# Fortgeschrittenenpraktikum — Universität von Siegen Versuchsanleitung

# Bestimmung der Kristallorientierung mit Hilfe von Röntgenstrahlung: Die Laue-Methode

Author: Marcel Roth marcel.roth@uni-siegen.de

> Version: 26. April 2007

# Inhaltsverzeichnis

| 1 | Rön  | Röntgenstrahlung 4  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|---|--|---|--|--|--|--|--|--|--|--|
|   | 1.1  | Entdeckung  | 4  |  |  |  |  |  |  |  |
|   | 1.2  | Erzeugung   | 5  |  |  |  |  |  |  |  |
|   | 1.3  | Eigenschaften   | 8  |  |  |  |  |  |  |  |
|   | 1.4  | Detektion   | 8  |  |  |  |  |  |  |  |
|   | 1.5  | Strahlenschutz  | 9  |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 | Bes  | Beschreibung von Kristallen 10  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|   | 2.1  | Koordinatensysteme und Netzebenen   | 10   |  |  |  |  |  |  |  |
|   | 2.2  | Reziprokes Gitter und Millersche Indizes  | 10   |  |  |  |  |  |  |  |
|   |  | 2.2.1 Winkel zwischen zwei Netzebenen   | 12   |  |  |  |  |  |  |  |
|   |  | 2.2.2 Netzebenenabtand  | 12   |  |  |  |  |  |  |  |
|   | 2.3  | Symmetrieoperationen, Bravaisgitter und Punktgruppen  | 14   |  |  |  |  |  |  |  |
|   | 2.4  | Stereographische Projektion   | 15   |  |  |  |  |  |  |  |
|   |  | 2.4.1 Wulffsches Netz   | 16   |  |  |  |  |  |  |  |
|   | 2.5  | Kristallstrukturen und verwendete Kristalle   | 19   |  |  |  |  |  |  |  |
|   |  | 2.5.1 Quarz   | 19   |  |  |  |  |  |  |  |
|   |  | 2.5.2 Zinkblendestruktur  | 19   |  |  |  |  |  |  |  |
|   | Röntgenbeugung an Kristallen 21  |   |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 | Rön  | ntgenbeugung an Kristallen  | 21   |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 | <b>Rön</b><br>3.1  | ntgenbeugung an Kristallen<br>Allgemeine Streutheorie   | <b>21</b><br>21  |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 | <b>Rön</b><br>3.1<br>3.2   | ntgenbeugung an Kristallen<br>Allgemeine Streutheorie   | <b>21</b><br>21<br>22  |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 | <b>Rön</b><br>3.1<br>3.2<br>3.3  | Allgemeine Streutheorie   | <b>21</b><br>21<br>22<br>22  |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 | <b>Rön</b><br>3.1<br>3.2<br>3.3<br>3.4                                     | Atgenbeugung an Kristallen         Allgemeine Streutheorie         Die Laue-Gleichungen         Die Ewaldkonstruktion und der reziproke Raum         Braggsche Interferenzbedingung   | <ul> <li>21</li> <li>21</li> <li>22</li> <li>22</li> <li>23</li> </ul>   |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 | <b>Rön</b><br>3.1<br>3.2<br>3.3<br>3.4<br>3.5                              | Allgemeine Streutheorie   | <ul> <li>21</li> <li>21</li> <li>22</li> <li>22</li> <li>23</li> <li>24</li> </ul>   |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 | Rön<br>3.1<br>3.2<br>3.3<br>3.4<br>3.5                                     | Allgemeine Streutheorie   | <ul> <li>21</li> <li>21</li> <li>22</li> <li>22</li> <li>23</li> <li>24</li> <li>25</li> </ul>   |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 | <b>Rön</b><br>3.1<br>3.2<br>3.3<br>3.4<br>3.5<br><b>Vers</b><br>4.1        | Allgemeine Streutheorie   | <ul> <li>21</li> <li>21</li> <li>22</li> <li>22</li> <li>23</li> <li>24</li> <li>25</li> <li>25</li> </ul>   |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 | <b>Rön</b><br>3.1<br>3.2<br>3.3<br>3.4<br>3.5<br><b>Vers</b><br>4.1<br>4.2 | Allgemeine Streutheorie   | <ul> <li>21</li> <li>21</li> <li>22</li> <li>23</li> <li>24</li> <li>25</li> <li>27</li> </ul>   |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 | Rön<br>3.1<br>3.2<br>3.3<br>3.4<br>3.5<br>Vers<br>4.1<br>4.2               | Allgemeine Streutheorie   | <ul> <li>21</li> <li>21</li> <li>22</li> <li>23</li> <li>24</li> <li>25</li> <li>27</li> <li>27</li> <li>27</li> </ul>                                     |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 | Rön<br>3.1<br>3.2<br>3.3<br>3.4<br>3.5<br>Vers<br>4.1<br>4.2               | htgenbeugung an Kristallen         Allgemeine Streutheorie         Die Laue-Gleichungen         Die Ewaldkonstruktion und der reziproke Raum         Braggsche Interferenzbedingung         Formfaktor, Strukturfaktor und Auslöschungsregeln         suchsbeschreibung         Aufgabenstellungen         Komponenten des Versuchs         4.2.1         Sicherheitswarnungen und Gebrauchsvorschriften  | <ul> <li>21</li> <li>21</li> <li>22</li> <li>23</li> <li>24</li> <li>25</li> <li>27</li> <li>27</li> <li>28</li> </ul>                                     |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 | <b>Rön</b><br>3.1<br>3.2<br>3.3<br>3.4<br>3.5<br><b>Vers</b><br>4.1<br>4.2 | htgenbeugung an Kristallen         Allgemeine Streutheorie         Die Laue-Gleichungen         Die Ewaldkonstruktion und der reziproke Raum         Braggsche Interferenzbedingung         Formfaktor, Strukturfaktor und Auslöschungsregeln         suchsbeschreibung         Aufgabenstellungen         Komponenten des Versuchs         4.2.1         Sicherheitswarnungen und Gebrauchsvorschriften         4.2.3         Laseriustierung  | <ul> <li>21</li> <li>21</li> <li>22</li> <li>23</li> <li>24</li> <li>25</li> <li>27</li> <li>28</li> <li>29</li> </ul>                                     |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 | Rön<br>3.1<br>3.2<br>3.3<br>3.4<br>3.5<br>Vers<br>4.1<br>4.2               | htgenbeugung an Kristallen         Allgemeine Streutheorie         Die Laue-Gleichungen         Die Ewaldkonstruktion und der reziproke Raum         Braggsche Interferenzbedingung         Formfaktor, Strukturfaktor und Auslöschungsregeln         suchsbeschreibung         Aufgabenstellungen         Komponenten des Versuchs         4.2.1         Sicherheitswarnungen und Gebrauchsvorschriften         4.2.3         Laserjustierung         4.2.4  | <b>21</b><br>22<br>22<br>23<br>24<br><b>25</b><br>25<br>27<br>27<br>28<br>29<br>20   |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 | Rön<br>3.1<br>3.2<br>3.3<br>3.4<br>3.5<br>Vers<br>4.1<br>4.2               | htgenbeugung an Kristallen         Allgemeine Streutheorie         Die Laue-Gleichungen         Die Ewaldkonstruktion und der reziproke Raum         Braggsche Interferenzbedingung         Formfaktor, Strukturfaktor und Auslöschungsregeln         suchsbeschreibung         Aufgabenstellungen         Komponenten des Versuchs         4.2.1         Sicherheitswarnungen und Gebrauchsvorschriften         4.2.2         Laue-Kamera         4.2.4         Projektionen der Reflexe         4.2.5   | <b>21</b><br>22<br>22<br>23<br>24<br><b>25</b><br>25<br>27<br>27<br>27<br>28<br>29<br>29<br>29   |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 | Rön<br>3.1<br>3.2<br>3.3<br>3.4<br>3.5<br>Vers<br>4.1<br>4.2               | htgenbeugung an Kristallen         Allgemeine Streutheorie         Die Laue-Gleichungen         Die Ewaldkonstruktion und der reziproke Raum         Braggsche Interferenzbedingung         Formfaktor, Strukturfaktor und Auslöschungsregeln         suchsbeschreibung         Aufgabenstellungen         Komponenten des Versuchs         4.2.1         Sicherheitswarnungen und Gebrauchsvorschriften         4.2.2         Laue-Kamera         4.2.3         Laserjustierung         4.2.4         Projektionen der Reflexe         4.2.5         Filmentwicklung und Imageplate-System         4.2.6 | <b>21</b><br>22<br>22<br>23<br>24<br><b>25</b><br>27<br>27<br>27<br>28<br>29<br>29<br>32<br>32   |  |  |  |  |  |  |  |
| 3 | Rön<br>3.1<br>3.2<br>3.3<br>3.4<br>3.5<br>Vers<br>4.1<br>4.2               | Attgenbeugung an KristallenAllgemeine StreutheorieDie Laue-GleichungenDie Ewaldkonstruktion und der reziproke RaumBraggsche InterferenzbedingungFormfaktor, Strukturfaktor und AuslöschungsregelnsuchsbeschreibungAufgabenstellungenKomponenten des Versuchs4.2.1Sicherheitswarnungen und Gebrauchsvorschriften4.2.3Laserjustierung4.2.4Projektionen der Reflexe4.2.5Filmentwicklung und Imageplate-System4.2.6Literatur zu vergleichbaren Versuchen  | <ul> <li>21</li> <li>21</li> <li>22</li> <li>23</li> <li>24</li> <li>25</li> <li>27</li> <li>27</li> <li>28</li> <li>29</li> <li>32</li> <li>32</li> </ul> |  |  |  |  |  |  |  |

