

## Verwandte Themen

Charakteristische Röntgenstrahlung, Monochromatisierung von Röntgenstrahlung, Kristallstrukturen, Bravais-Gitter, Reziproke Gitter, Millersche-Indizes, Atomfaktor, Strukturfaktor, Bragg-Streuung, Bragg-Brentano Geometrie.

## Prinzip

Polykristalline Germanium- und Siliziumpulverproben, die im Diamantgittertyp kristallisieren, werden mit der Strahlung einer Röntgenröhre mit Kupferanode bestrahlt. Ein schwenkbares Geiger-Müller-Zählrohr detektiert die von den verschiedenen Netzebenen der Kristallite konstruktiv reflektierte Strahlung. Die Debye-Scherrer-Diagramme werden automatisch registriert. Die Auswertung der Diagramme liefert die Zuordnung der Bragg-Reflexe zu den einzelnen Netzebenen, deren Abstände, den Bravaisgittertyp, sowie die Gitterkonstanten der Proben und deren Atomzahl in der Einheitszelle.

## Material

|   |          |   |          |
|---|----------|---|----------|
| 1 XR 4.0 expert unit, Röntgengerät          | 09057-99 | 1 Vaseline, weiß, 100 g                 | 30238-10 |
| 1 XR 4.0 Goniometer                         | 09057.10 | 1 Mörser mit Pistill, Porzellan, 150 ml | 32603-00 |
| 1 XR 4.0 Einschub mit CU-Röntgenröhre       | 09057-50 | 1 Germanium, 10 g                       | 31768-03 |
| 1 Zählrohr Typ B                            | 09005-00 | 1 Silizium, 25 g                        | 48483-04 |
| 1 LiF-Kristall in Halter                    | 09056-05 | 1 XR measure 4.0 software               | 14447-61 |
| 1 Universal Kristallhalter für Röntgengerät | 09058-02 | 1 Datenkabel,USB Steckertyp A/B         | 14608-00 |
| 1 Probenhalter für Pulverproben             | 09058-09 |   |          |
| 1 Lochblende, 2 mm                          | 09057-02 | <i>Zusätzlich erforderlich</i>          |          |
| 1 Blendentubus mit Ni-Folie                 | 09056-03 | PC, Windows® XP oder höher              |          |
| 1 Mikrospatellöffel, Stahl, l = 150 mm      | 33393-00 |   |          |



Abb. 1: XR 4.0 expert unit 09057-99

## Aufgaben

1. Registrieren Sie die Intensität der an einer Germanium- und Siliziumpulverprobe rückgestreuten Cu-Röntgenstrahlung als Funktion des Rückstreuwinkels.
2. Berechnen Sie aus den Winkelpositionen der einzelnen Bragg-Linien die zugehörigen Netzebenenabstände.
3. Ordnen Sie die Bragg-Reflexe den jeweiligen Netzebenen zu. Ermitteln Sie die Gitterkonstanten der Proben und deren Bravais- Gittertyp.
4. Bestimmen Sie die Anzahl der Atome in der Einheitszelle.

## Aufbau

Schließen Sie das Goniometer und das Geiger-Müller-Zählrohr an die entsprechenden Buchsen im Experimentierraum an (siehe Kennzeichnung in Abb. 2). Der Goniometerblock mit eingesetztem Analysatorkristall soll sich in der rechten Endposition befinden. Das Geiger-Müller-Zählrohr mit seiner Halterung wird am hinteren Anschlag der Führungsstangen arretiert. Vergessen Sie nicht, die Zählrohr-Blende vor dem Zählrohr zu montieren (Siehe Abb. 3). Der Blendentubus mit 2-mm-Durchmesser wird zur Kollimierung des Röntgenstrahls in den Strahlausgang des Röhreneinschubs eingesetzt.

## Hinweis

Details zur Bedienung des Röntgengeräts und des Goniometers sowie zum Umgang mit den Einkristallen entnehmen Sie bitte den entsprechenden Bedienungsanleitungen.



