

Praktikumversuch "Röntgenbeugung" (V09)

Betreuer: Dr. A. Pohlers

Webseite: <http://www-user.tu-chemnitz.de/~pls/lehre.php>

Aktualisierung der Aufgabenstellung

- (1) Vergleichen Sie das Spektrum der Mo-Röntgenröhre mit und ohne Zr-Filter.
- (2) Bestimmen Sie die Reflexlagen sowie d- und a-Werten eines NaCl-Einkristalls.
- (3) Berechnen der Avogadro-Konstante N_A einschließlich des Größtfehlers.

Hinweise zur Versuchsdurchführung

Für den Versuch wird ein NaCl-Einkristall, welcher parallel der (200)-Netzebene (siehe Anhang) der Elementarzelle geschnitten wurde, in den Probenhalter auf Anschlag eingesetzt. Es empfiehlt sich der folgende Versuchsablauf:

- Einschalten des Röntgengerätes mit Hardware-Reset.
- Einstellen und Messen der jeweiligen Versuchsparameter:
Einstellung der Röhrenparameter (für alle Teilmessungen)

$U = 35 \text{ kV}$ $I = 1 \text{ mA}$

(1.1) Messen des Mo-Strahlung ohne Zr-Filter

$\Delta t = 1 \text{ s}$ $\beta = 3 \dots 12^\circ$ $\Delta\beta_S = 0,1^\circ$ (Schrittweite)

(1.2) Messen des Mo-Strahlung mit Zr-Filter

$\Delta t = 1 \text{ s}$ $\beta = 3 \dots 33^\circ$ $\Delta\beta_S = 0,1^\circ$

Diese Messung dient zugleich als Überblickmessung für die 2. Teilaufgabe.

(2) Einzelmessung der NaCl($h00$)-Reflexe mit Zr-Filter für $h > 2$

$h = 4$: $\Delta t = 10 \text{ s}$,

$h > 4$: $\Delta t = 30 \text{ s}$ $\beta = \beta_{h00} \pm 1^\circ$ $\Delta\beta_S = 0,1^\circ$

Die mittlere (gewichtete) Wellenlänge des $\text{MoK}\alpha$ -Strahlung ist $\lambda_{\text{MoK}\alpha} = 0,7107 \text{ \AA}$.

- Vergleichen und Erklären der Messkurven von (1.1) und (1.2) im Winkelbereich $\beta \leq 12^\circ$. Identifizieren der auftretenden Reflexe beider Messkurven und Bestimmen der Schwerpunktlagen. Neben den Schwerpunktlagen werden für die Bestimmung der Größtfehler $\Delta\beta$ auch die Anzahl der Stützstellen (Freiheitsgrade n) sowie der σ -Wert (Standardabweichung des Einzelwertes) benötigt.
- Durchführen der Teilmessungen (2) und Ergänzen der bereits ermittelten Schwerpunktlagen für $h > 2$ durch die genaueren Werte.
- Berechnen der d_{h00} -Werte und des Mittelwertes für die Kantenlänge a .
- Berechnen und Vergleichen der Avogadro-Konstante N_A und des Größtfehler ΔN_A für alle d-Werte.

Achtung!

NaCl-Kristalle sind hygroskopisch und sollten daher so kurz wie möglich außerhalb des Exikators verweilen. Führen Sie zunächst alle Teilmessungen **ohne Zeitverzug** aus und speichern Sie die Messkurven. Die Messkurven können nachfolgend und unabhängig vom Messgerät ausgewertet werden.

Die Protokollabgabe erfolgt am Ende des Praktikums an den Betreuer.

Viel Erfolg!

Anhang

Allgemeiner Zusammenhang zw. Gitterkonstante und Netzebenenabstand

Der NaCl-Kristall wurde parallel der (200)-Netzebene geschnitten, so dass nur (h00)-Reflexe mit dem Millerschen Indize $h = 2, 4, 6, \dots$ auftreten. Formal kann man diese Reflexfolge auch als höhere Beugungsordnungen des Reflexes NaCl(200) betrachten.

Zwischen der Gitterkonstante a und den verschiedenen (h00)-Netzebenen besteht folgender Zusammenhang:

$$a = h d_{h00} \quad (1)$$

und für die Avogadro-Konstante N_A gilt entsprechend:

$$N_A = \frac{M}{\rho V} = 4 \frac{M_{\text{NaCl}}}{\rho_{\text{NaCl}} h^3 d_{h00}^3} = 4 \frac{M_{\text{NaCl}}}{\rho_{\text{NaCl}} a^3} \quad (2)$$

(vgl. Skripte, Gl. (4))

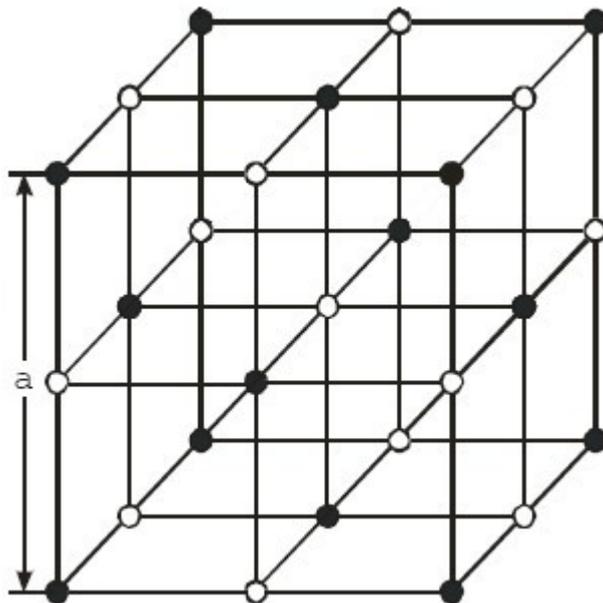


Abb. 1: Einheitszelle von NaCl

JCPDS-Datenbank (PDF2, Nr. 05-0628)

NaCl kub. (Fm3m / 225): $a = 5,6402 \text{ \AA}$

Tab. 1: Reflexlagen für MoK α -Strahlung

$\lambda_{\text{MoK}\alpha} = 0,7107 \text{ \AA}$

h	k	l	$d / \text{\AA}$	$\Theta_{\text{calc.}} / ^\circ$	I/I_0 *)
2	0	0	2,820	7,239	100
4	0	0	1,410	14,597	6
6	0	0	0,940	22,212	3
8	0	0	0,705	30,268	1

*) Relative Intensitäten für Cu-K α