Hinweis für verlinkte Dateien:

Die im PDF verlinkten Dateien befinden sich im zip-file addon. zip, das von www. fkp-siegen. de heruntergeladen werden kann. Die beinhalteten Dateien sind in denselben Ordner wie die Anleitung zu entpacken.

# 1 Röntgenstrahlung

# 1.1 Entdeckung

Im Jahre 1895 untersuchte Wilhelm Conrad Röntgen die Eigenschaften von Gasentladungsröhren. Dabei bemerkte er, dass bei jeder Gasentladung außerhalb der Röhre auf einem Leuchtschirm Fluoreszenzerscheinungen auftraten. Er erkannte, dass die Ursache dafür eine neue Art von Strahlung sein musste, deren Existenz bis dahin unentdeckt blieb. Der Tag der Entdeckung wurde von ihm auf den 08.11.1895 datiert. In der englischsprachigen Literatur hat sich die vom Entdecker selbst vorgeschlagene Bezeichnung X-Strahlen durchgesetzt. Im deutschsprachigen Raum wird die Strahlung aber meist nach ihrem Entdecker benannt: Röntgenstrahlung. Röntgen selbst führte erste Untersuchungen zur Bestimmung der Eigenschaften der neuen Strahlung durch und erkannte, dass sie optisch opaque Materialien zu durchdringen vermag. Den Nachweis des elektromagne-



ABB. 1.1: Versuchsaufbau nach v. Friedrich, Kipping und v. Laue - Quelle: [Lau13]

tischen Wellencharakters der Strahlung erbrachten aber erst von Laue, Friedrich und Knipping 1912 durch Beugungsversuche an Kristallen. ABB. 1.1 zeigt den Aufbau der historischen Messanordnung, wie sie von Kipping und Friedrich verwendet wurde.

Wie weiter unten beschrieben lieferte die verwendete Röntgenröhre die nötige polychromatische Röntgenstrahlung. Diese wurde durch eine mit verschiedenen Blenden versehene Bleiwand auf den untersuchten Kristall kollimiert. Der Kristall selbst war an einem Goniometer in vielen Freiheitsgraden drehbar befestigt. Die Photoplatte diente zur Detektierung. Zwei der veröffentlichten Photographien sind in ABB. 1.2 dargestellt.