Abb. 2: Anschlüsse im Experimentierraum

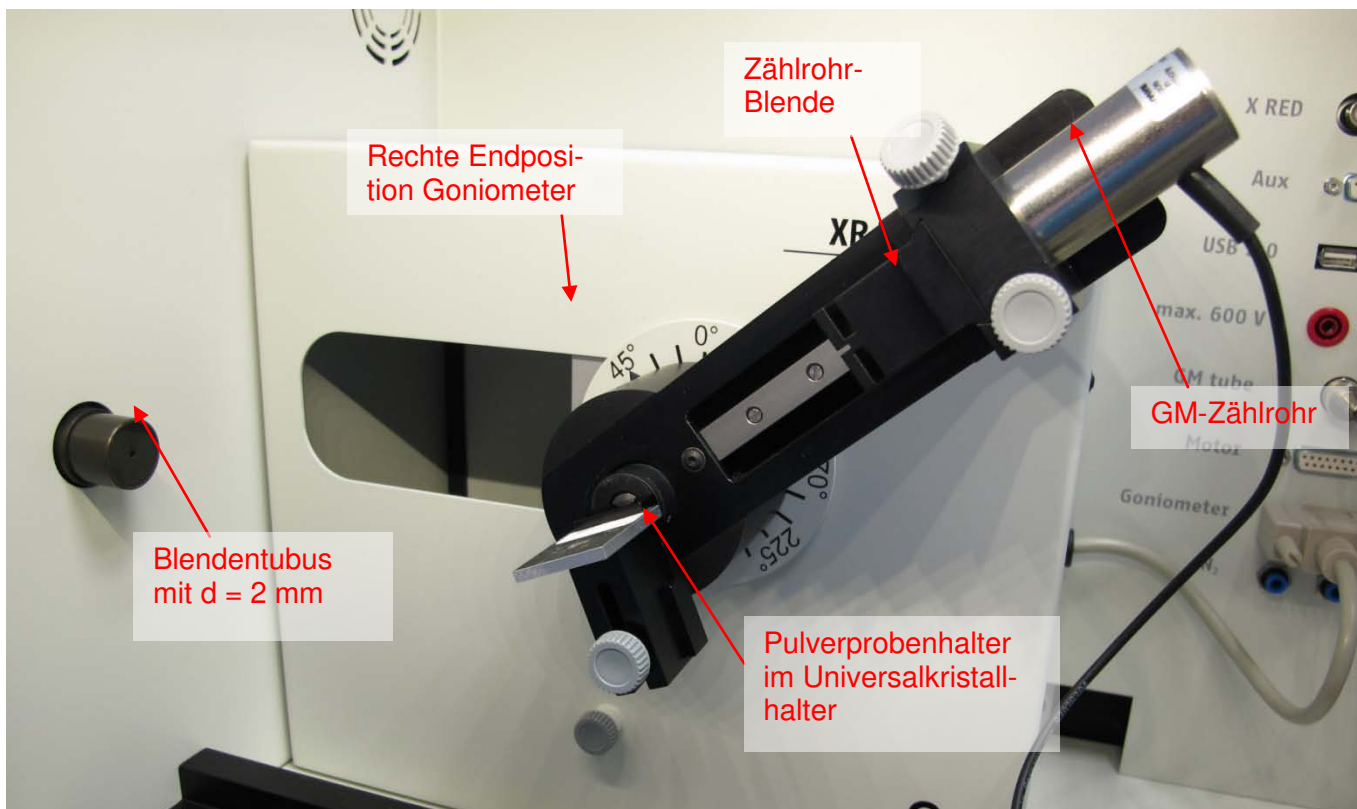


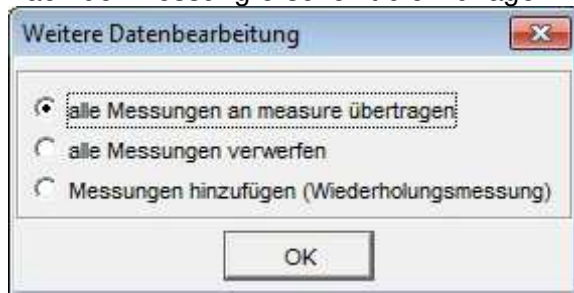
Abb. 3: Versuchsaufbau am Goniometer

### Durchführung

- Der PC und das Röntgengerät werden mit Hilfe des Datenkabels über die USB Buchse verbunden (der entsprechende Anschluss am Röntgengerät ist in Abb. 4 gekennzeichnet).
- Starten Sie nun das „Measure“-Programm: das Röntgengerät erscheint auf dem Bildschirm.
- Indem Sie die verschiedenen Funktionen auf und unter dem abgebildeten Gerät anklicken, können Sie nun das Gerät vom Computer aus bedienen. Alternativ können die Parameter auch am Gerät geändert werden – das Programm übernimmt die entsprechenden Einstellungen automatisch.
- Wenn Sie auf den Experimentierraum klicken (siehe rote Kennzeichnung in Abb. 5), können Sie die Parameter für das Experiment verändern. Wählen Sie die Einstellungen wie in der Infobox angegeben.
- Wenn Sie auf die Röntgenröhre klicken (siehe rote Kennzeichnung in Abb. 5), können Sie Spannung und Strom der Röntgenröhre ändern. Wählen Sie die Einstellungen wie in der Übersicht angegeben.
- Starten Sie das Experiment, indem Sie auf den roten Kreis klicken:



- Nach der Messung erscheint die Abfrage:



Markieren Sie den ersten Punkt und bestätigen Sie mit OK. Die Messwerte werden nun direkt an die Software measure übertragen. Am Ende dieser Versuchsanleitung ist eine kurze Einführung in die Auswertung der erhaltenen Spektren angefügt.



Abb. 4: Anschluss des Computers



Abb. 5: Teil der Bedienoberfläche in der Software

### Übersicht Einstellungen am Goniometer und Röntgengerät:

- 2:1-Kopplungsmodus
- Winkelschrittweite 0,1°
- Winkelbereich: 10°-60°
- Anodenspannung  $U_A = 35 \text{ kV}$ ; Anodenstrom  $I_A = 1 \text{ mA}$
- Schrittgeschwindigkeit: Wenn nur die intensitätsstarken Reflexlinien registriert werden sollen, kann relativ schnell mit 1°/10 s gescannt werden. Zur Identifizierung der schwächeren Linien ist zur Verbesserung des Signal-Rausch-Verhältnisses eine Scangeschwindigkeit von mindestens 1°/40 s erforderlich.

### Hinweis

Eine Bestrahlung des Geiger-Müller-Zählrohres durch den primären Röntgenstrahl sollte über einen längeren Zeitraum vermieden werden.

*Probenherstellung:*

Die Proben sollten fein pulverisiert sein. Nimmt man etwas Pulver zwischen die Fingerspitzen, so darf beim Reiben keine Körnung mehr festzustellen sein. Man erhält eine relativ hohe Probenkonzentration, wenn das Probenpulver mit etwas Vaseline vermischt wird. Dazu wird Probenpulver auf ein Blatt Papier gegeben und mit Vaseline mit Hilfe eines Spatels zu einem festen Brei geknetet. Um eine möglichst hohe Probenkonzentration zu erhalten, sollte wenig Vaseline (etwa eine Spatelspitze) verwendet werden. Der relativ feste Probenbrei wird dann in den Halter für Pulverproben eingedrückt und abschließend bündig glattgestrichen. Zur Fixierung des Halters ist der Universalkristallhalter zu verwenden.

