

## Verwandte Themen

Charakteristische Röntgenstrahlung, Bravais-Gitter, Reziproke Gitter, Millersche-Indizes, Atomfaktor, Strukturfaktor, Bragg- Streuung.

## Prinzip

Laue-Diagramme werden bei Durchstrahlung von Einkristallen mit polychromatischen Röntgenstrahlen erzeugt. Die Methode wird hauptsächlich zur Bestimmung von Kristallsymmetrien und zur Orientierung von Kristallen benutzt. Durchstrahlt man einen LiF-Einkristall mit polychromatischer Röntgenstrahlung erhält man ein charakteristisches Beugungsmuster. Dies wird fotografiert und ausgewertet.

## Material

1 XR 4.0 expert unit, Röntgengerät 35 kV	09057-99	1 X-ray Leuchtschirm	09057-26
1 X-ray Einschub mit Kupfer-Röntgenröhre	09057-80	1 Reiter für optische Profilbank	08286-01
1 X-ray LiF-Kristall in Halter	09056-05	1 Messschieber, Edelstahl	03010-00
1 X-ray Kristallhalter für Laue-Aufnahmen	09058-11	1 Röntgenfilm	09058-23
1 X-ray Blendentubus 1mm	09057-01	1 Röntgenfilmentwickler für 4,5 l	06696-20
1 X-ray Filmholder	09057-08	1 Röntgenfilm-Fixiersalz für 4,5 l	06696-30
1 X-ray Optische Bank	09057-18	3 Laborschale PP, (18 x 24) cm, weiß	47481-00

Dieser Versuch ist in dem Erweiterungsset „XRS 4.0 X-ray Strukturanalyse“ enthalten.

**Hinweis:** Dieser Versuch kann auch mit einer Molybdän-Röntgenröhre durchgeführt werden.

**Hinweis:** Optional kann der Versuch auch mit Selbstentwickelnden Röntgenfilmen 09057-20 durchgeführt werden. Details, siehe Anhang.



Abb. 1: P2541601

**Aufgaben**

1. Nehmen Sie das Laue-Diagramm eines LiF-Einkristalls mit Hilfe eines Films auf.
2. Ordnen Sie die Laue-Reflexe den verschiedenen Netzebenen des Kristalls zu.

**Durchführung**

Vor Versuchsbeginn ist zuerst das Goniometer aus dem Experimentierraum zu entfernen.

Dann wird der Blendentubus mit dem Lochdurchmesser  $d = 1 \text{ mm}$  in den Ausgangstubus des Röhreneinschubes gesetzt. Darüber stülpt man den Halter für Laue-Aufnahmen. In diesen setzt man den LiF-Kristall mit seinen Stiften so ein, dass die runden Seiten des Kristallhalters zur Röntgenröhre zeigen.

Der Film wird in der Dunkelheit in den Filmhalter mit den Magnetstreifen gelegt und die beiden Seiten des Filmhalters sorgfältig aufeinander gelegt. Den gefüllten Filmhalter stellt man mit Hilfe des Halters vom Leuchtschirm auf die interne optische Bank und positioniert ihn in einem Abstand von  $D = 1,5\text{--}2 \text{ cm}$  vom Kristall. Die genaue Bestimmung dieses Abstandes ist für die spätere Auswertung wichtig. Die Filmebene soll zur Kristalloberfläche parallel verlaufen.

Die Röntgenröhre wird mit maximaler Leistung betrieben (Anodenspannung  $U_A = 35 \text{ kV}$ , Anodenstrom  $I_A = 1 \text{ mA}$ ). Die Belichtungszeit beträgt im Falle der Wolframröhre 15-30 Minuten und wird folgendermaßen eingestellt und aktiviert:

- Die Röhrenbetriebsdaten einstellen und jeweils mit „Enter“ bestätigen.
- Unter „Menu“ → „Timer“ anwählen (Abb. 3) → „Duration“ die gewünschte Zeit mit den Pfeiltasten einstellen. Mit „enter“ bestätigen.
- Anschließend erscheint automatisch das Fenster „Mode“. Hier „on“ anwählen mit „enter“ bestätigen (Abb. 4).
- Zum Start der Belichtung die Schiebetür schließen und verriegeln und die Taste unter „Start“ (Abb. 5) drücken.

