

## V9 - Röntgenbeugung

### Aufgabenstellung:

Bestimmen Sie die AVOGADRO-Konstante mittels Röntgenbeugung. Führen Sie eine Größtfehlerberechnung durch.

### Stichworte zur Vorbereitung:

AVOGADRO-Konstante, Röntgenstrahlung, Röntgenröhre, Bremsstrahlung, charakteristische Röntgenstrahlung, BRAGG-Gleichung, Kristallaufbau NaCl, GEIGER-MÜLLER-Zählrohr

### Literatur:

- H. J. Eichler, H.-D. Kronfeldt, J. Sahm, *Das Neue Physikalische Grundpraktikum*, Kap. 45, 2. Auflage, Springer Verlag **2006**
- W. Schenk, F. Kremer (Hrsg.), *Physikalisches Praktikum*, Kap. 5, 13. Auflage, Vieweg + Teubner Verlag, **2011**

## 1. Theoretische Grundlagen

### AVOGADRO-Konstante

Die Einheit der Stoffmenge ist das Mol: „1 mol ist die Stoffmenge eines Systems, das aus so vielen gleichartigen Teilchen besteht, wie Atome in 0,012 kg des Nuklides  $^{12}\text{C}$  enthalten sind“. Die Art der Teilchen (Atome, Moleküle, Ionen, Elektronen oder auch spezielle Gruppierungen) muss jeweils mit angegeben werden. Die Teilchenzahl je Mol, ist eine Naturkonstante und wird als AVOGADRO-Konstante  $N_A$  (manchmal auch LOSCHMIDT-Zahl  $N_L$ ) bezeichnet. Der zur Zeit beste experimentell bestimmte Wert ist

$$N_A = (6,02214129 \pm 0,00000027) \cdot 10^{23} \text{ mol}^{-1}. \quad (1)$$

Entsprechend dieser Definition folgt für die Berechnung der AVOGADRO-Konstanten

$$N_A = \frac{V_{\text{mol}}}{V}, \quad (2)$$

wobei  $V_{\text{mol}}$  das Molvolumen und  $V$  das Volumen eines Teilchens des Systems ist. Wird das Molvolumen durch den Quotienten von Molmasse  $M$  und Dichte  $\rho$  ersetzt, so geht Gl. (2) über in

$$N_A = \frac{M}{\rho V}. \quad (3)$$

Die Molmasse kann für Elemente aus dem Periodensystem entnommen werden. Für Verbindungen berechnet sie sich additiv aus den einzelnen Komponenten entsprechend ihrer Häufigkeit:

$$M(A_aB_bC_c) = aM(A) + bM(B) + cM(C). \quad (4)$$

Die Dichte des betrachteten Systems kann i.d.R. aus geeigneten Tabellenbüchern entnommen werden. Als wesentlich problematischer erweist es sich, das Volumen eines Teilchens des betrachteten Stoffsystems zu bestimmen. Dazu kann beispielsweise ein Röntgenbeugungsexperiment an einem Einkristall des Stoffes durchgeführt werden.

### Röntgenstrahlung

Röntgenstrahlung ist ein Teil des elektromagnetischen Spektrums im Wellenlängenbereich zwischen einigen Nanometern und einigen Pikometern. Es sind zwei grundlegend verschiedene Entstehungsmechanismen zu unterscheiden, aus denen Strahlung mit unterschiedlichen spektralen Charakteristiken resultieren.

Die so genannte Bremsstrahlung entsteht beim ausreichend starken Abbremsen elektrisch geladener Teilchen. Dies können beispielsweise Elektronen sein, die zuvor in einem elektrischen Feld mit einer Potentialdifferenz  $U$  beschleunigt wurden. Für die in einem Abbremsakt maximal in Röntgenbremsstrahlung umzuwandelnde Energie gilt dann