*Kalibrieren des Goniometers mit Hilfe des LiF-Einkristalls:*

Genaue Winkelpositionen der Debye-Scherrer-Reflexe sind nur bei korrekter Justierung des Goniometers zu erwarten. Ist aus irgendeinem Grund das Goniometer dejustiert, so kann dieser Fehler entweder mit der Funktion Autokalibrierung oder manuell korrigiert werden:

- Autokalibrierung:  
Das Anodenmaterial der Röntgenröhre wird automatisch erkannt, der Kristall muss manuell unter „Menü“, „Goniometer“, „Parameter“ eingestellt werden. Wählen Sie „Menü“, „Goniometer“, „Autokalibrierung“. Nun ermittelt das Gerät die optimale Stellung von Kristall und Goniometer zueinander und im Anschluss die Position des Peaks. Die entsprechenden Kalibrierkurven werden auf dem Display angezeigt. Die neukonfigurierte Nulllage des Goniometersystems bleibt auch nach Abschalten des Röntgengerätes erhalten.
- manuelle Kalibrierung:  
Zur manuellen Kalibrierung ist der Analysatorkristall manuell in die theoretische Glanzwinkelposition  $\vartheta$  zu bringen (entsprechend das Zählrohr auf  $2\vartheta$ ). Durch iteratives Drehen von Kristall und Zählrohr um wenige  $\pm 1/10^\circ$  um diese Winkellagen ist nun das Intensitätsmaximum der Linie aufzusuchen. Danach werden im gekoppelten Modus der Kristall und Detektor um den jeweiligen Fehlbetrag korrigiert in Nulllage gebracht, die anschließend mit „Menü“, „Goniometer“ und dann „Set to zero“ bestätigt werden muss.

**Theorie und Auswertung**

Treffen Röntgenstrahlen der Wellenlänge  $\lambda$  unter dem Glanzwinkel  $\vartheta$  auf eine Netzebenenschar eines Kristalls mit den Abständen  $d$ , so werden die reflektierten Strahlen nur dann konstruktiv interferieren, wenn die Bragg-Bedingung

$$2d \sin \vartheta = n\lambda \quad ; \quad (n = 1, 2, 3, \dots) \quad (1)$$

erfüllt ist.

Die Bragg-Bedingung impliziert, dass alle an den Atomen gestreuten Wellen in Phase sind und sich somit verstärken. In Richtungen, die nicht der Bragg-Bedingung gehorchen, werden die Teilwellen gegenphasig gestreut und löschen sich aus. Eine realistischere Betrachtungsweise muss somit die Phasenbeziehungen aller von den Atomen in eine Richtung gestreuten Partialwellen berücksichtigen.

Sind in einer Elementarzelle  $N$ -Atome, so wird die durch die Zelle gestreute Gesamtamplitude der Röntgenstrahlen durch den Strukturfaktor  $F$  beschrieben, der durch Summierung der Atomfaktoren (atomare Streufaktoren)  $f$  der einzelnen  $N$ -Atome unter der Berücksichtigung ihrer Phasen berechnet wird. Für  $F$  gilt allgemein:

$$F_{hkl} = \sum_1^N f_n \cdot e^{2\pi i(hu_n + kv_n + lw_n)} \quad (2)$$

( $h, k, l$  = Miller-Indizes der reflektierenden Netzebene,  $u_n, v_n, w_n$  sind die Koordinaten der Atome in Bruchteilen der jeweiligen Kantenlängen der Elementarzelle).



Da im allgemeinen  $F$  eine komplexe Zahl ist, wird die gesamte Streuintensität  $I$  durch  $|F_{hkl}|^2$  beschrieben.

Der Diamantgittertyp zeichnet sich durch zwei ineinander geschobene kubisch flächenzentrierte (fcc = face centered cubic)-Gitter aus, wobei der Ursprung des ersten Gitters die Koordinaten (000) hat und der Ursprung des zweiten fcc- Gitters um  $\frac{1}{4} \frac{1}{4} \frac{1}{4}$  auf der Raumdiagonalen des ersten Gitters verschoben ist. Die Einheitszelle hat 8 Atome. Zu den beiden Ursprungsatomen liegen die weiteren 6 Atome bei den Koordinaten  $\frac{1}{2} \frac{1}{2} 0$ ,  $\frac{1}{2} 0 \frac{1}{2}$ ,  $0 \frac{1}{2} \frac{1}{2}$  und  $\frac{3}{4} \frac{3}{4} \frac{1}{4}$ ,  $\frac{3}{4} \frac{1}{4} \frac{3}{4}$ ,  $\frac{1}{4} \frac{3}{4} \frac{3}{4}$ . Der Strukturfaktor  $F$  für den Diamantgittertyp berechnet sich somit aus:

$$F = f \left( e^{2\pi i(0)} + e^{2\pi i(\frac{1}{4}h + \frac{1}{4}k + \frac{1}{4}l)} \right) \cdot \left\{ 1 + e^{\pi i(h+k)} + e^{\pi i(h+l)} + e^{\pi i(k+l)} \right\} \quad (3)$$

Der Ausdruck in der geschweiften Klammer ist der gleiche wie beim fcc-Gitter, d. h. gemischt indizierte  $hkl$ -Tripel sind nicht erlaubt und für ungemischte Indizes erhält man den Wert 4. Der Ausdruck in der runden Klammer wird nur dann ungleich Null, wenn  $(h + k + l) = 4n$  ist mit  $n = 1, 2, 3, \dots$