Die Veröffentlichung der Arbeiten erfolgte 1913 in den Annalen der Physik und bereits 1914 erhielt Max von Laue als Initiator dieser Arbeiten den Nobelpreis für Physik.

Die Laue-Methode wird auch heute noch unter Verwendung konventioneller Röntgenröhren zur Kristallorientierung (d.h. Bestimmung der Lage von kristallographischen Richtungen bezüglich äußerer Kristallflächen) verwendet. Hierzu ist es notwendig, die Laue-Symmetrie des Beugungsbildes zu erkennen. Die Verfügbarkeit von Synchrotrons als Quellen von Röntgenstrahlen (Strahlungseigenschaften: extrem hohe Intensität, breites nutzbares Spektrum, kleine Divergenz) hat die Perspektiven der Laue-Methode in Richtung zeitaufgelöster Strukturbestimmung erweitert. Das in diesem Beitrag vermittelte Basiswissen hat auch für diese Anwendungen Aktualität.



ABB. 1.2: Historische Laue-Aufnahmen eines Kupfervitrolkristalls

# 1.2 Erzeugung

Röntgenstrahlen sind energiereiche Quanten elektromagnetischer Strahlen im Wellenlängenbereich zwischen 1 pm und 1 nm. Das entspricht dem Energiebereich von 1 MeV bis 1 keV. Zu niederen



ABB. 1.3: Elektromagnetisches Spektrum; Quelle: "Gebändigtes Licht", Themenheft der DPG und des BMBF, 06/2000

Energien hin schließt sich im elektromagnetischen Spektrum (ABB. 1.3) das Gebiet der harten UV-Strahlung (EUV) an, bei höheren Energien ab 100 keV spricht man von Gamma-Strahlen, wenn die Strahlung bei Kernübergängen erzeugt wird.

Die relativ zum sichtbaren Licht große Energie der Röntgenstrahlung bewirkt eine gute Durchdringungsfähigkeit materieller Körper. Zusammen mit der Eigenschaft, Stoffe zur Fluoreszenz anzuregen und fotografische Platten zu schwärzen, kam es recht schnell zu einer verbreiteten Anwendung der nach seinem Entdecker benannten Technik des "Röntgens" in Medizin und Technik.

Elektromagnetische Strahlung wird immer dann abgestrahlt, wenn geladene Teilchen beschleunigt werden. Dies passiert z. B. in einem Synchrotron durch die Ablenkung von Elektronen in magnetischen Feldern oder einfach durch das Abbremsen von Elektronen in einem Festkörper wie es bei der Röntgenröhre genutzt wird. ABB. 1.4 zeigt eine solche Röntgenröhre. An der Katho-



ABB. 1.4: Prinzipieller Aufbau einer Röntgenröhre

de werden mittels Glühemission freie Elektronen erzeugt und dann in einem Hochspannungsfeld (10 kV-300 kV) beschleunigt. Beim Auftreffen auf die Anode werden die Elektronen in einem oder mehreren Stoßprozessen abgebremst und verlieren ihre kinetische Energie

$$E_{\rm kin} = \frac{1}{2} m_e \cdot v^2 = e \cdot U \tag{1.1}$$

Ein bestimmter Teil dieser Energie wird in Form von Röntgenstrahlung emittiert, der größte Teil der Energie bewirkt aber lediglich eine Erwärmung des Anodenmaterials. Um eine hohe Röntgenleistung zu erzielen, müssen die Anoden der Röntgenröhren deshalb gekühlt werden. Verwendete Anodenmaterialien sind Kupfer, Molybdän, Silber oder Chrom werden eingesetzt. Die Ausbeute an Röntgenbremsstrahlung ist bei Elementen mit hoher Ordnungszahl Z wegen Strahlungsleistung  $I \sim Z^2$  besonders hoch. Aufgrund der Luftabsorption liefert Kupfer dabei die beste Emissionsleistung der genannten Anodenmaterialien.

Eine theoretische Beschreibung dieser Bremsstrahlung erfolgt aufgrund des Lienard-Wiechert-Potentials:

$$\varphi(\mathbf{x},t) = \int_{V} \int \frac{\varrho(\mathbf{x}',t)}{|\mathbf{x}-\mathbf{x}'|} \cdot \delta(t'-t-\frac{|\mathbf{x}-\mathbf{x}'|}{c}) \, d\mathbf{x}' \, dt \tag{1.2}$$

Für eine Punktladung lässt sich dieses Potential noch elementar berechnen und man erhält für

die Strahlungsfelder:

$$\mathbf{E}(\mathbf{x},t) = \frac{e}{c^2} \left[ \frac{1-\beta}{R-\vec{\beta}\cdot\mathbf{R}} \left(\mathbf{R}-\vec{\beta}\cdot R\right) + \frac{\mathbf{R}\times\left(\mathbf{R}\times\left(\vec{\beta}\cdot R\right)\times\dot{\mathbf{v}}\right)}{R-\vec{\beta}\cdot\mathbf{R}} \right]$$
(1.3)

$$\mathbf{B}(\mathbf{x},t) = \frac{\mathbf{R}}{R} \times \mathbf{E}(\mathbf{x},t)$$
(1.4)

Dabei ist  $\mathbf{R} = \mathbf{x} - \mathbf{x}' = \mathbf{x} - \mathbf{r}(t')$ . Im Fall der Bremsstrahlung verschwindet der Anteil  $\vec{\beta} \times \dot{\mathbf{v}}$  und der Betrag des zugehörige Poyting-Vektor ergibt sich zu:

$$|\mathbf{S}| = S = \frac{c}{4\pi} \frac{e^2}{c^4} \frac{\dot{v}^2}{R^2} \cdot \frac{\sin^2(\vartheta)}{\left(1 - \beta \cdot \cos(\vartheta)\right)^6}$$
(1.5)