Jetzt erfolgt die Durchstrahlung, die nach der eingestellten Belichtungszeit automatisch beendet wird. Auf dem Display kann der die verbleibende Zeit anhand einer rückwärts laufenden Uhr und eines Anzeigebalkens verfolgt werden.



Abb. 2: Positionierung des Films im Filmhalter.



Abb. 3



Abb. 4



Abb. 5

Röntgenfilme werden unter Beachtung der Packungsaufschrift in einer Dunkelkammer entwickelt, anschließend in einem Wasserbad gespült und dann für ca. 10 Minuten fixiert. Abschließend werden sie wieder 10 Minuten gewässert und an der Luft getrocknet. Bitte entnehmen Sie Details zur Benutzung der Röntgenfilme der Bedienungsanleitung.

### Theorie

Laue-Diagramme werden bei Durchstrahlung von Einkristallen mit polychromatischen Röntgenstrahlen erzeugt. Die Methode wird hauptsächlich zur Bestimmung von Kristallsymmetrien und zur Orientierung von Kristallen benutzt. Eine vollständige Analyse der Diagramme ist nur bei einfachen Kristallstrukturen möglich.

Eine notwendige aber nicht hinreichende Bedingung für konstruktive Reflexion an den einzelnen Netzebenen ist die Bragg-Bedingung:

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

( $d$  = Netzebenenabstand,  $\vartheta$  = Glanzwinkel,  $\lambda$  = Wellenlänge und  $n = 1, 2, 3, \dots$ )

Mit der Gitterkonstanten  $a$  eines kubischen Kristalls gilt für die Abstände  $d(hkl)$  zwischen den einzelnen Netzebenen:

$$d(hkl) = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (2)$$

Ist  $L$  der Abstand eines Reflexes von Zentrum des Laue-Diagramms und  $D$  die Entfernung des Films vom Kristall (Abb. 6), so beträgt der aus dem Experiment ermittelte Glanzwinkel  $\vartheta_{exp}$ :

$$\vartheta_{exp} = \frac{1}{2} \arctan \frac{L}{D}; \quad L = \sqrt{y^2 + z^2} \quad (3)$$

Darin bedeuten  $y$  und  $z$  die Abstände des Reflexes in einem rechtwinkligen Koordinatensystem mit seinem Ursprung im Zentrum des Diagramms.

Wenn der Röntgenstrahl mit einer bestimmten kristallografischen Richtung  $[h^*, k^*, l^*]$  übereinstimmt (hier ist es die  $[100]$ -Richtung) und auf eine Kristallfläche  $(h, k, l)$  trifft, dann ist der Einfallswinkel  $\alpha$  auf diese Fläche (s. Abb. 7) durch das Skalarprodukt aus dem Normalenvektor dieser Fläche und der Einfallrichtung bestimmt:

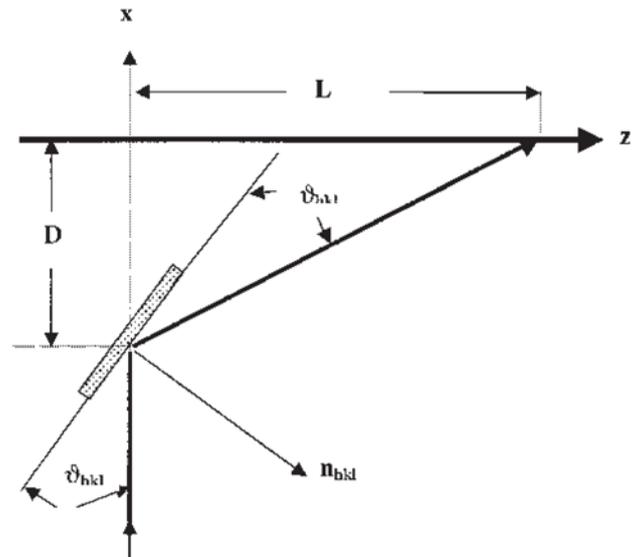


Abb. 6: Streugeometrie zum Laue-Diagramm. Die y-Achse liegt in der Filmebene und steht senkrecht zur x,z-Ebene

