

# Röntgenbeugung

## Bestimmung der Gitterkonstanten von Kristallen mit dem Debye-Scherrer-Verfahren

### Grundlagen:

Bitte informieren Sie sich *vor* Praktikumsbeginn über folgende Themen:

- a) Röntgenstrahlung: Die Erzeugung von Röntgenstrahlung und ihr Spektrum, Wellenlängenabhängigkeit der Absorption in Materie; Ausnutzung von Absorptionskanten zur einfachsten Monochromatisierung.
- b) Grundlagen der Kristallographie: Translationsgitter, Einheitszelle, Symmetrieeigenschaften, Kristallsysteme, Kristallstrukturen, Netzebenen, Millersche Indizes.
- c) Wechselwirkung von Röntgenstrahlung mit Kristallen: Bragg-Bedingung, Laue-Bedingung, reziproker Raum, Ewald-Kugel, Strukturfaktor und Auslöschungsregeln, die gebräuchlichen Aufnahmeverfahren, vor allem das Verfahren nach Debye-Scherrer.

### Experimentelle Durchführung:

Herstellung geeigneter Proben; Justierung der Proben in der Aufnahmekammer; Justierung der Kammer zum Röntgenstrahl; Entwicklung der Filme (Belichtungszeit der Filme beträgt 20 Stunden, so dass vom üblichen Zeitplan abgewichen werden muss; Absprache mit Betreuer/in!); die Gitterkonstanten von Substanzen, die in verschiedenen *kubischen* Strukturen kristallisieren, werden bestimmt. Einfluss von Probendrehung, Kristallitgröße und die Wirkung der Selektivfilter sollen gezeigt werden. Erfahrungsgemäß sind etwa 8 bis 10 Aufnahmen nötig. Tägliche Arbeitszeit ca. 2 Stunden.

### Auswertung:

Die Filme werden mit einem Fotometer und einem Schreiber ausgewertet, alternativ auch mit einem Scanner und PC. Gemessen wird der Bragg'sche Winkel; Indizierung der Interferenzlinien mit geeigneten Rechenverfahren und den Struktur Faktoren. Bestimmung des Gitters/der Kristallstruktur und der Gitterkonstanten; Bestimmung der unbekannt Substanzen; Fehlerbetrachtung; Extrapolation mit Hilfe geeigneter Formeln zur Beseitigung der systematischen Fehler.

### Literatur:

Folgende Lehrbücher der Kristallographie werden zur Vorbereitung/Auswertung empfohlen:

- H. Krischner: Einführung in die Röntgenfeinstrukturanalyse (sehr hilfreich für Auswertung)
- H. Neff: Einführung in die Röntgenfeinstrukturanalyse
- V. Azaroff: X-Ray-Analysis (als Ergänzung)

### Besondere Sicherheitshinweise:

Bei diesem Versuch wird mit Röntgenstrahlen umgegangen; die Vorschriften der Röntgenverordnung sind einzuhalten!

Die Röntgenanlage darf nur von Personen eingeschaltet und betrieben werden, die in den letzten sechs Monaten entsprechend belehrt worden sind.

Schwangere dürfen den Röntgenraum nicht betreten!