

Röntgenstrukturanalyse

1. Hintergrund und Zielsetzung des Versuchs

Viele Eigenschaften von Materialien hängen in entscheidender Weise von der geometrischen Anordnung und der chemischen Bindung der Atome in diesen Werkstoffen ab – der genauen Kenntnis der atomaren Struktur fällt somit eine Schlüsselrolle bei der Entwicklung neuer Materialien zu. Wichtig ist insbesondere das Verständnis der Zusammenhänge zwischen Struktur und den Materialeigenschaften, wie z.B. elektrische, magnetische und chemischen Eigenschaften.

Röntgenbeugung (X-Ray Diffraction, XRD) ist eine weit verbreitete Methode für zerstörungsfreie Strukturuntersuchungen an kristallinen Materialien. Neben der einfachen Phasenidentifikation, z.B. in Gemischen mehrerer Verbindungen, sind Strukturverfeinerungen einzelner Phasen möglich. Weiterhin lassen sich Kristallitgrößen, sowie Texturen bestimmen. Im Rahmen dieses Praktikums sollen Sie grundlegende Analysemethoden kennen lernen, welche mittels eines Röntgendiffraktometers durchgeführt werden können.

Alle Versuchsteile werden an einem modernen, für Forschungszwecke angeschafften, Vollschutz-Röntgendiffraktometer durchgeführt.

2. Vorkenntnisse

Erzeugung von Röntgenstrahlung, Charakteristische Röntgenstrahlung, Bremsstrahlung, Schalenmodell der Elektronenhülle eines Atoms, Moseley'sche Gesetz, effektive Kernladungszahl, Aufbau von Kristalle, Beugung von Röntgenstrahlung an einem Kristallgitter, Bragg'sche Reflexionsbedingung, Begriff der Netzebene, Gitterkonstante und Netzebenenabstand eines Kristalls, Analyse von Pulvergemischen, Funktionsweise eines Monochromators, Funktionsweise eines Detektors, Arten von Röntgendetektoren, Detektor-Totzeiten, Fluoreszenz.

3. Literatur

[1] D. Meschede, Gerthsen Physik, Springer-Verlag, 21. Aufl.

[2] L. Bergmann, C. Schäfer, Lehrbuch der Experimentalphysik, Bd. 3, Optik

[3] Bergmann, Schäfer, Lehrbuch der Experimentalphysik, Bd. 6, Festkörperphysik

[4] Berkeley Physik Kurs, Band 4, Quantenphysik

- [5] W. Finkelburg, Einführung in die Atomphysik
- [6] P. Marmier: Kernphysik I
- [7] Riezler und Kopitzki: Kernphysikalisches Praktikum
- [8] T. Mayer-Kuckuk: Physik der Atomkerne
- [9] Theorie und Praxis der Röntgen-Strukturanalyse, E.R. Wölfel, Braunschweig, Wies-baden, Vieweg, 1987
- [10] Solid State Physics, N.W. Ashcraft, N.D. Mermin, Philadelphia, Saunders College, 1976
- [11] Einführung in die Festkörperphysik, C. Kittel, München, Wien, R. Oldenbourg Verlag, 1999

4. Experimenteller Aufbau

Für dieses Praktikum steht das Vollschatz-Diffraktometer X'Pert der Firma Philips zu Verfügung. Durch seinen modularen Aufbau ist es besonderes flexibel und einfach zu Handhaben. Alle möglichen Komponenten sind so genannte PreFIX-Elemente (Pre-aligned Fast-Interchangeable X-ray optics), so dass eine langwierige Justierung nach dem Einbau entfällt.

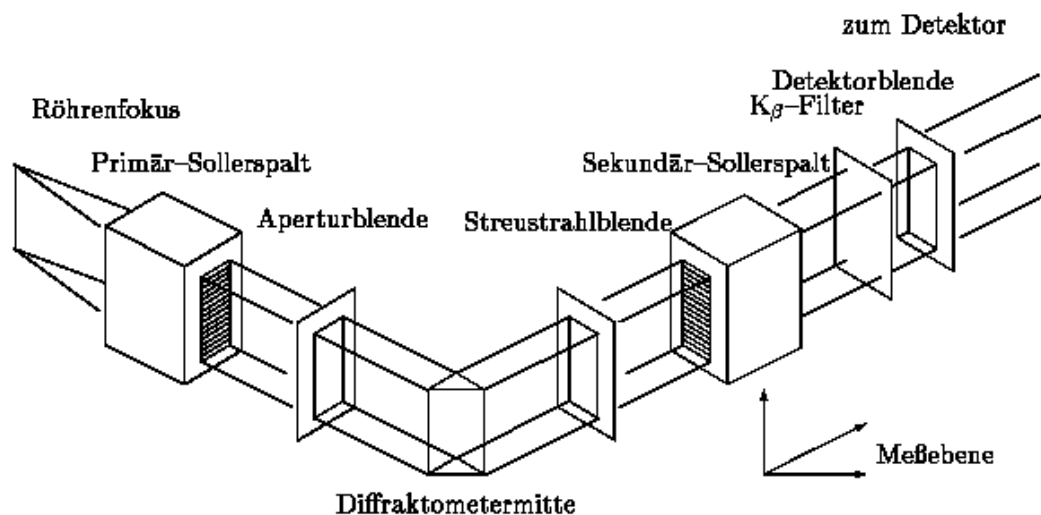


Abbildung 1 Prinzipieller Strahlengang

Optiken:

Neben der Röntgen-Anode werden noch unterschiedliche Optiken benötigt, um die Röntgenstrahlung auf die Probe bzw. auf den Detektor zu fokussieren.