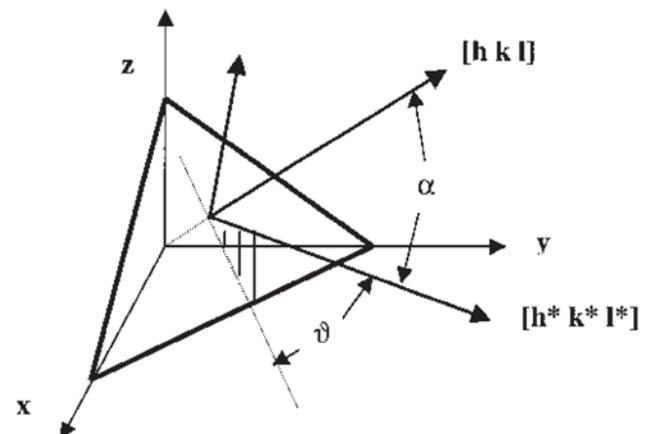


Abb. 7: Reflexion an einer Netzebene mit willkürlicher Orientierung

$$\cos \alpha = \frac{h h^* + k k^* + l l^*}{\sqrt{(h^2 + k^2 + l^2) \cdot ((h^*)^2 + (k^*)^2 + (l^*)^2)}} \quad (4)$$

Für den Glanzwinkel gilt dann:  $\vartheta_{cal.} = 90^\circ - \alpha$

Aus dem Additionstheorem und mit  $(h^*, k^*, l^*) = [100]$  folgt somit aus (4):

$$\sin \vartheta = \frac{h}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (5)$$

### Auswertung

*Aufgabe 1: Nehmen Sie das Laue-Diagramm eines LiF-Einkristalls mit Hilfe eines Films auf.*

Abb. 8 zeigt das Laue-Diagramm eines LiF(100)-Einkristalls, der ein kubisch flächenzentriertes (fcc = cubic face centered) Kristallgitter bildet. Eine Drehung des Beugungsmusters um  $90^\circ$  um die Richtung des Primärstrahls bringt das Muster wieder zur Deckung. Da der Primärstrahl hier senkrecht auf die (100)-Fläche des LiF-Kristalls trifft, ist die [100]-Kristallrichtung eine vierzählige Symmetrieachse. Die Intensität der einzelnen Reflexe hängt sowohl von der reflektierenden Fläche als auch von der spektralen Intensitätsverteilung der Röntgenstrahlung ab.

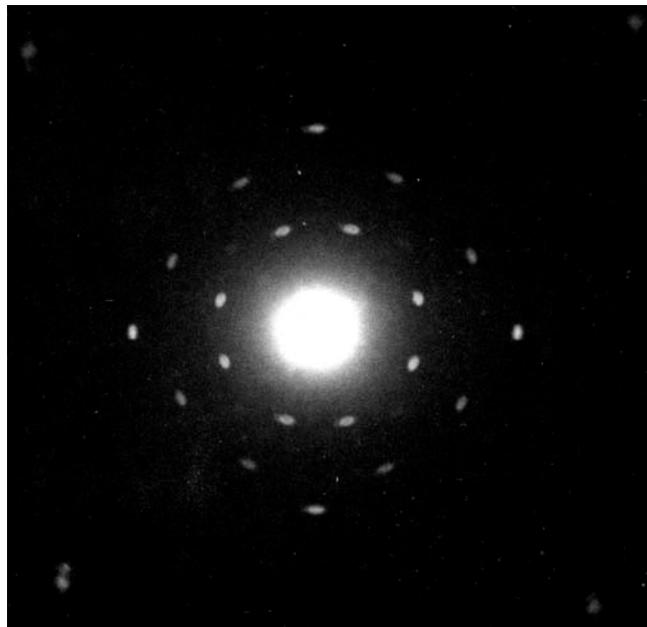


Abb. 8: Laue-Diagramm des LiF(100)-Kristalls  
Betriebswerte der W-Röntgenröhre:  
Beschleunigungsspannung  $U_A = 35$  kV, Anodenstrom  $I_A = 1$  mA, Abstand Kristall-Film  $D = 15$  mm, Belichtungszeit  $t = 15$  Minuten

*Aufgabe 2: Ordnen Sie die Laue-Reflexe den verschiedenen Netzebenen des Kristalls zu.*

Man berechnet für alle Netzebenen niedriger  $(h, k, l)$ -Indizierung mit Formel (5)  $\vartheta_{cal}$  und außerdem mit Formel (3) aus dem Diagramm  $\vartheta_{exp}$ . Eine Zuordnung der Reflexe zu den entsprechenden Netzebenen ist dann erreicht, wenn zum einen die Winkel übereinstimmen ( $\vartheta_{cal} = \vartheta_{exp}$ ) und zum anderen die Bedingung  $k/l = y/z$  erfüllt ist, wobei  $y$  und  $z$  die Koordinaten der Reflexe sind.