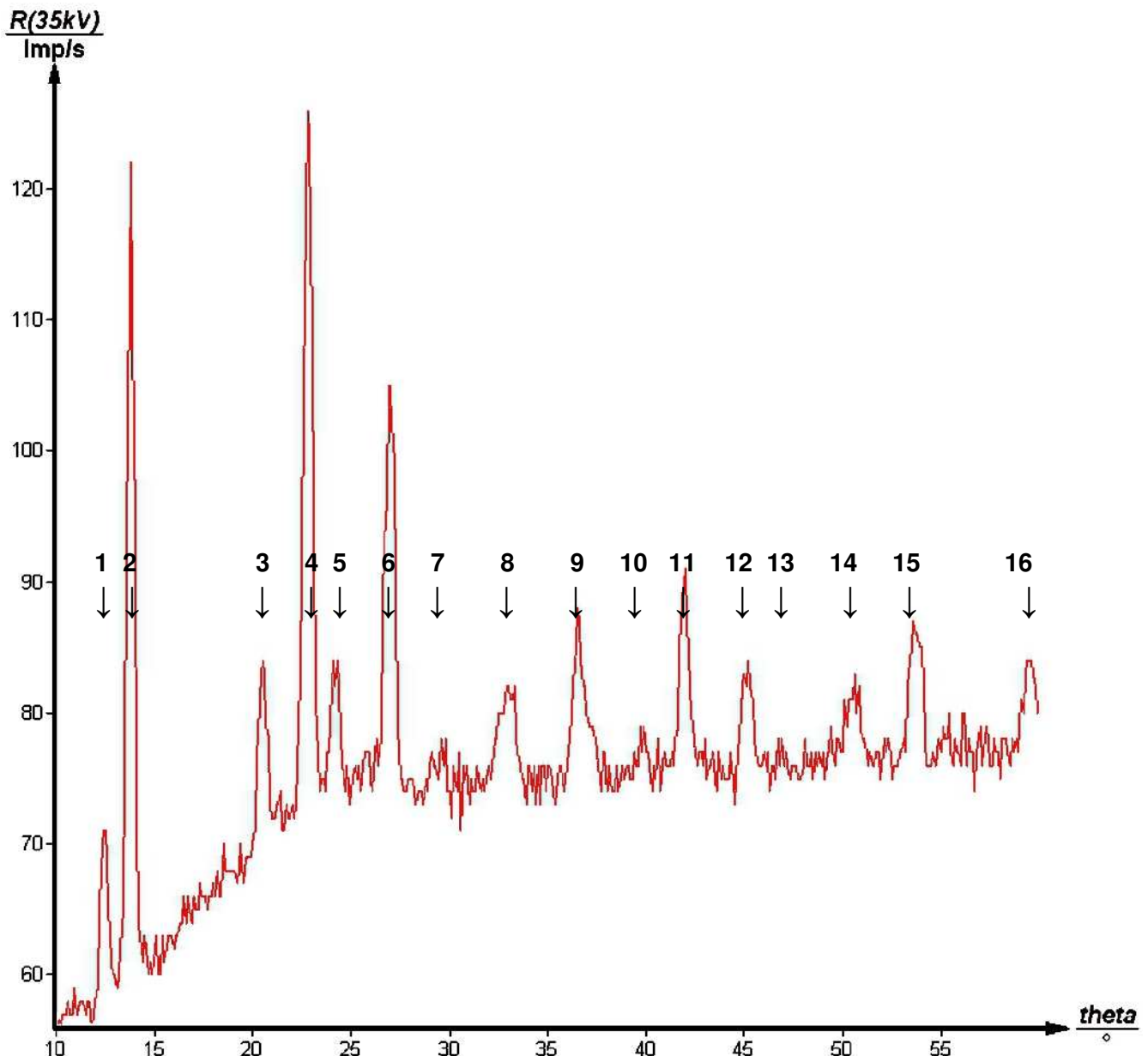


Abb. 6: Bragg-Linien von Germanium (Cu- $K_\alpha$  und Cu- $K_\beta$  Strahlen)

Für das kubische Kristallsystem erhält man die Abstände  $d$  der einzelnen Netzebenen mit den Indizes  $(hkl)$  aus der quadratischen Form:

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{1}{a^2} (h^2 + k^2 + l^2) \quad (a = \text{Gitterkonstante}) \quad (4)$$

Mit (1) ergibt sich daraus die quadratische Braggsche-Gleichung:

$$\sin^2 \vartheta_{hkl} = \frac{\lambda^2}{4a^2} (h^2 + k^2 + l^2) \quad (5)$$

### Auswertung der Germanium-Probe

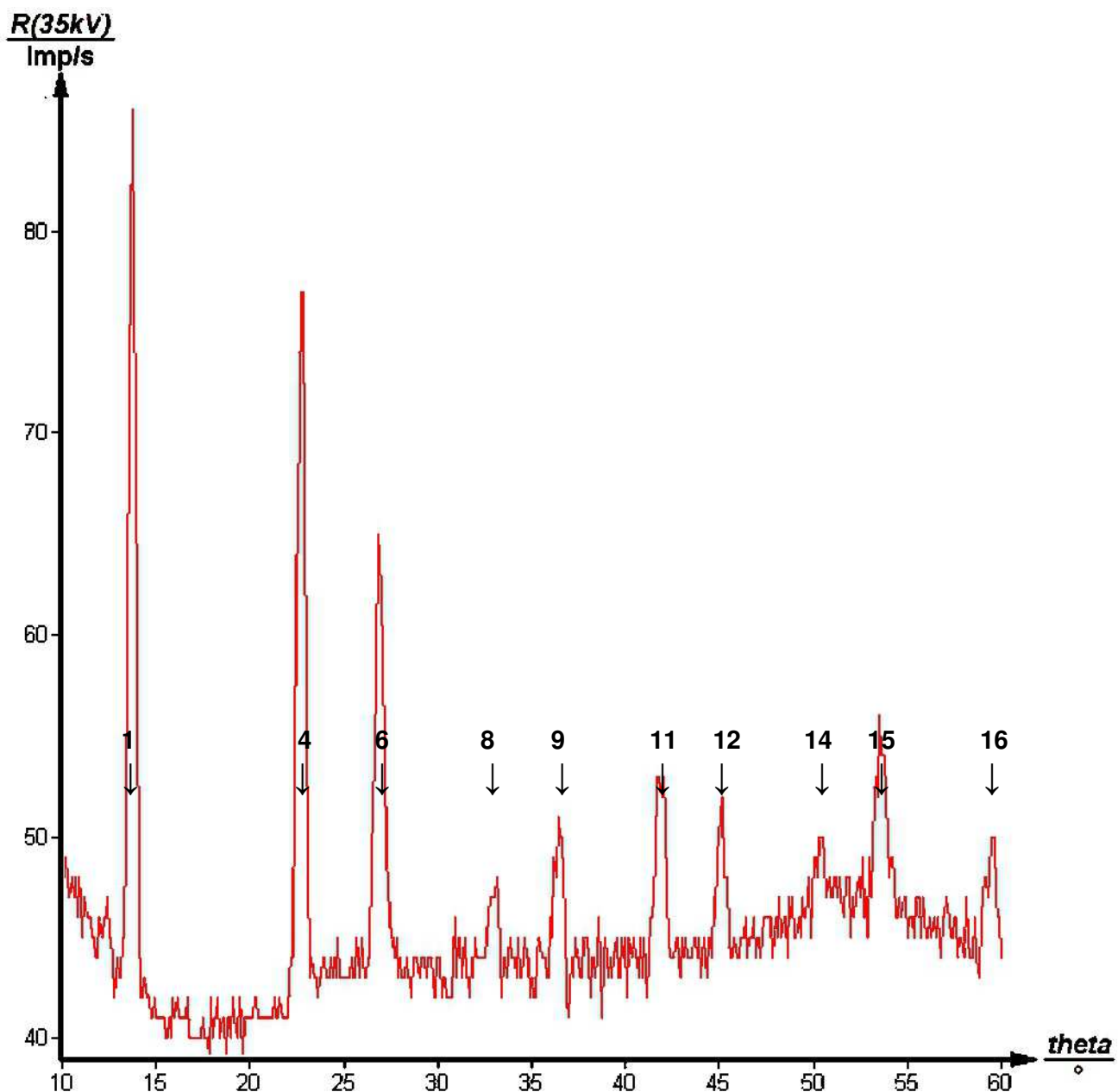


Abb. 7: Bragg-Linien von Germanium nur mit  $\text{Cu-}K_\alpha$ -Strahlung (mit Ni-Filter zur Monochromatisierung)

*Aufgabe 1: Registrieren Sie die Intensität der an einer Germanium- und Siliziumpulverprobe rückgestreuten Cu-Röntgenstrahlung als Funktion des Rückstreuwinkels.*

Abb. 6 zeigt das Bragg-Spektrum von Germanium.

Da zur Monochromatisierung der Röntgenstrahlung kein Filter verwendet wurde, muss bei der Auswertung der einzelnen Linien bedacht werden, dass die intensitätsstarken Linien, die von der  $K_\alpha$ -Strahlung herrühren, auch von Nebenlinien begleitet sind, die von der schwächeren  $K_\beta$ -Strahlung verursacht werden.

Unter Zuhilfenahme von (1) kann man diese Linienpaare identifizieren. Es gilt nämlich angenähert mit den charakteristischen Wellenlängen der Cu-Röntgenstrahlung  $\lambda(K_\alpha) = 154,18 \text{ pm}$  und  $\lambda(K_\beta) = 139,22 \text{ pm}$ :

$$\frac{\lambda(K_\alpha)}{\lambda(K_\beta)} = \frac{\sin \vartheta_\alpha}{\sin \vartheta_\beta} = \frac{154,18 \text{ pm}}{139,22 \text{ pm}} \approx 1,1 \quad (6)$$

Tabelle 1: Auswertung der  $K_\alpha$ -Debye-Scherrer-Linien von Germanium

| <b>A</b>       | <b>B</b>                            | <b>C</b>  | <b>D</b>  | <b>E</b>           | <b>G</b>           | <b>H</b>         | <b>I</b>           | <b>J</b>  | <b>K</b> | <b>L</b> |
|----------------|-------------------------------------|---|---|--------------------|--------------------|------------------|--------------------|---|----------|----------|
| <b>hkl</b>     | $\frac{h^2 + k^2 + l^2}{k^2 + l^2}$ | $\frac{h^2 + k^2 + l^2}{(h^2 + k^2 + l^2)_{011}}$ | $\frac{h^2 + k^2 + l^2}{(h^2 + k^2 + l^2)_{111}}$ | Re-<br>flex<br>no. | $\vartheta/^\circ$ | $\sin \vartheta$ | $\sin^2 \vartheta$ | $\frac{\sin^2 \vartheta(n)}{\sin^2 \vartheta(2)}$ | d / pm   | a / pm   |
| <b>100</b>     | 1                                   |   |   |                    |                    |                  |                    |   |          |          |
| <b>110</b>     | 2                                   | 1   |   |                    |                    |                  |                    |   |          |          |
| 111            | 3                                   | 1,5   | <b>1</b>  | 2                  | 13,72              | 0,23718          | 0,05625            | <b>1,00</b>                                       | 325,02   | 562,95   |
| <b>200</b>     | 4                                   | 2   | 1,33  |                    |                    |                  |                    |   |          |          |
| <b>210</b>     | 5                                   | 2,5   | 1,67  |                    |                    |                  |                    |   |          |          |
| <b>211</b>     | 6                                   | 3   | 2   |                    |                    |                  |                    |   |          |          |
| 220            | 8                                   | 4   | <b>2,67</b>                                       | 4                  | 22,74              | 0,38655          | 0,14942            | <b>2,66</b>                                       | 199,43   | 564,08   |
| <b>221/300</b> | 9                                   | 4,5   | 3   |                    |                    |                  |                    |   |          |          |
| <b>310</b>     | 10                                  | 5   | 3,33  |                    |                    |                  |                    |   |          |          |
| <b>311</b>     | 11                                  | 5,5   | <b>3,67</b>                                       | 6                  | 26,89              | 0,45228          | 0,20456            | <b>3,64</b>                                       | 170,45   | 565,31   |
| <b>222</b>     | 12                                  | 6   | 4   |                    |                    |                  |                    |   |          |          |
| <b>320</b>     | 13                                  | 6,5   | 4,33  |                    |                    |                  |                    |   |          |          |
| <b>321</b>     | 14                                  | 7   | 4,67  |                    |                    |                  |                    |   |          |          |
| 400            | 16                                  | 8   | <b>5,33</b>                                       | 8                  | 33,08              | 0,54581          | 0,29791            | <b>5,30</b>                                       | 141,24   | 564,96   |
| <b>410/322</b> | 17                                  | 8,5   | 5,67  |                    |                    |                  |                    |   |          |          |
| <b>441/330</b> | 18                                  | 9   | 6   |                    |                    |                  |                    |   |          |          |
| 331            | 19                                  | 9,5   | <b>6,33</b>                                       | 9                  | 36,47              | 0,59440          | 0,35331            | <b>6,28</b>                                       | 129,69   | 565,32   |
| <b>420</b>     | 20                                  | 10  | 6,67  |                    |                    |                  |                    |   |          |          |
| <b>421</b>     | 21                                  | 10,5  | 7   |                    |                    |                  |                    |   |          |          |
| <b>332</b>     | 22                                  | 11  | 7,33  |                    |                    |                  |                    |   |          |          |
| 422            | 24                                  | 12  | <b>8</b>  | 11                 | 41,89              | 0,66770          | 0,44583            | <b>7,93</b>                                       | 115,46   | 565,62   |
| <b>500/430</b> | 25                                  | 12,5  | 8,33  |                    |                    |                  |                    |   |          |          |
| <b>510/431</b> | 26                                  | 13  | 8,67  |                    |                    |                  |                    |   |          |          |
| 511/333        | 27                                  | 13,5  | <b>9</b>  | 12                 | 45,10              | 0,70834          | 0,50174            | <b>8,92</b>                                       | 108,83   | 565,51   |
| <b>520/432</b> | 29                                  | 14,5  | 9,67  |                    |                    |                  |                    |   |          |          |
| <b>521</b>     | 30                                  | 15  | 10  |                    |                    |                  |                    |   |          |          |
| 440            | 32                                  | 16  | <b>10,67</b>                                      | 14                 | 50,39              | 0,77040          | 0,59352            | <b>10,55</b>                                      | 100,06   | 566,05   |
| <b>522/441</b> | 33                                  | 16,5  | 11  |                    |                    |                  |                    |   |          |          |
| <b>530/433</b> | 34                                  | 17  | 11,33   |                    |                    |                  |                    |   |          |          |
| 531            | 35                                  | 17,5  | <b>11,67</b>                                      | 15                 | 53,56              | 0,80448          | 0,64719            | <b>11,51</b>                                      | 95,83    | 566,91   |
| <b>600/442</b> | 36                                  | 18  | 12  |                    |                    |                  |                    |   |          |          |
| <b>610</b>     | 37                                  | 18,5  | 12,33   |                    |                    |                  |                    |   |          |          |
| <b>611/532</b> | 38                                  | 19  | 12,67   |                    |                    |                  |                    |   |          |          |
| 620            | 40                                  | 20  | <b>13,33</b>                                      | 16                 | 59,56              | 0,86216          | 0,74332            | <b>13,21</b>                                      | 89,41    | 565,51   |