Dabei ist  $\vartheta$  der Winkel zur anfänglichen Bewegungsrichtung des Elektrons und  $\beta = v/c$  seine zur  $\begin{bmatrix} \beta_1 < \beta_2 < \beta_3 \\ U_3 < U_2 < U_1 \end{bmatrix}$ 



ABB. 1.5: Bremsstrahlungscharakteristika

Lichtgeschwindigkeit normierte Geschwindigkeit. Die Funktion ist in ABB. 1.5 für drei verschiedene Werte für  $\beta$  dargestellt. Außerdem ist eine schematische Skizze des emittierten Spektrums abgebildet. Man erkennt, dass das Spektrum wegen bei einer Grenzwellenlänge  $\lambda_{\min}$  beginnt. Das bedeutet, dass bei gegebener Beschleunigungsspannung keine Strahlung mit Wellenlängen emittiert wird, die kleiner als  $\lambda_{\min}$  sind. Photonen mit dieser Wellenlänge werden genau dann erzeugt, wenn die gesamte kinetische Energie des Elektrons (1.2) zur Erzeugung eines Photons genutzt wird. Demnach gilt:

$$\lambda_{\min} = \frac{2\pi \cdot \hbar c}{\hbar \omega}$$

$$= \frac{2\pi \cdot \hbar c}{E_{\min}}$$

$$\lambda_{\min} = \frac{2\pi \cdot \hbar c}{eU}$$
(1.6)

$$\Rightarrow \lambda_{\min}[\text{Å}] \approx \frac{12,4}{U[\text{keV}]}$$
(1.7)

Das Bremsstrahlungsspektrum ist noch durch das so genannte charakteristische Spektrum überlagert. Es entsteht, wenn die beschleunigten Elektronen im Anodenmaterial gebundene Elektronen freisetzen. Es bleibt ein angeregtes Atom, das unter Emission von charakteristischen Wellenlängen wieder in den Grundzustand zurückkehrt. Diese charakteristische Strahlung hat eine geringe spektrale Bandbreite und ist deswegen sehr intensiv. Dieser Anteil ist für diesen Versuch von untergeordneter Bedeutung, auch wenn er vielleicht der Grund sein kann, das verschiedene Beugungsordnungen eine sehr stake Intensität aufweisen.

# 1.3 Eigenschaften

Dass Röntgenstrahlung aufgrund ihrer höheren Energie tiefer in Materie eindringt als Licht, hat wie erwähnt bereits Röntgen selbst entdeckt. Um die Wechselwirkungen der Röntgenstrahlung mit Materie hinlänglich zu beschreiben, müssen folgende Effekte betrachtet werden: Absorption, Streuung, Erzeugung von Sekundärstrahlung, Paarbildung, Ionisation und Lumineszenz sowie Beugung und Brechung. Es sollen hier ausschließlich die letzten beiden der genannten Effekte behandelt werden, da diese für das Verständnis des Laue-Verfahrens wesentlich sind und verweisen im übrigen auf die einschlägige Literatur [Gru93].

Um Beugungseffekte zu beobachten, muss die Wellenlänge der Strahlung und die Abmessungen des Objektes, an denen die Strahlung gebeugt werden soll, von gleicher Größenordnung sein. Im Bereich des "Sichtbaren Lichtes" haben wir es mit Wellenlängen von 400 - 700 nm zu tun, die typischen Abmessungen eines Beugungsgitter müssen in der gleichen Größenordnung liegen, was für Ritzgitter zu typischen Werten von einigen 1000 Linien/mm führt. Die Linienabstände eines Beugungsgitters für den Röntgenbereich lägen gemäß dieser Rechnung in der Größenordnung der Atomabstände, denn die Wellenlänge ist typischerweise um den Faktor 1000 kleiner als im sichtbaren optischen Bereich. Ein solches Gitter lässt sich nicht mehr künstlich herstellen. Vielmehr bilden die Atome eines Kristalls selbst das Gitter. Diesen Zusammenhang haben bereits Max von Laue, W. Friedrich und P. Knipping 1912 erkannt. In ihrem historischen Experiment nahmen sie die ersten Beugungsbilder von Kristallen im Röntgenbereich auf. Analog den Vorgängen bei einem optischen Gitter wird bei Bestrahlung eines Kristalls (der hier als räumliches Gitter fungiert) mit polychromatischer Strahlung diese Strahlung in Abhängigkeit der Wellenlänge unter unterschiedlichen Winkeln abgelenkt. Konkret kann man sich dies durch folgendes Modell veranschaulichen: Die Röntgenstrahlung regt jedes Elektron im Kristall zu Schwingungen an. Jedes Elektron ist also erneut Ausgangspunkt von Röntgenstrahlung. Dabei schwingen die Elekronen nicht automatisch in Phase, da sie durch ihre unterschiedliche Lage im Kristall zu verschiedenen Zeiten von der Primärstrahlung getroffen wurden. Erst unter besonderen Bedingungen überlagern sich die Wellenzüge der Sekundärstrahlung in konstruktiver Weise. Wir erhalten also Interferenzbedingungen ähnlich denen im optischen Bereich. Die Interferenzbedingungen sind hier natürlich durch die dreidimensionale Gitterstruktur komplizierter. Insbesondere spielen die Anordnung der Atome im Kristall und die Orientierung des Kristallgitters relativ zur Einfallsrichtung eine entscheidende Rolle. Dies wird im Laue-Verfahren zur Bestimmung der Symmetrieeigenschaften des Kristalls genutzt. Wir werden später auf die genauen Zusammenhänge und das Entstehen des Beugungsbildes ausführlich eingehen.

# 1.4 Detektion

Der Nachweis von Röntgenstrahlung kann prinzipiell durch jede messbare Wechselwirkung der Röntgenstrahlung mit Materie geschehen. Beispielsweise ionisiert Röntgenstrahlung die Moleküle der Luft und verursacht deshalb indirekt den Abbau eines elektrischen Feldes zwischen zwei Kondensatorplatten, wenn es die Luft zwischen diesen Platten durchdringt. Dieses Grundprinzip wird auch für die bekannten Zählrohre nach Geiger und Müller ("Geigerzähler") verwendet.

