | 14.04 | 75.96         | 90.00         | 411 | 33.56 | 60.00 | 70.53 |
|               | 411           | 19.47 | 76.37         |               | 421 | 22.21 | 39.51 | 62.42 |
|               | 421           | 29.20 | 64.12         | 77.40         | 430 | 8.13  | 55.55 | 64.90 |
|               | 430           | 36.87 | 53.13         | 90.00         | 431 | 13.90 | 46.10 | 56.31 |
|               | 431           | 38.33 | 53.96         | 78.69         | 432 | 23.20 | 38.02 | 48.96 |
|               | 432           | 42.03 | 56.14         | 68.20         | 433 | 31.91 | 43.31 | 83.03 |
|               | 433           | 46.69 | 59.04         |               | 441 | 10.02 | 52.01 | 68.33 |
|               | 441           | 45.87 | 79.98         |               | 443 | 27.94 | 39.37 | 83.66 |
|               | 443           | 51.34 | 62.06         |               | 510 | 33.69 | 46.10 | 56.31 |
|               | 510           | 11.31 | 78.69         | 90.00         | 511 | 35.26 | 57.02 | 74.21 |
|               | 511           | 15.79 | 78.90         |               | 520 | 23.20 | 48.96 | 66.80 |
|               | 520           | 21.80 | 68.20         | 90.00         | 521 | 25.35 | 39.23 | 58.91 |
|               | 521           | 24.09 | 68.58         | 79.48         | 522 | 30.50 | 60.50 | 68.33 |
|               | 522           | 29.50 | 69.62         |               | 530 | 14.04 | 52.67 | 68.67 |
|               | 530           | 30.96 | 59.04         | 90.00         | 531 | 17.02 | 44.18 | 61.44 |
|               | 531           | 32.31 | 59.53         | 80.27         | 532 | 23.41 | 36.59 | 55.00 |
|               | 532           | 35.80 | 60.88         | 71.07         | 533 | 30.38 | 49.68 | 77.54 |
|               | 533           | 40.32 | 62.77         |               | 540 | 6.34  | 56.48 | 63.78 |
|               | 540           | 38.66 | 51.34         | 90.00         | 541 | 10.89 | 49.11 | 56.94 |
|               | 541           | 39.51 | 51.89         | 81.12         | 542 | 18.43 | 42.45 | 50.77 |
|               | 542           | 41.81 | 53.40         | 72.65         | 543 | 25.84 | 36.87 | 45.57 |
|               | 543           | 45.00 | 55.55         | 64.90         | 544 | 32.55 | 41.47 | 84.62 |
|               | 544           | 48.53 | 58.01         |               | 551 | 8.05  | 53.55 | 66.67 |
|               | 551           | 45.56 | 81.95         |               | 552 | 15.79 | 47.66 | 73.22 |
|               | 552           | 47.12 | 74.21         |               | 553 | 22.99 | 42.57 | 79.39 |
|               | 553           | 49.39 | 67.01         |               | 554 | 29.50 | 38.43 | 90.00 |
|               | 554           | 52.01 | 60.50         |               |     |       |       |       |

Abbildung 2: Winkel zwischen den wichtigsten Netzebenen im kubischen System

## B Wulff'sches Netz

Das Programm "Wulff" zum Erstellen eines Wulff'schen Netzes kann unter <http://www ccp14.ac.uk/ccp/web-mirrors/lmpg-laugier-bochu/> gefunden werden.