Diesem Wert entsprechen die Quotienten der  $\sin\vartheta$ -Werte (Abb. 6) der Linienpaare 2/1, 4/3, 6/5, 8/7, 11/10 und 13/12, sodass die Linien 1, 3, 5, 7, 10 und 13 von der  $\text{Cu-}K_\beta$ -Strahlung herrühren.

Dass diese Folgerung korrekt ist, zeigt eine Kontrollmessung (s. Abb. 7), bei der zur Reduzierung der Intensität der  $K_\beta$ -Strahlung der Blendentubus mit Ni-Folie verwendet worden ist.

Die in Abb. 6 zuvor den  $K_\beta$ -Linien zugeordneten Reflexe sind nun verschwunden. Da durch die Ni-Folie auch die Intensität der  $K_\alpha$ -Strahlung etwas geschwächt wird, ist der Nachweis der intensitätsschwachen Reflexe bei größeren Glanzwinkeln erschwert.

*Aufgabe 2 und 3: Berechnen Sie aus den Winkelpositionen der einzelnen Bragg-Linien die zugehörigen Netzebenenabstände und ordnen Sie die Bragg-Reflexe den jeweiligen Netzebenen zu. Ermitteln Sie die Gitterkonstanten der Proben und deren Bravais- Gittertyp.*

Die Methode zur Auswertung des Spektrums soll nun exemplarisch und stellvertretend für das Germaniumspektrum durchgeführt werden:

Aus den Beugungswinkeln  $\vartheta$  der einzelnen Linien bildet man zunächst die  $\sin\vartheta$ - und  $\sin^2\vartheta$ -Werte für jeden einzelnen Reflex. Nach (4) müssen sich die Verhältniszahlen der beobachteten  $\sin^2\vartheta$ -Werte durch die Verhältnisse von Summen der Quadrate von drei ganzen Zahlen ( $h,k,l$ ) darstellen lassen.

Man bildet also, wie in Spalte *I* der Tabelle 1 für die  $K_\alpha$ -Reflexe dargestellt, die Verhältniszahlen der  $\sin^2$ -Werte der einzelnen Linien ( $n$ ), bezogen auf den  $\sin^2$ -Wert der ersten Linie (hier Linie 2). Die Nummerierung in Spalte *E* bezieht sich auf die Indizierung der Reflexlinien aus Abb. 6. In Spalte *A* sind alle in Frage kommenden  $h,k,l$ -Zahlenkombinationen aufgelistet. Die Spalten *B*, *C* und *D* zeigen die jeweiligen Verhältnisse der Quadratsummen dieser Zahlen.

Ordnet man versuchsweise den ersten Reflex den Indizes 100 oder 110 zu, so ist mit den Verhältniszahlen der  $\sin^2\vartheta$ -Werte keine Übereinstimmung zu finden. Wird jedoch der ersten Linie der Index 111 zugeordnet, so lassen sich alle übrigen Linien im Rahmen der Genauigkeit  $hkl$ -Indextripeln zuordnen.

Tabelle 2: Auswertung der  $K_\beta$  Linien von Germanium

| <i>A</i>   | <i>B</i>                          | <i>C</i>                                  | <i>D</i>                                  | <i>E</i>           | <i>F</i>           | <i>G</i>        | <i>H</i>          | <i>I</i>  | <i>J</i>      | <i>K</i>      |
|------------|-----------------------------------|---|---|--------------------|--------------------|-----------------|-------------------|---|---------------|---------------|
| <i>hkl</i> | $\frac{h^2+k^2+l^2}{h^2+k^2+l^2}$ | $\frac{h^2+k^2+l^2}{(h^2+k^2+l^2)_{011}}$ | $\frac{h^2+k^2+l^2}{(h^2+k^2+l^2)_{111}}$ | Re-<br>flex<br>no, | $\vartheta/^\circ$ | $\sin\vartheta$ | $\sin^2\vartheta$ | $\frac{\sin^2\vartheta(n)}{\sin^2\vartheta(3)}$ | <i>d</i> / pm | <i>a</i> / pm |
| 111        | 3                                 | 1,5                                       | 1   | 1                  | 12,35              | 0,21388         | 0,04575           | 1   | 325,46        | 563,72        |
| 220        | 8                                 | 4   | 2,67                                      | 3                  | 20,52              | 0,35053         | 0,12286           | 2,69  | 198,58        | 561,68        |
| 311        | 11                                | 5,5                                       | 3,67                                      | 5                  | 24,25              | 0,41072         | 0,16869           | 3,69  | 169,48        | 562,11        |
| 400        | 16                                | 8   | 5,33                                      | 7                  | 29,43              | 0,49136         | 0,24143           | 5,28  | 141,67        | 566,67        |
| 511/333    | 27                                | 13,5                                      | 9   | 10                 | 39,83              | 0,64051         | 0,41026           | 8,98  | 108,68        | 564,71        |
| 531        | 35                                | 17,5                                      | 11,67                                     | 13                 | 47,11              | 0,73266         | 0,53679           | 11,73   | 95,01         | 562,09        |