Soller-Spalt:

Besteht aus parallel angeordneten Kupferblechen und absorbiert divergente Strahlung

Filter:

Der Ni-Filter erreicht durch Absorption an der Ni- K_{α} -Kante, dass die Cu K_{β} -Linie der Röhre unterdrückt wird. Das Cu- $K_{\alpha 1,2}$ Dublett bleibt davon weitestgehend unberührt.

Monochromator:

Für monochromatische Strahlung ist ein Ni-Filter nicht ausreichend, da das Bremskontinuum einen zu hohen Untergrund bewirkt. Mit einem Monochromator wird das Spektrum auf die Cu- K_{α} -Linien monochromatisiert.

Blenden (Masken und Schlitze):

Grenzt den Röntgenstrahl ein

Beam-Attenuator:

Verhindert bei hohen Zählraten eine Zerstörung des Detektors, indem ein Abschwächer in den Strahlengang geschoben wird.

5. Versuchsprogramm

5.1 Einführung und Emissionsspektrum der Röhre

5.1.1 Einweisung in die Benutzung des Röntgendiffraktometer

5.1.2 Messung des Emissionsspektrums (SSD)

Für die Spektroskopie der auftretenden hohen Energien (keV) und entsprechenden kleinen Wellenlängen (10^{-10} m) benötigen Sie, in Analogie mit den Ihnen bekannten Spektroskopiemethoden im sichtbaren Spektralbereich, ein „Gitter“ mit einer sehr kleinen Gitterkonstanten. Solche Gitter kommen in der Natur in Form von Festkörpern vor, die kristallin und unter besonderen Bedingungen sogar einkristallin aufgebaut sind. Der periodische Abstand der Atome in einem Kristall liegt in der Größenordnung von 0,1 nm und damit im Wellenlängenbereich der zu untersuchenden Röntgenstrahlung. Vor diesem Hintergrund werden Sie in diesem Versuchsteil die Beugung von Röntgenstrahlen an einem Silizium(111)-Einkristall untersuchen. Mit Hilfe dieses räumlichen Gitters werden Sie nach dem Bragg'schen Verfahren das Emissionsspektrum der Kupferanode aufnehmen.

Nehmen Sie Röntgenspektren für mindestens drei verschiedene Beschleunigungsspannungen und weiterhin ein Spektrum mit Ni-Filter, bei einer hohen Röhrenspannung auf.

- Tragen Sie die Zählraten als Funktion des Winkels auf.
- Bestimmen Sie die Lage Lagen aller Ordnungen der $K_{\alpha 1,2}$ - und K_{β} -Linien von Cu und deren Intensitätsverhältnisse zueinander (innerhalb jeder Ordnung und der Ordnungen untereinander).
- Bestimmen Sie im Spektrum mit Ni-Filter die Abschwächung der K_{β} Linie und das "Signal-zu-Rausch" Verhältnis für die $K_{\alpha 1,2}$ Linien, deren resultierende Energie und Energiebreite.
- Diskutieren Sie weitere Details der Spektren.

5.1.3 Bestimmung der Netzebenenabstände von anderen Einkristallen

Ersetzen Sie den Si(111)-Kristall durch weitere Einkristalle (Si(331), Ge(111)).

- Ermitteln Sie daraus die Netzebenenabstände der Kristalle.
- Vergleichen Sie Ihre Ergebnisse mit Literaturwerten.

5.2 Pulverdiffraktometrie

Dieser Teil des Praktikums soll Ihnen die Möglichkeiten aufzeigen, die Zusammensetzung einer unbekannten Probe zu ermitteln.

Sie bekommen vom Assistenten eine Pulverprobe, die Sie analysieren sollen.

- Aus den sich ergeben Diffraktogrammen ermitteln Sie qualitativ die Probenzusammensetzung mittels einer Datenbank.
- Bestimmen Sie unabhängig von der Datenbankauswertung die Netzebenenabstände (d-Werte) mittels Ihrer Diffraktogramme.
- Zeigen Sie graphisch (z.B. mittels PCW), dass die gefundene Kristallstruktur mit Ihren Diffraktogrammen verträglich ist.
- Ermitteln Sie die mittlere Kristallitgröße.

6. Anhang

Wellenlänge und Energie der Cu-K-Linien:

Line	Energie [eV]	Wellenlänge [Å]
Cu _{Kα1}	8047,8	1,5406
Cu _{Kα1}	8027,8	1,5444
Cu _{Kβ}	8905,3	1,3923

Netzebenenabstände:

Einkristall	Netzebenenabstand [Å]
Si(111)	3,1355
Si(331)	1,2459
Ge(111)	3,2660