Auf einem anderen Prinzip beruht der Szintillationszähler. Hier regen die Röntgenstrahlen in einen Kristall (meist mit Thallium dotiertes Natriumjodid) Lumineszenzvorgänge an. Die dabei entstehenden optischen Photonen treffen auf eine Photokathode, lösen in dieser Elektronen aus, und diese werden dann über eine Spannungskaskade verstärkt (Sekundärelektronenvervielfacher). Da die Höhe des Spannungsimpulses von der Energie der Röntgenstrahlung abhängt, lässt sich bei genügend kurzer Abklingzeit des Kristalls neben der Strahlungsintensität auch die spektrale Verteilung detektieren. Für viele Versuche ist aber eine räumliche Auflösung des Strahlungsmusters erforderlich. Dies kann durch dreierlei Prozesse bewerkstelligt werden:

- Ein lumineszierender Schirm wird der Strahlung ausgesetzt, und das dabei entstehende visuelle Bild wird abfotografiert oder gefilmt. Diese Methode ist jedoch veraltet und wird heute nicht mehr eingesetzt.
- Eine Fotoemulsion wird der Strahlung ausgesetzt. Je nach Aufbau des Films sind die Prozesse, welche die Schwärzung der Emulsion bewirken, ähnlich denen im optischen Spektralbereich. Allerdings verläuft die Schwärzungskurve, also jener Zusammenhang zwischen Belichtungszeit und Schwärzungsgrad, anders als im Visuellen.
- Das mittels eines Bildverstärkers aufbereitete Bild wird mit einer CCD-Kamera aufgenommen. Dies erlaubt eine direkte Umsetzung der räumlich aufgelösten Röntgenstrahlung in ein elektronisch verarbeitbares Bild.
- Das "Imageplate System" ist dem Nachweis mittels einer Fotoemulsion sehr ähnlich. Das Imagaplate besteht aus einem polymeren Material, in dem durch die Röntgenstrahlung Defekte erzeugt werden. Diese Defekte sind unter normalen Bedingungen stabil und fluoreszieren bei charakteristischen Wellenlängen. Mittels eines speziellen Scanners kann so das Beugungsbild registriert werden. Dieses System wird bei diesem Versuch verwendet.

# 1.5 Strahlenschutz

Das Arbeiten mit Röntgenstrahlung hat bei Überschreiten der gesetzlichen Grenzwerte gesundheitliche Schädigungen zur Folge. Neben akuten Schädigungen, die durch hohe Strahlungsexpositionen hervorgerufen werden und sich in Hautverbrennungen, Haarausfall und Blutschädigungen (Schleimhautblutungen) manifestieren, sind noch Spätschäden und Erbgutschädigungen relevant. Erstere äußern sich beispielsweise durch Karzinombildung (Krebs), Schädigung der blutbildenden Organe und eine Anfälligkeit gegenüber Infektionen. Sie werden meist durch langfristiges Einwirken kleinerer Strahlungsmengen hervorgerufen. Erbgutschädigungen können hingegen auch dann auftreten, wenn die Strahlendosis so gering ist, dass sie keine nachweisbaren Schädigungen anderer Art hervorrufen. Es ist deshalb unabdingbar, bei der Arbeit mit Röntgenstrahlung Umsicht walten zu lassen und sich keinen unnötigen Strahlungsmengen auszusetzen. Versuchsaufbauten sind strahlungssicher abgeschirmt. Die Strahlenschutzverordnung und insbesondere die Röntgenverordnung regeln die grundlegenden Sicherheitsvorschriften und die zulässigen Strahlungsdosen. Weiter gehende Literatur ist in der Standardliteratur zu finden.

# 2 Beschreibung von Kristallen

Wie im Abschnitt 1.3 angedeutet, müssen für eine Beugungsstruktur im Röntgenbereich regelmäßige submikroskopische Strukturen vorhanden sein. Diese Regelmäßigkeit muss über, im Verhältnis zu den Atomabständen, großen Volumenbereichen gegeben sein, um Interferenzerscheinungen der Strahlung zu ermöglichen. Amorphe Festkörper zeigen keine solche Regelmäßigkeit und sind für Röntgenstrukturuntersuchungen im Allgemeinen nicht brauchbar. Kristalline Körper hingegen weisen selbst in makroskopischen Volumina regelmäßige Strukturen auf und sind für solche Untersuchungen geeignet. Die Beschreibung der verschiedenen Kristallsysteme und ihrer zugrundeliegenden Symmetrieeigenschaften ist Thema dieses Kapitels.

#### 2.1 Koordinatensysteme und Netzebenen



ABB. 2.1: Einheitszelle eines Kristalls: Die Basisvektoren werden mit  $[\mathbf{a}, \mathbf{b}, \mathbf{c}]$  oder mit  $[\mathbf{a}_1, \mathbf{a}_2, \mathbf{a}_3]$  bezeichnet.  $\mathbf{a}$  und  $\mathbf{b}$  schließen den Winkel  $\gamma$  ein,  $\mathbf{b}$  und  $\mathbf{c}$  den Winkel  $\alpha$  und  $\mathbf{c}$  und  $\mathbf{a}$ den Winkel  $\beta$ . Die Längen der Basisvektoren nennt man auch Gitterkonstanten.

Die Regelmäßigkeit der Kristalle äußert sich darin, dass sich eine bestimmte Konfiguration von Atomen - ein Gitterpunkt - im Kristall immer wieder wiederholt. Die kleinste Konfiguration von solchen Gitteratomen nennt man die kristallographische Einheitszelle (siehe ABB. 2.1). Die Gitterpunkte der Einheitszelle werden durch Basisvektoren verbunden. Die Periodizität eines Kristalls verlangt nun, dass man den Kristall an sich durch Reproduktion der Elementarzelle und Translation entlang in Richtung der Basisvektoren vollkommen aufbauen kann.