$$E = eU = h\nu_{\text{max}} = h\frac{c}{\lambda_{\text{min}}}. \quad (5)$$

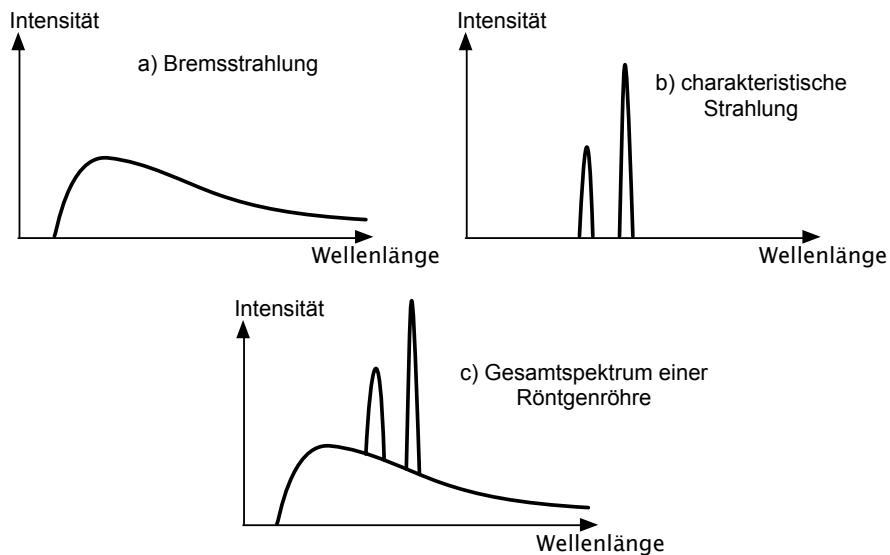


Abb. 1: Röntgenspektren

Dabei bezeichnet  $h$  das PLANCKSche Wirkungsquantum und  $c$  die Vakuum-Lichtgeschwindigkeit. Es wird in diesem Fall also die gesamte kinetische Energie des Elektrons in ein Photon mit maximaler Frequenz  $\nu_{\max}$  bzw. minimaler Wellenlänge  $\lambda_{\min}$ . Gl. (5) wird als DUANE-HUNT-Gesetz bezeichnet. Dieses Ereignis tritt jedoch nur mit geringer Wahrscheinlichkeit auf. Weitaus wahrscheinlicher sind teilweise Energiewandlungen, wodurch das in Abb. 1a gezeigte kontinuierliche Bremsstrahlungsspektrum entsteht.

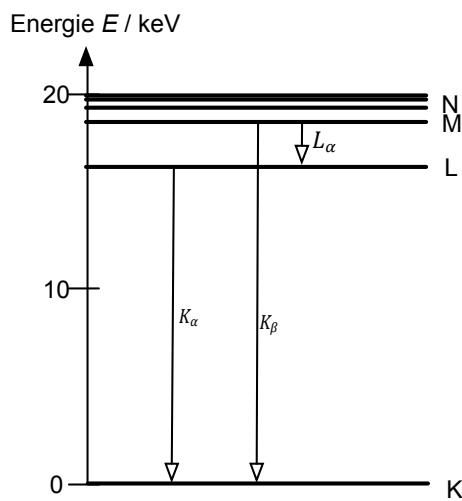


Abb. 2: Vereinfachtes Energietermschema von Molybdän mit ausgewählten Übergängen.

Charakteristische Röntgenstrahlung entsteht, wenn freie Plätze in tiefliegenden Energieniveaus der Elektronenhülle eines Materials, die durch Stöße mit den einfallenden Elektronen erzeugt wurden, durch weniger fest gebundene Elektronen aufgefüllt werden. Die beim Übergang zwischen den

Energieniveaus freiwerdende Energie wird in Form von Röntgenstrahlung abgegeben. Da die Energieniveaus diskret und vom jeweiligen Atom abhängig sind, sind auch die möglichen Röntgenenergien bzw. -wellenlängen diskret und spezifisch für das Material. Abb. 1b zeigt das charakteristische Spektrum schematisch, die Bezeichnung der auftretenden Übergänge wird in Abb. 2 anhand eines Termschemas illustriert. Die höchsten Intensitäten treten beim Übergang eines Elektrons von L auf K Niveau auf, die resultierende Röntgenstrahlung wird als  $K_{\alpha}$ -Strahlung bezeichnet.

In einer Röntgenröhre werden durch Glühemission Elektronen erzeugt und anschließend in einem elektrischen Feld mit Beschleunigungsspannungen im kV-Bereich beschleunigt. die beschleunigten Elektronen treffen auf eine Anode, deren Material die spektralen Eigenschaften der resultierenden Röntgenstrahlung bestimmt. Üblicherweise werden zum Zweck der Materialuntersuchung Kupfer- oder Molybdänanoden genutzt. Im medizinischen Bereich sind Wolframanoden in Gebrauch.

Entsprechend dem zuvor dargestellten ist die von einer Röntgenröhre emittierte Strahlung nicht monochromatisch, jedoch überwiegen die Intensitäten der charakteristischen Strahlung die der Bremsstrahlung. Durch Verwendung einer geeigneten Filterfolien, kann die  $K_{\beta}$ -Strahlung sowie der höherenergetische Anteil der Bremsstrahlung diskriminiert werden.

