

3. Übungsblatt: Lösungen

Besprechung 17./18. Oktober 2007

Aufgabe 1: *Interferenzpunkte mit dem Laue-Verfahren*

Aus der angelegten Spannung U_x bestimmt man die minimale Wellenlänge resp. den maximalen Wellenvektor der Röntgenstrahlung:

$$\lambda_{min} = (hc/e) \cdot 1/U_x = 21pm \Rightarrow k_{max} = 2\pi/\lambda_{min} = 304/nm \quad (1)$$

wobei die erste Relation aus $eU_x = hf$ hergeleitet wurde. Die Länge der Basisvektoren im reziproken Gitter beträgt $b = 2\pi/a$, die maximale Anzahl der Interferenzpunkte ist gleich der Anzahl von reziproken Gitterpunkten in der grösstmöglichen Ewaldkugel:

$$Z = \frac{V_{Ewald}}{V_{EZ}} = (4\pi/3)k_{max}^3/b^3 = 7400. \quad (2)$$

V_{EZ} bezeichnet hierbei die Einheitszelle des reziproken Gitters.

Aufgabe 2: *Bestimmung einer Kristallstruktur mit dem Debye-Scherrer-Verfahren*

Wir setzen ein kubisches Bravais-Gitter mit den Basisvektoren \vec{a}_1, \vec{a}_2 , und \vec{a}_3 an. Der Streuvektor \vec{q} muss $\vec{q} = \vec{k}' - \vec{k}$ erfüllen. Aus $q = 2k \sin \theta$ folgt $q^2 = (16\pi^2/\lambda^2) \sin^2 \theta$. Andererseits ist $\vec{q} = h\vec{b}_1 + k\vec{b}_2 + l\vec{b}_3 = (2\pi/d)(h\vec{a}_1 + k\vec{a}_2 + l\vec{a}_3)$. Wie bereits in der Aufgabenstellung ausgeführt, wird die Unterscheidung zwischen sc, fcc und bcc erst mit dem Strukturfaktor entschieden, welcher die Basis der hier gewählten kubischen Einheitszelle mitberücksichtigt.

Aus diesen beiden Beziehungen erhält man $\sin^2 \theta = (\lambda/2d)^2 (h^2 + k^2 + l^2)$.

Mit Hilfe der angegebenen Abstände kann man nun die Streuwinkel und die Verhältnisse $Q_i = \frac{\sin^2 \theta_i}{\sin^2 \theta_1}$ berechnen:

z (mm)	39	56.5	70	83	95.5	108.5	122	138.5	165
θ_i (Grad)	19.5	28.5	35	41.5	48	54.25	61	69.25	82.5
Q_i	1	2.04	2.95	3.94	4.96	5.91	6.87	7.85	8.82

Für $z=39\text{mm}$ ist Q_i minimal, i.e. $h_1^2 + k_1^2 + l_1^2 \leq h_i^2 + k_i^2 + l_i^2 \forall i > 1$. Nun rundet man die erhaltenen Werte von Q_i auf oder ab (Messfehler). Wir vergleichen in der folgenden Tabelle die gemessenen Q_i mit denen, die man für $(h_1, k_1, l_1) = (1, 0, 0)$, $(h_1, k_1, l_1) = (1, 1, 0)$, und für $(h_1, k_1, l_1) = (1, 1, 1)$ erwartet:

h	k	l	$\frac{h^2+k^2+l^2}{1^2+0+0}$	$\frac{h^2+k^2+l^2}{1^2+1^2+0}$	$\frac{h^2+k^2+l^2}{1^2+1^2+1^2}$
1	0	0	1	-	-
1	1	0	2	1	-
1	1	1	3	1.5	1
2	0	0	4	2	4/3
2	1	0	5	2.5	5/3
2	1	1	6	3	2
2	2	0	8	4	8/3
2	2	1	9	4.5	3
3	0	0	9	4.5	3
3	1	0	10	5	10/3
3	1	1	11	5.5	11/3
2	2	2	12	6	4
3	2	0	13	6.5	13/3
3	2	1	14	7	14/3
4	0	0	16	8	16/3
3	2	2	17	8.5	17/3
4	1	0	17	8.5	17/3
3	3	0	18	9	6
4	1	1	18	9	6

Ein kubisches Gitter kann sc, bcc oder fcc sein. Man muss sich überlegen, welche Reflexe durch die Anordnung der Atome innerhalb der kubischen Einheitszelle ausgelöscht werden (Strukturfaktor). Für sc ist $S(hkl)_{sc} = 1$ (setze o.B.d.A. $\gamma_{Atom} = 1$), für bcc gilt $S(hkl)_{bcc} = 1 + (-1)^{h+k+l}$, d.h. in letzterem Fall werden nur Reflexe mit $h + k + l$ gerade beobachtet. Für fcc gilt $S(hkl)_{fcc} = 1 + e^{-i\pi(k+l)} + e^{-i\pi(h+l)} + e^{-i\pi(h+k)}$, d.h. $S(hkl)_{fcc} = 4$ falls h,k,l alle ungerade oder gerade, sonst 0.

Vergleich mit den experimentellen Daten ergibt schliesslich, dass es sich um ein bcc-Gitter mit $(h_1, k_1, l_1) = (1, 1, 0)$ handeln muss, denn:

- Für (1,0,0) fehlt der (experimentell beobachtete) Reflex bei $Q_i = 7$.
- Für (1,1,1) fehlt derjenige bei $Q_i = 5$.
- Der Strukturfaktor sorgt dafür, dass die halbzahligen Werte nicht beobachtet werden.

Wir berechnen nun $d = \lambda \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} / 2 \sin \theta_{hkl}$ und bilden den Mittelwert. Man findet $d = (0.329 \pm 0.002) \text{ nm}$. Ein Vergleich mit Literaturwerten zeigt, dass es sich bei dem Element entweder um Nb ($d=0.330 \text{ nm}$) oder um Ta ($d=0.331 \text{ nm}$) handeln kann (beide bcc).