Weder in der Natur noch im Labor werden Kristalle stets die Gestalt der Einheitszelle haben. Stattdessen lassen sich die Außenflächen des makroskopischen Kristalls gewissen *Netzebenen* zuweisen. Diese Schnittebenen durch den Kristall, für die der Kristall erneut eine Periodizität aufweist, schneiden die durch Richtungen der Basisvektoren definierten Achsen des neuen Koordinatenssystems in den Punkten  $a_o$ ,  $b_o$  und  $c_o$  (siehe ABB. 2.2). Es sei hier angemerkt, dass  $a_o$ ,  $b_o$  und  $c_o$  keine ganze Zahlen sein müssen. Oftmals wird allerdings ein solches Zahlentripel angegeben, so dass alle drei Zahl ganze Zahlen sind.

#### 2.2 Reziprokes Gitter und Millersche Indizes

Das reziproke Gitter ist eine mathematische Konstruktion, die für die Indizierung von Netzebenen und die Anschauung der Röntgenstreuung sehr von Nutzen ist.



Die reziproken Gittervektoren sind definiert durch die folgenden Bestimmungsgleichungen:

$$\mathbf{a} \cdot \mathbf{a}^{\star} = 2\pi \qquad \mathbf{b} \cdot \mathbf{b}^{\star} = 2\pi \qquad \mathbf{c} \cdot \mathbf{c}^{\star} = 2\pi 
\mathbf{b} \cdot \mathbf{a}^{\star} = 0 \qquad \mathbf{c} \cdot \mathbf{b}^{\star} = 0 \qquad \mathbf{a} \cdot \mathbf{c}^{\star} = 0 
\mathbf{c} \cdot \mathbf{a}^{\star} = 0 \qquad \mathbf{a} \cdot \mathbf{b}^{\star} = 0 \qquad \mathbf{b} \cdot \mathbf{c}^{\star} = 0$$
(2.1)

Eine Lösung dieses Gleichungssystems ist durch die folgenden Definitionsgleichugen gegeben:

$$\mathbf{a}^{\star} = \frac{2\pi}{V_{\text{EZ}}} \cdot \mathbf{b} \times \mathbf{c}$$
  

$$\mathbf{b}^{\star} = \frac{2\pi}{V_{\text{EZ}}} \cdot \mathbf{c} \times \mathbf{a} \quad \text{mit } V_{\text{EZ}} = \mathbf{a} \cdot (\mathbf{b} \times \mathbf{c})$$
  

$$\mathbf{c}^{\star} = \frac{2\pi}{V_{\text{EZ}}} \cdot \mathbf{a} \times \mathbf{b}$$
(2.2)

Da die Basisvektoren linear unabhängig sind und deswegen auch die reziproken Gittervektoren, kann man jeden Vektor in beiden Systemen parametrisieren.  $\mathbf{R} = u \cdot \mathbf{a} + v \cdot \mathbf{b} + w \cdot \mathbf{c}$  sei ein beliebiger Vektor, der auf die Gitternetzebene in ABB. 2.2 zeigt, und  $\mathbf{N} = \frac{1}{2\pi} \cdot (n_1 \cdot \mathbf{a}^* + n_2 \cdot \mathbf{b}^* + n_3 \cdot \mathbf{c}^*)$ der normierte Normalenvektor auf die Ebene.

Für den Abstand D des Ursprungs zur dargestellten Netzebene gilt dann:

$$D = \mathbf{R} \cdot \mathbf{N} = n_1 \cdot u + n_2 \cdot v + n_3 \cdot w \tag{2.4}$$

Nun sind durch die Schnittpunkte mit den Kristallachsen drei Punkte der Netzebene  $\mathbf{R}_i$  bekannt, so dass man (2.4) bezüglich dieser drei Punkte abwandeln kann:

$$D = n_1 \cdot \mathbf{a}_o = n_2 \cdot \mathbf{b}_o = n_3 \cdot \mathbf{c}_o \tag{2.5}$$

Alle vier Gleichungen (2.4) und (2.5) ergeben zusammen die Netzebenengleichung:

$$h u + k v + l w = m \tag{2.6}$$

Dabei ergeben sich h, k und l durch  $\frac{m}{a_o}$ ,  $\frac{m}{b_o}$ , bzw.  $\frac{m}{c_o}$  mit geeignetem m als ganze Zahlen. Man kann weiter zeigen, dass durch (2.6) die m-te Netzebene ab der Netzebene durch den Ursprung gegeben ist. Der Vektor

$$\mathbf{G} = h \cdot \mathbf{a}^{\star} + k \cdot \mathbf{b}^{\star} + l \cdot \mathbf{c}^{\star}$$
(2.7)

heißt *reziproker Gittervektor* und steht senkrecht auf der betrachteten Netzebene und charakterisiert die Ebene damit mit (2.6) vollständig. ABB. 2.3 zeigt drei Beispiele für Netzebenen mit den zugehörigen Millerschen Indizes.

#### 2.2.1 Winkel zwischen zwei Netzebenen

Der Winkel zwischen zwei Netzebenen ist definiert durch den Winkel, den die Normalen auf den Ebenen einschließen, d.h. es gilt:

$$\cos(\psi) = \frac{\mathbf{G}_1 \cdot \mathbf{G}_2}{G_1 G_2} \tag{2.8}$$

#### 2.2.2 Netzebenenabtand

Nimmt man die Interpretation von m hinzu kann man außerdem den *interplanaren Gitterabstand* zwischen zwei Netzebenen berechnen. In der quadratischen Form ergibt sich:

$$d_{hkl}^{2} = \frac{1}{G_{hkl}^{2}} = \frac{1}{(h \cdot \mathbf{a}^{\star} + k \cdot \mathbf{b}^{\star} + l \cdot \mathbf{c}^{\star})^{2}}$$
(2.9)



ABB. 2.3: Beispiel für drei Netzebenen mit den zugehörigen Millersche Indizes. Die Basisvektoren sind in allen drei Fällen verschieden, so dass ein Vergleich der Indizes zum Vergleich der Ebenen nicht ausreicht.