Es treten nur ungerade indizierten  $hkl$ -Tripel auf oder solche, für die  $(h+k+l) = 4n$  gilt. Demnach bildet Germanium ein Diamantgitter. In Spalte *J* sind die mit Hilfe von (1) berechneten zugehörigen Netzebenenabstände  $d$  angegeben.

Spalte *K* enthält die mit (4) ermittelten Werte für die Gitterkonstante  $a$ . Als Mittelwert erhält man aus den  $K_\alpha$ - und  $K_\beta$ -Linien:

$$a = (564,56 \pm 1,64) \text{ pm}; \Delta(a) / a < 0,3\%; \text{ Literaturwert: } a = 565,75 \text{ pm.}$$

In Tabelle 2 sind die in Abb. 6 auftretenden  $K_\beta$ -Linien 1, 3, 5, 7, 10 und 13 ausgewertet.

*Aufgabe 4: Bestimmen Sie die Anzahl der Atome in der Einheitszelle*

Dividiert man die Gesamtmasse  $M$  einer Einheitszelle durch deren Volumen  $V$ , so ergibt sich die Dichte  $\rho$ . Es gilt:



$$\rho = \frac{M}{V} = n \cdot m \cdot \frac{1}{a^3} \quad \text{mit} \quad m = \frac{m_A}{N} \rightarrow n = \frac{\rho \cdot N \cdot a^3}{m_A} \quad (7)$$

( $n$  = Anzahl der Atome oder Moleküle in der Einheitszelle;  $m$  = Atom/Molekülmasse;  $m_A$  = Atom/Molekülgewicht;  $N = 6,022 \cdot 10^{23}$  = Avogadrozahl). Für Germanium gelten folgende Tabellenwerte:  $\rho = 5,3234 \text{ gcm}^{-3}$  und  $m_A = 72,59 \text{ g}$ .

Mit diesen Werten und  $a = 564,56 \text{ pm}$  liefert (7):  $n = 7,95 \approx 8$ , d. h., in der Elementartelle des Diamantgittertyps befinden sich acht Atome.

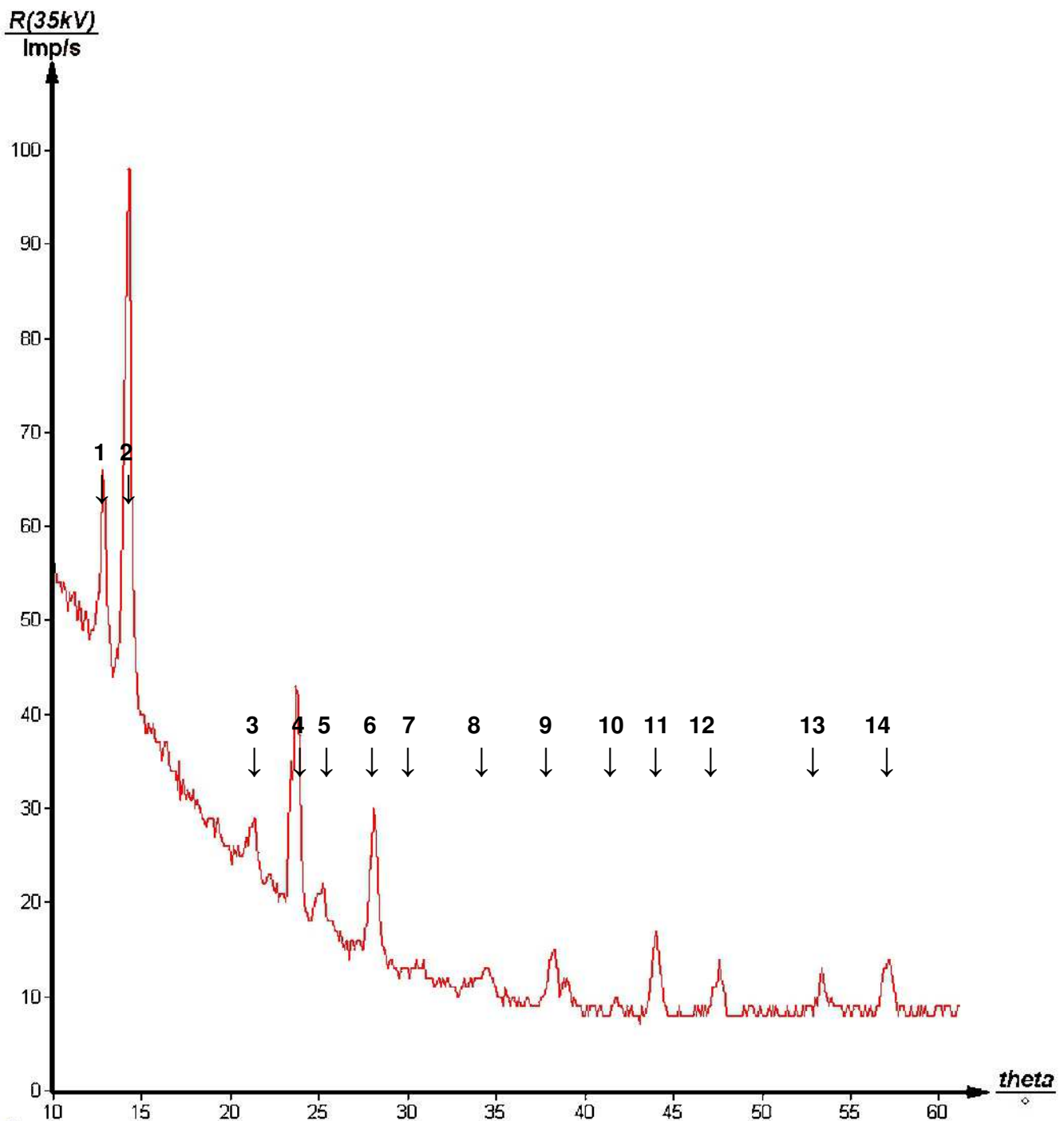


Abb. 8: Bragg-Linien von Silizium (Cu- $K_\alpha$  und Cu- $K_\beta$  Strahlung)