### *Beugung von Röntgenstrahlen an Einkristallen*

Trifft monochromatische Röntgenstrahlung mit der Wellenlänge  $\lambda$  auf eine Kristalloberfläche, so wird diese nur unter bestimmten Winkeln wieder reflektiert. Diese Beobachtung kann als Interferenzerscheinung erklärt werden: Die Atome im Kristall sind auf sog. Netzebenen angeordnet, die einfallende Strahlung wird an jeder dieser Ebenen teilweise reflektiert. Die reflektierten Teilwellen interferieren nur unter bestimmten Winkeln konstruktiv. Für eine als ebene Welle betrachtete einfallende Strahlung ist diese Modellvorstellung in Abb. 3 skizziert.

Konstruktive Interferenz tritt dann auf, wenn der Gangunterschied  $\delta$  (in Abb. 3 als dicke Linie gezeichnet) an benachbarten Netzebenen reflektierter Teilwellen gerade einem ganzzahligen Vielfachen der Wellenlänge entspricht. Mit dem Abstand  $d$  der Netzebenen und dem Beobachtungswinkel  $\beta$  ergibt sich:

$$\delta = n\lambda = 2d \sin \beta. \quad (5)$$

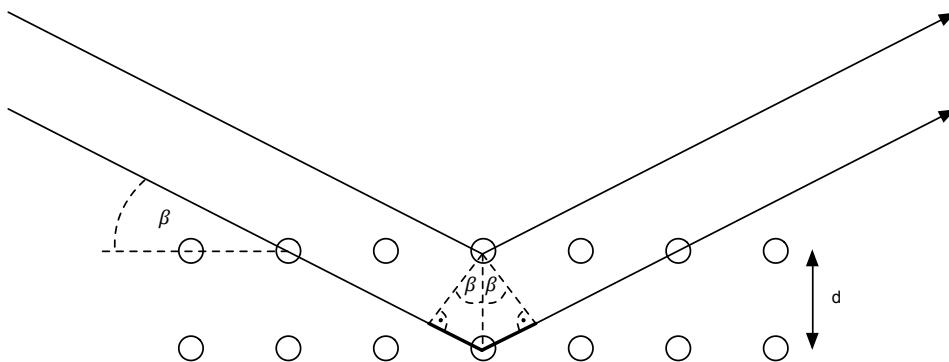


Abb. 3: BRAGG-Reflexion von Röntgenstrahlung an den Netzebenen eines Kristalls.

Dieser Zusammenhang zwischen Beugungswinkel  $\beta$ , der Wellenlänge der verwendeten Röntgenstrahlung und Informationen über den Kristallaufbau bildet die Grundlage sämtlicher Röntgenbeugungstechniken und wurde durch BRAGG und BRAGG 1914 angegeben. Gl (5) wird daher auch als BRAGG-Gleichung bezeichnet. Bei bekannter Wellenlänge kann Gleichung (5) genutzt werden, um aus den Beugungswinkeln, unter denen Reflexe beobachtet werden, den Netzebenenabstand zu bestimmen.

#### Kristallstruktur von NaCl

Der Aufbau idealer Kristalle wird anhand der Elementarzelle beschrieben. Die Elementar- oder Einheitszelle ist der kleinste Baustein, aus dem ein Kristall durch wiederholtes Anfügen dieser Einheit in alle Raumrichtungen aufgebaut werden kann.

Die Einheitszellen lassen sich einem von 14 Grundgittern, den sog. BRAVAIS-Gittern, zuordnen. Für den Natriumchlorid-Kristall ist ein sog. kubisch-flächenzentriertes (kfz, auch: fcc - face-centered cubic) Gitter zu verwenden: die Einheitszelle ist kubisch, und Gitterplätze existieren auf den Würfecken sowie im Zentrum der Würfflächen. Die Kantenlänge  $a$  wird als Gitterkonstante bezeichnet. Abb. 4a zeigt das kubisch-flächenzentrierte Gitter.