TAB. 2.1: Die 14 Bravaisgitter: Zur Identifikation der Gitterkonstante und Winkel siehe auch ABB. 2.1

## 2.3 Symmetrieoperationen, Bravaisgitter und Punktgruppen

Symmetrieoperationen sind Transfromationen eines Systems, die die Gestalt des Systems unverändert lassen. Die Symmetrieoperation der *Translation* ist eine notwendige Symmetrieoperation, die auf jeden Kristall angewendet werden kann. Daneben gibt es folgende *Symmetrieoperationen*:

- Spiegelung (m): Die Spiegelung erfolgt an einer definierten Spiegelebene
- Drehung (2, 3, 4, 6): Es gibt 2-,3-, 4- und 6-zählige Drehachsen, d.h. das System geht bei Drehung um 360°/x in sich selbst über.
- Inversion  $(\overline{1})$ : Die Inversion kehrt alle Raumkoordinaten um.

Diese Symbole werden im folgenden in Gruppen von 1, 2 oder 3 Zeichen auftauchen. Dabei. Taucht nur ein Zeichen auf, so ist die Deutung einfach. Z.B. bedeutet  $\bar{6}$  das Vorhandensein einer 6-zähligen Zählachse, bei der die Inversion – nach jeder Teildrehung angewendet wird. Bei Symbolen aus zwei Zeichen sind die entsprechenden Symmetrieoperationen rechtwinklig zu einander zu verstehen, d.h. bei 43 steht eine 3-zählige Drehachse senkrecht zu einer 4-zähligen Drehachse. Anders ist dies bei Symbolen der Art 4/m. Dieses Symbol bedeutet, dass die 4 zählige Drehachse senkrecht auf die Spiegelebene m steht. Bei Symbolen mit drei Zeichen verfährt man analog wie bei zwei Symbolen. Hier muss man dann natürlich bei 432 alle drei Raumrichtungen ausnutzen. Wie aus den beiden letzten Teilabschnitten 2.1 und 2.2 bekannt kann man einen Kristall nicht nur durch eine einzige Elementarzelle, bzw. durch einen Satz von Gittervektoren beschreiben. Denn es gibt viele Netzebenen, die dieselbe Periodizitätsforderung erfüllen und so mit den jeweiligen Netzebenenabständen  $d_{hkl}$  die "Wände" anderer Einheitszellen bilden können. Letztendlich sind aber all diese Einheitszellen aufgrund ihrer intrinsischen Symmetrie auf die Grundform des Gitters reduzierbar.

Grundlegend unterscheidet man in diesem Zusammenhang zwischen 7 verschiedenen Gruppen von Punktsymmetrieoperationen, die jeweils einen gewissen Satz an Symmetrieoperationen umfassen. Diese Gruppen sind  $\{\bar{1}, 2/m, mmm, 4/mmm, \bar{3}m, 6/mmm und m\bar{3}m\}$  und repräsentieren gerade die 7 verschiedene Koordinatensysteme, die in TAB. 2.1 aufgelistet sind.

Die jeweilige atomare Struktur des Kristallgitters kann nun natürlich einzelne Elemente dieser Gruppen von Punktsymmetrieoperationen aufheben. Dennoch bleibt die Zuordnung zu einem bestimmten Kristallsystem bestehen. Man unterscheidet demnach zwischen 32 *Punktgruppen* (siehe Tabelle TAB. 2.2).

| Triklin | Monoklin | Rhombisch | Tretragonal | Trigonal | Hexagonal         | Kubisch      |
|---------|----------|-----------|-------------|----------|-------------------|--------------|
| Ī       | 2/m      | mmm       | 4/mmm       | Īm       | 6/mmm             | m氢m          |
|         |          | mm2       | 4mm         | Зm       | 6mm               |              |
| _       |          |           | 4/m         | Ī        | 6/m               | mā           |
| 1       | 2        | 222       | 422         | 32       | 622               | 432          |
|         | m        |           | $\bar{4}2m$ | _        | $\overline{6}$ m2 | $\bar{4}$ 3m |
| _       |          |           | 4           | 3        | 6                 | 23           |
|         |          |           | 4           |          | 6                 |              |

TABELLE 2.2: 32 kristallographische Punktgruppen unterteilt in die 7 Grundgittertypen



Η

ABBILDUNG 2.4: Steregraophische Projektion: a) Gezeigt ist eine Netzebene, deren Flächenpol P' ist und der Punkt P der Projektion mit den Koordinaten φ und θ, bzw ρ. b) Äquatorebene mit die Definition der Länge ρ. c) Die x'-z-Ebene ist die Ebene, in denen die Verbindungsachse und die Normale liegen.

# 2.4 Darstellung von Punktgruppen und beinhaltete Symmetrien: Stereographische Projektion

Die stereographische Projektion wird dazu verwendet die Relationen zwischen verschiedenen makroskopischen Kristallflächen bzw. beliebigen Netzebenen in 2dimensionaler Form darzustellen. Dazu muss die dreidimensionale Kristallstruktur in eine Ebene projeziert werden (Bezeichnungen orientieren sich an ABB. 2.4):

- Der Kristall wird in der einer Kugel mit dem Radius 1 so positioniert, dass die Äquatorebene der Kugel mit der Ebene der stereographischen Projektion übereinstimmt.
- Ausgehend vom Mittelpunkt werden nun Lote n auf die zu untersuchenden Kristallflächen gefällt und bis zur Kugel hin verlängert.
- Die Schnittpunkte der Lote mit der Kugel nennt man Flächenpole P'. Die Flächenpole der Nordhemisphäre werden mit dem Südpol S der Kugel verbunden, die der Südhemisphäre mit dem Nodpol N. Die Durchstoßungspunkte P dieser Verbindungsachsen durch die Äquatorebene markieren die Koordinaten (θ, φ), bzw. (ρ, φ) in der stereographischen Projektion.
- Ein Flächenpol in der Nordhemisphäre wird durch einen ausgefüllten Kreis, ein Pol in der Südhemisphäre durch einen Ring dargestellt.