## Auswertung der Silizium-Probe

Abb. 7 zeigt das Bragg-Spektrum von Silizium, das ohne Ni-Filter registriert wurde.

Die Auswertung dieses Spektrums wird wieder nach obigem Verfahren durchgeführt und ist in verkürzter Form für die beiden Cu-Wellenlängen in den Tabellen 3 und 4 dargestellt.

Es zeigt sich auch hier wieder, dass nur ungerade indizierte  $hkl$ -Tripel auftreten oder solche, für die  $(h + k + l) = 4n$  ist. Demnach bildet auch Silizium ein Diamantgitter. Spalte  $K$  enthält die mit (4) ermittelten Werte für die Gitterkonstante  $a$ . Als Mittelwert erhält man aus den  $K_\alpha$ - und  $K_\beta$ -Linien:

$a = (543,17 \pm 1,01) \text{ pm}$ ;  $\Delta(a) / a < 0,2\%$ , Literaturwert:  $a = 543,05 \text{ pm}$ .

Mit den Tabellenwerte  $\rho = 2,32 \text{ gcm}^{-3}$  und  $m_A = 28,086 \text{ g}$  für Silizium ergibt sich wieder mit (7):  $n = 7,97 \approx 8$ .

Tabelle 3: Auswertung der  $K_\alpha$ -Debye-Scherrer-Linien von Silizium.

| A       | B             | C   | D   | E                  | F                  | G               | H                 | I   | J             | K             |
|---------|---------------|---|---|--------------------|--------------------|-----------------|-------------------|---|---------------|---------------|
| $hkl$   | $h^2+k^2+l^2$ | $\frac{h^2+k^2+l^2}{(h^2+k^2+l^2)_{011}}$ | $\frac{h^2+k^2+l^2}{(h^2+k^2+l^2)_{111}}$ | Re-<br>flex<br>no. | $\vartheta/^\circ$ | $\sin\vartheta$ | $\sin^2\vartheta$ | $\frac{\sin^2\vartheta(n)}{\sin^2\vartheta(2)}$ | $d/\text{pm}$ | $a/\text{pm}$ |
| 111     | 3             | 1,5                                       | 1   | 2                  | 14,21              | 0,24548         | 0,06026           | 1   | 314,04        | 543,93        |
| 220     | 8             | 4   | 2,67                                      | 4                  | 23,68              | 0,40163         | 0,16131           | 2,69  | 191,94        | 542,89        |
| 311     | 11            | 5,5                                       | 3,67                                      | 6                  | 28,11              | 0,47117         | 0,22000           | 3,65  | 163,62        | 542,67        |
| 400     | 16            | 8   | 5,33                                      | 8                  | 34,49              | 0,56626         | 0,32065           | 5,32  | 136,14        | 544,56        |
| 331     | 19            | 9,5                                       | 6,33                                      | 9                  | 38,26              | 0,61923         | 0,38344           | 6,36  | 124,49        | 542,64        |
| 422     | 24            | 12  | 8   | 11                 | 44,04              | 0,69516         | 0,48325           | 8,00  | 110,89        | 543,25        |
| 511/333 | 27            | 13,5                                      | 9   | 12                 | 47,60              | 0,73846         | 0,54532           | 9,05  | 104,39        | 542,43        |
| 440     | 32            | 16  | 10,67                                     | 13                 | 53,42              | 0,80303         | 0,64485           | 10,70   | 96,00         | 543,06        |
| 531     | 35            | 17,5                                      | 11,67                                     | 14                 | 57,15              | 0,84001         | 0,70576           | 11,71   | 91,76         | 542,86        |

Tabelle 4: Auswertung der  $K_\beta$ -Debye-Scherrer-Linien von Silizium.

| A       | B             | C   | D   | E             | F                  | G               | H                 | I   | J             | K             |
|---------|---------------|---|---|---------------|--------------------|-----------------|-------------------|---|---------------|---------------|
| $hkl$   | $h^2+k^2+l^2$ | $\frac{h^2+k^2+l^2}{(h^2+k^2+l^2)_{011}}$ | $\frac{h^2+k^2+l^2}{(h^2+k^2+l^2)_{111}}$ | Reflex<br>no. | $\vartheta/^\circ$ | $\sin\vartheta$ | $\sin^2\vartheta$ | $\frac{\sin^2\vartheta(n)}{\sin^2\vartheta(2)}$ | $d/\text{pm}$ | $a/\text{pm}$ |
| 111     | 3             | 1,5                                       | 1   | 1             | 12,83              | 0,22206         | 0,04931           | 1   | 313,48        | 542,96        |
| 220     | 8             | 4   | 2,67                                      | 3             | 21,34              | 0,36390         | 0,13242           | 2,69  | 191,29        | 541,05        |
| 311     | 11            | 5,5                                       | 3,67                                      | 5             | 25,11              | 0,42436         | 0,18001           | 3,65  | 164,04        | 544,06        |
| 400     | 16            | 8   | 5,33                                      | 7             | 30,71              | 0,51069         | 0,26081           | 5,29  | 136,30        | 545,20        |
| 511/333 | 27            | 13,5                                      | 9   | 10            | 41,78              | 0,66627         | 0,44392           | 9,00  | 104,48        | 542,89        |