Die durch das Gitter vorgegebenen Gitterplätze werden durch die so genannte Basis, d.h. Atome, Moleküle oder komplexere Gruppierungen von Atomen besetzt. Im Fall des NaCl-Kristalls bilden ein  $\text{Na}^+$  und ein  $\text{Cl}^-$ -Ion gemeinsam die Basis (Abb. 4b), wobei das  $\text{Cl}^-$ -Ion um jeweils  $\frac{a}{2}$  in jede der drei Raumrichtungen gegen  $\text{Na}^+$  versetzt angeordnet ist. Zur Elementarzelle gehören dann vier NaCl-Ionenpaare. Auf diese Weise können mittels Gitter und Basis komplexe Kristallaufbauten beschrieben werden. Im gesamten NaCl-Kristall (Abb. 4c) wird deutlich, dass der Netzebenenabstand  $d$  nicht mit der Gitterkonstante  $a$  identisch ist: Aus der Besetzung des Gitters durch die Ionen entstehen äquivalente, nur gegeneinander verschobene Netzebenen im Abstand  $d = \frac{a}{2}$ .

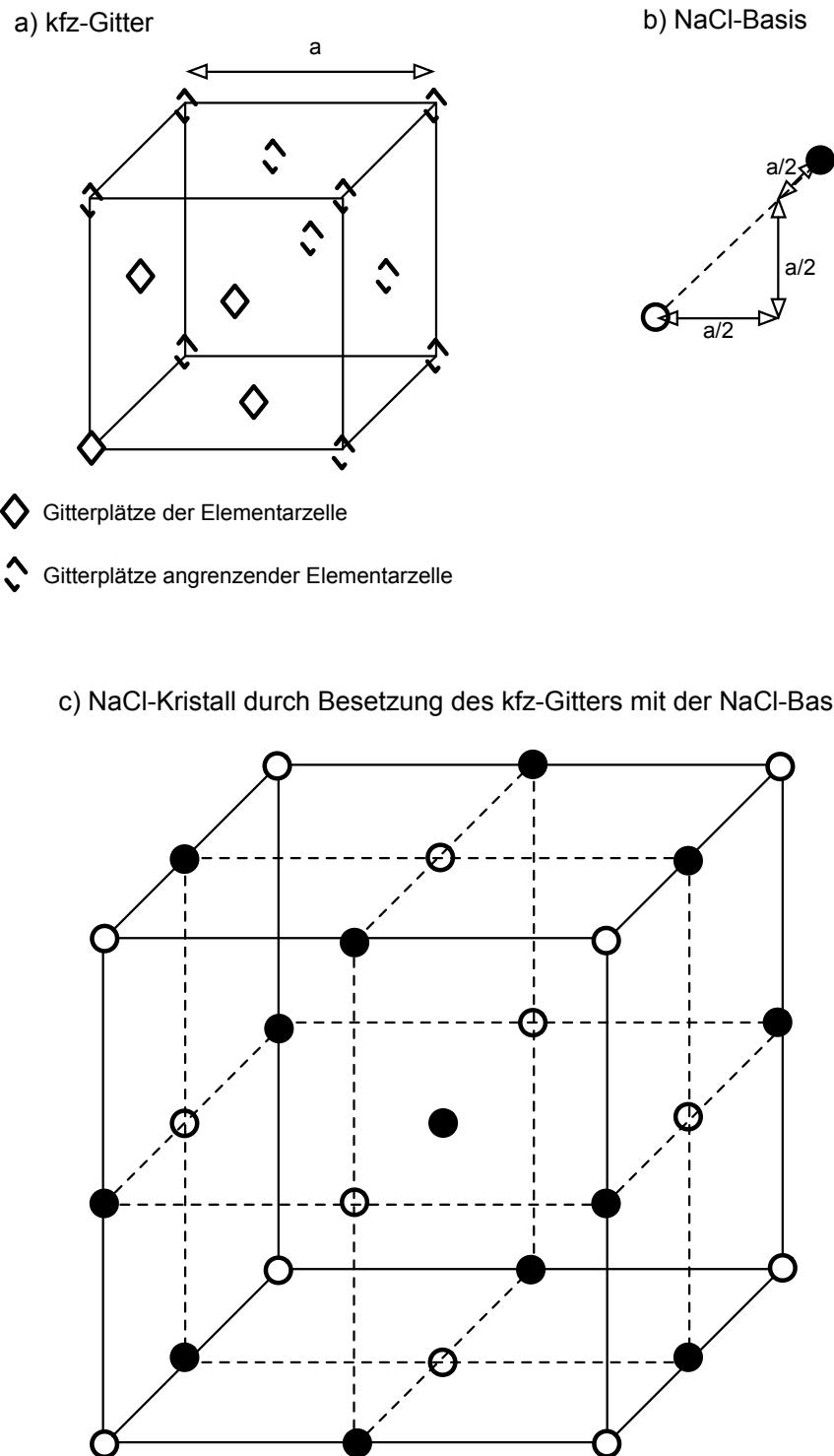


Abb. 4: Struktur des NaCl-Kristalls: kfz-Gitter, NaCl-Basis und NaCl-Einheitszelle