Schließlich bietet sich eine weitere Kontrollmöglichkeit an. Nach dem Duane-Huntschen Verschiebungsgesetz (s. Exp. P2540901) ist der Beginn des Bremsspektrum durch die minimale Wellenlänge  $\lambda_{min} = 1,24 \cdot 10^{-6} / U_A$  [m] gegeben. Für eine Beschleunigungsspannung  $U_A = 35$  kV gilt dann:  $\lambda_{min} = 35,5$  pm. Bei der Zuordnung von Reflex und Netzebene darf somit nur Röntgenstrahlung mit einer Wellenlänge von  $\lambda > 35,5$  pm eine Rolle spielen.

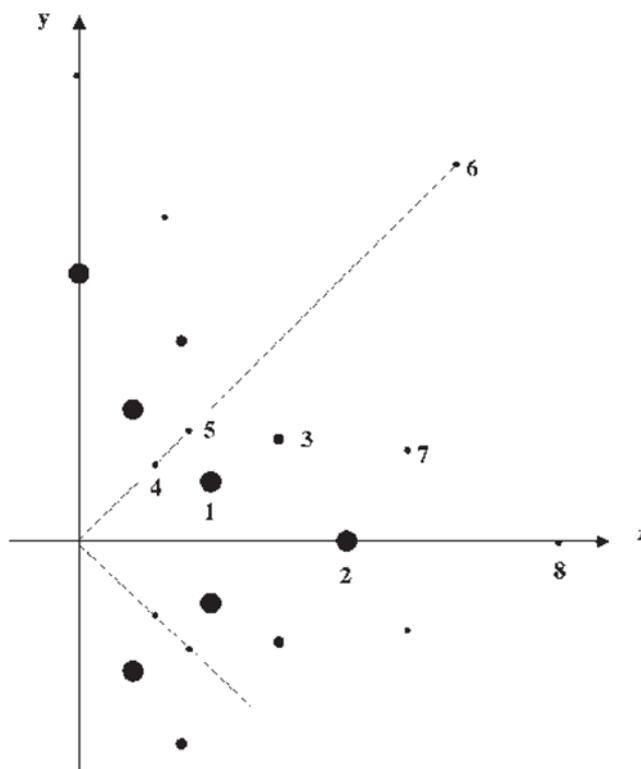


Abb. 9: Übertragung der Laue-Reflexe.

In Abb. 9 sind die Lagen der Reflexe nochmals eingezeichnet. Aus Symmetriegründen braucht nur 1/8-Segment des Diagramms ausgewertet zu werden. Die übrigen Reflexe ergeben sich durch Permutation der Indizes und Wechsel des Vorzeichens. Die Reflexe 4 und 8 sind auf der Originalabbildung nur schwach ausgeprägt und nur bei längerer Belichtungszeit zu erkennen.

Tabelle 1 zeigt das Ergebnis der Auswertung. Es zeigt sich, dass nur Reflexe zu beobachten sind, deren Millerindizes entweder ausschließlich gerade oder ungerade sind. Dieses ist charakteristisch für ein fcc-Kristallgitter (siehe Experiment P2541301).

Tabelle 1: Auswertung des Laue-Diagramms

Reflex-Nr.	y/mm	x/mm	L/mm	$\vartheta_{exp}/^\circ$	h k l	$\vartheta_{cal}/^\circ$	k / l	y / z	d/pm	$\lambda$ /pm
1	4,0	12,5	13,25	17,29	1 1 3	17,55	0,33	0,32	121,4	72,2
2	0	25,5	25,5	26,66	2 0 4	26,57	0	0	100,7	90,4
3	9,75	19,0	21,25	24,17	2 2 4	24,09	0,5	0,51	82,2	67,3
4	6,75	6,75	9,50	13,34	1 3 3	13,26	1	1	92,4	42,6
5	10,75	10,75	15,50	19,33	2 4 4	19,47	1	1	90,1	59,6
6	38,25	38,25	54,50	53,30	1 1 1	35,26	1	1	232,6	268,8
7	7,0	34,0	35,50	30,75	3 1 5	30,47	0,2	0,2	68,1	69,6
8	0	45,75	45,75	33,72	4 0 6	33,69	0	0	55,8	62,0