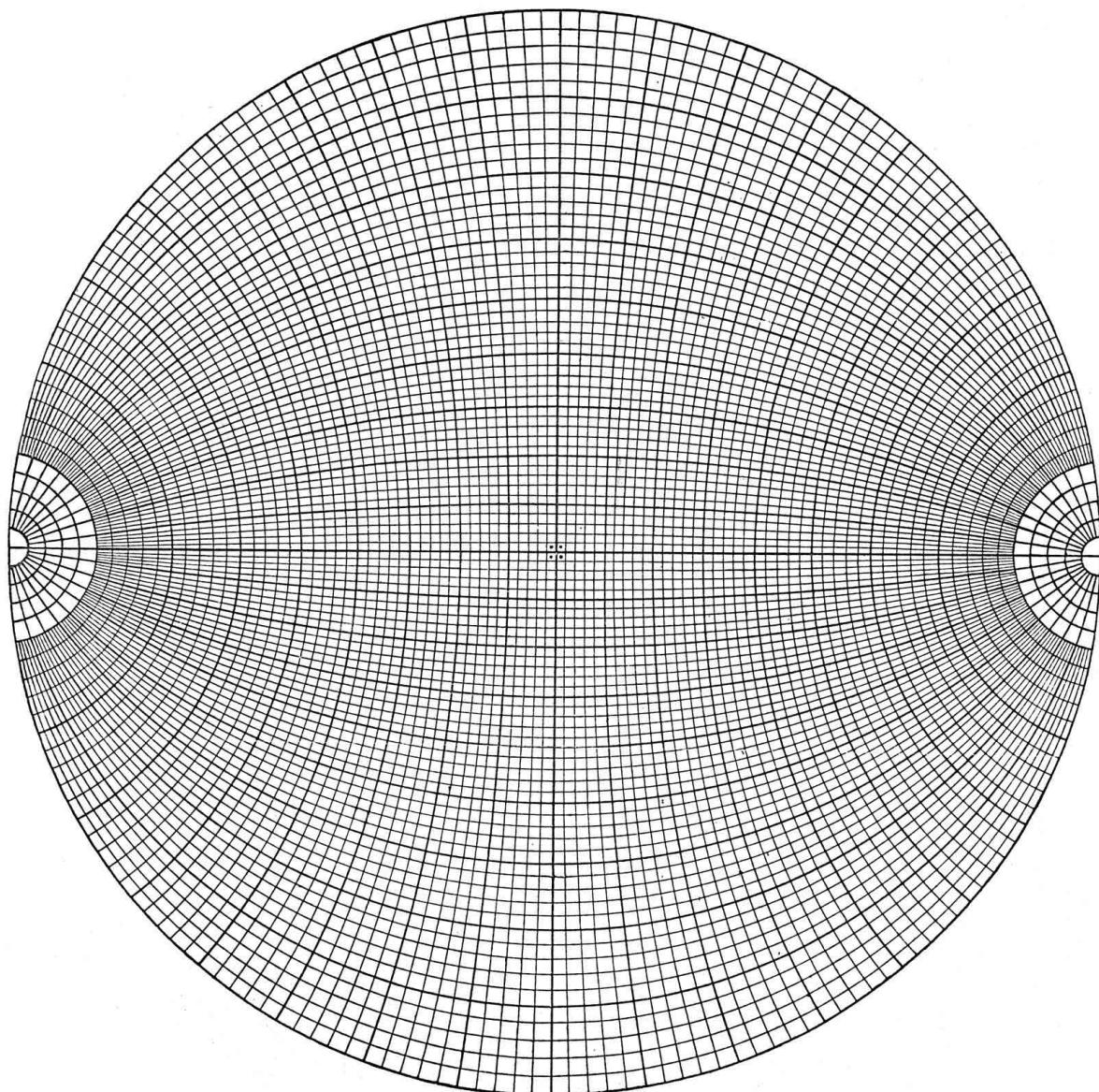


Abbildung 3: Wulff'sches Netz

## C Greningerkarte

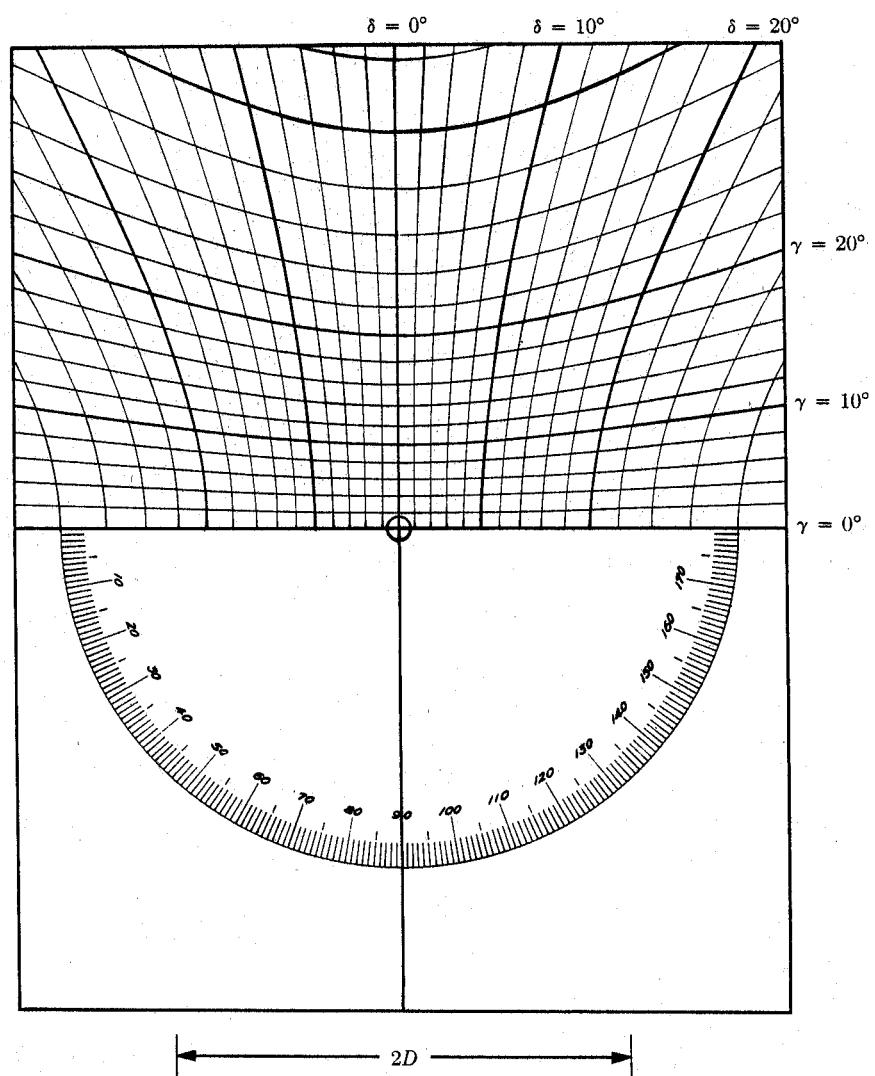


Abbildung 4: Greningerkarte für einen Abstand von 3cm zwischen Kristall und Röntgenfilm