## 2. Hinweise zu Versuchsdurchführung und Auswertung

Die Röntgenbeugungsexperimente werden in einem Schulröntgengerät durchgeführt, das mit einer Molybdän-Röntgenröhre ausgerüstet ist. Die Wellenlänge der Molybdän- $K_{\alpha}$ -Strahlung beträgt  $\lambda = 71 \text{ pm}$ . Es ist eine Beschleunigungsspannung  $U = 35 \text{ kV}$  und ein Röhrenstrom  $I = 1 \text{ mA}$  zu

wählen. Es steht ein auf die Austrittsblende aufsteckbarer Zr-Filter zur Verfügung. Es erfolgt eine Einweisung in die Bedienung des Gerätes und der zugehörigen Steuersoftware durch den Versuchsbetreuer.

Im eingebauten Goniometer wird der zu untersuchende Kristall in der so genannten BRAGG-BRENTANO-Geometrie relativ zum einfallenden Röntgenstrahl und zum zur Detektion der Strahlung genutzten GEIGER-MÜLLER-Zählrohr positioniert. Dabei werden Kristall und Zählrohr im Verhältnis  $\beta : 2\beta$  gedreht. Das Messprinzip ist in Abbildung 5 skizziert.

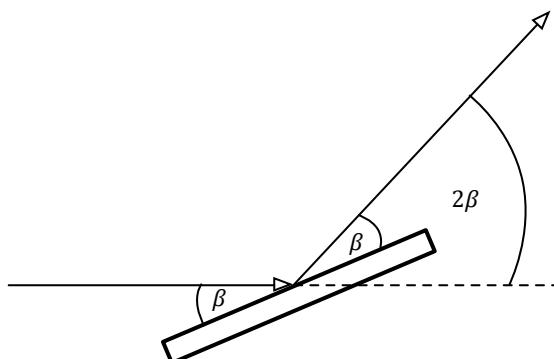


Abb. 5: Strahlverlauf und Winkelbezeichnungen bei Röntgenbeugungsexperimenten  
in BRAGG-BRENTANO-Geometrie

Zunächst ist der NaCl-Einkristall im Probenhalter des Goniometers zu positionieren. NaCl - Kristalle sind hygrokopisch und zerbrechlich. Die Einkristalle sind daher im Exsikkator aufzubewahren, wenn sie nicht in Verwendung sind. Mechanische Belastungen des Kristalls sind zu vermeiden, bei der Handhabung des Kristalls sind nur die Stirnseiten des Kristalls zu berühren.

Nach Einbau des NaCl-Einkristalls ist zunächst ein Beugungsbild ohne spektrale Filterung mittels Zr-Filter aufzunehmen. Vermessen Sie den Winkelbereich  $3^\circ \leq \beta \leq 10^\circ$  mit einer Winkelschrittweite  $\Delta\beta = 0,1^\circ$  und eine Messzeit je Messpunkt von  $\Delta t = 1$  s.

Fügen Sie dann den Zr-Filter in den Strahlengang ein und wiederholen Sie die Messung für einen breiteren Winkelbereich von  $3^\circ \leq \beta \leq 25^\circ$  bei gleicher Schrittweite und Messzeit. Die Unterschiede der Übersichtsspektren sind zu diskutieren.

Die genauen Lagen der Beugungsreflexe sind Messungen im Winkelbereich  $\pm 1^\circ$  um die jeweilige Peaklage mit gleicher Winkelschrittweite von und folgenden erhöhten Messzeiten zu entnehmen:

1. Peak:  $\Delta t = 5$  s,

2. Peak:  $\Delta t = 20$  s,

3. Peak:  $\Delta t = 40$  s.

Die Dichte des NaCl-Kristalls beträgt  $\rho_{\text{NaCl}} = 2,165 \text{ g cm}^{-3}$ .

Schätzen Sie den Winkelfehler bei der Bestimmung der Peaklagen (Ablesegenauigkeit) ab und berechnen Sie ausgehend von einer der vermessenen Beugungsordnungen den resultierenden Größtfehler des Netzebenenabstandes und der AVOGADRO-Konstante.