### Hinweis

Um die relativen Fehler bei der Bestimmung der Reflexabstände möglichst gering zu halten, empfiehlt sich folgendes Verfahren: Man überträgt das Diagramm auf Transparentpapier und vergrößert es zweimal mit Hilfe eines Kopierers. Optional kann das Bild auch eingescannt werden und dann am Computer vergrößert werden.

## Anhang

### Durchführung mit Selbstentwickelnden Röntgenfilmen

Mit Hilfe selbstentwickelnder Röntgenfilme (09057-20) und der XR 4.0 expert unit ist es möglich, Einkristall-Röntgenstrukturanalyse live in einer Vorlesung vorzuführen. Der Aufnahme selbst dauert im Falle eine Cu-Röhre nur 12,5 Minuten, mit Molybdän-Röhren sind auch nach 5 min schon gute Ergebnisse zu erzielen. Die Entwicklung ist in 2-3 min gemacht.

### Daten

- Cu-Röhreneinschub 09057-50
- Röhrenspannung: 35 kV
- Strahlstrom: 1 mA
- Blende: 1 mm (09057-01)
- Belichtungszeit: 10-30 Minuten

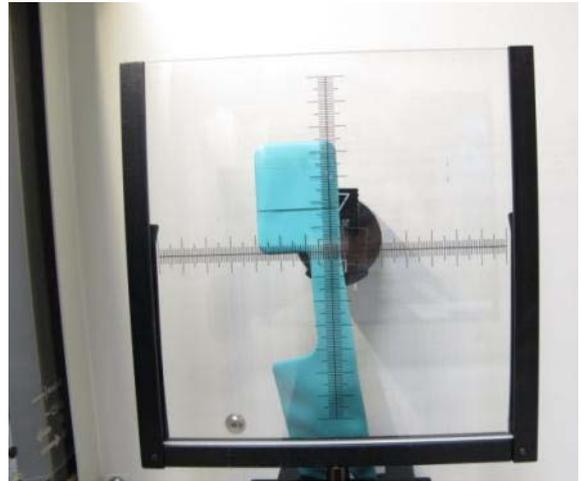
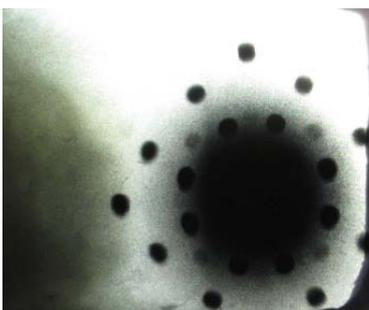


Abb. 10: Aufbau im Röntgengerät

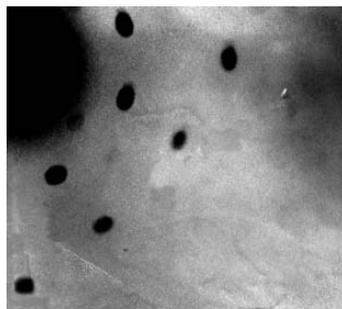
Die Position des Schirms wird über die mm-Skala auf der optischen Bank bestimmt.

Der Röntgenfilm wird nicht mittig vor dem Kristall positioniert sondern versetzt, da ein Quadrant des Diagramms für die Auswertung ausreicht. Um die Aufnahme auszuwerten, sollte das Bild vergrößert werden. Am besten das Bild einscannen und dann digital vergrößern.

Die Entwicklung des Films erfolgt nach der Bedienungsanleitung, die den Filmen beiliegt. Tendenziell eher 2 min als 50 sec „entwickeln“. Es ist sehr wichtig, den entwickelten Film direkt nach der Entnahme aus der Folie unter fließendes Wasser zu halten. Nicht mit Handtüchern trocknen, sondern an der Luft.



Belichtungszeit: 30 min  
Schirm bei 4,7 cm



Belichtungszeit: 20 min  
Schirm bei 4,7 cm



Belichtungszeit: 12,5 Minuten,  
Schirm bei 5,5 cm