#### 2.4.1 Netzebenen und Zonen in der stereographischen Projektion: Das Wulffsche Netz

Es gibt zwei generelle Methoden, eine beliebige Netzebene in der stereographischen Projektion darzustellen.

**Analytische Methode:** Der erste eher analytische Weg beginnt mit der Berechnung des zugehörigen reziproken Gittervektors  $\vec{G}$  nach 2.7. Stellt man diesen Vektor in den kartesischen Koordinaten der stereographischen Kugel dar, erhält man daraus die in ABB. 2.4 dargestellten Winkel  $\vartheta$  und  $\varphi$ :

$$h \cdot \mathbf{a}^{\star} + l \cdot \mathbf{b}^{\star} + l \cdot \mathbf{c}^{\star} = \mathbf{G} = \begin{pmatrix} \cos(\varphi) \sin(\vartheta) \\ \sin(\varphi) \sin(\vartheta) \\ \cos(\vartheta) \end{pmatrix}$$
(2.10)

Aus der Teilgraphik c) der Abbildung erhält man dann durch

$$\varrho = R \cdot \tan\left(\frac{\vartheta}{2}\right) \tag{2.11}$$

den Abstand des Punktes vom Mittelpunkt in der stereographischen Projektion. Der Winkel  $\varphi$  kann dabei direkt übernommen werden. Eine Umkehrung dieser Methode ist natürlich direkt möglich.

Meridiane und Parallelen - Das Wulffsches Netz: Bei der Beschreibung von Meridianen und Parallelen ist es sinnvoll in eine andere Notation bei der Beschreibung von Netzebenennormalen zu wechseln (ABB. 2.5). Bei dieser anderen Notation wird ein Flächenpol und damit auch die Normale wie auf der Erdkugel durch einen Breitengrad (*Latitude*)  $\psi$  und einen Längengrad (*Longitude*)  $\lambda$  beschrieben.



Während nun Meridiane alle Flächenpole mit konstantem  $\lambda$  umfassen - das sind gerade die Großkreise einer Kugel oder auch Zonen genannt -, sind die so genannten Parallelen die Menge der Flächenpole bei konstantem  $\psi$  (ABB. 2.6).

Das Wulffsche Netz zeigt die stereographische Projektion der Medidiane und Parallelen. Eine Ausführung mit einer Änderung von 5° in  $\lambda$  für die Merdiane und  $\psi$  für die Perallelen ist in ABB. 2.7 dargestellt.



ABBILDUNG 2.6: Meridiane - Flächenpole konstanter Longitude  $\lambda$  - und Parallele - Flächenpole konstanter Latitude  $\psi$ 

Verwendung des Wulffschen Netzes: Die graphische Methode Das Wulffsche Netz kann man als graphische Methode für zwei prinzipielle Aufgabenstellungen verwenden, die Darstellung der stereographischen Projektion für eine gegebenen Menge an Flächenpolen oder die Bestimmung von Winkelbeziehungen von Flächenpolen in einer gegebenen Projektion.

Zunächst wird der erste Fall behandelt:

- Als erstes muss die Orientierung des Kristalls gegeben sein. Dies ist meist durch die Angabe des Flächenpols im Mittelpunkt der stereoraphischen Projektion gegeben. Man sagt z.B., man zeichnet die stereographische Projektion in Richtung (111).
- Der zweite einzuzeichnende Flächenpol der erste war der in der Mitte kann bei einem beliebigen Drehwinkel  $\varphi$  in der Ebene eingezeichnet werden. Relevant ist lediglich der Abstand vom Mittelpunkt, der sich durch (2.8) ergibt. Dieser Winkel muss natürlich in den Einheiten des Wulffschen Netzes abgetragen werden.
- Die nächsten Flächenpole werden wie folgt eingetragen.
  - Zunächst wird wieder der Winkel des neuen Flächenpols zum Flächenpol in der Mitte berechnet.
  - Nun wird das Wulffsche Netz so lange um den Mittelpunkt gedreht, bis ein bereits bekannter Flächenpol den berechneten Winkelabstand zum Mittepunkt hat. Dieser Flächenpol befindet sich nun auf demselben Meridian wie der einzutragende Flächenpol, sie haben also dieselbe Longitude  $\lambda$ .
  - Die Latitude  $\psi$  ist der Winkel zwischen diesen beiden Flächenpolen und wird wiederum durch (2.8) berechnet. Abgetragen wird dieser Winkel in der stereographischen Projektion entlang der Änderung der Parallelen

Bei der zweiten Aufgabenstellung verfährt man recht ähnlich:

• Das Wulffsche Netz muss so um den Mittelpunkt des Netzes gedreht werden, bis die beiden betrachteten Flächenpole auf demselben Meriadian liegen



• Nun kann der Winkelabstand durch die Änderung der Latitude  $\psi$  vom einen Pol zum anderen abgelesen werden.

Flächenpole, die auf demselben Meridian liegen, gehören derselben Zone an. Orientiert man das Wulffsche Netz so, dass die Zonenbeziehung zwischen mehreren Polen erkennbar ist, kann man auch die Zonenachse in die Projektion eintragen. Diese Zonenachse ist normale auf die Zone und schließt deswegen einen rechten Winkel ein. Dieser rechte Winkel wird in x-Richtung (ABB. 2.7) als  $\Delta \lambda = 90^{\circ}$  abgetragen.

Darstellung von Punktgruppen mit Hilfe der stereographischen Projektion: Wie oben be-



ABBILDUNG 2.8: Allgemeine (schwarz) und spezielle (farbig) Lagen der Punktgruppe mm2 schreiben bilden die 32 Punktgruppen die irreduzible Gruppe der Kombinationen von Symmetrieoperationen im dreidimensionalen Raum ausgenommen der Translation. Die einzelnen Punktgruppen kann man nun anhand ihrer stereographischen Projektionen unterscheiden. Ausgehend von einem beliebig vorgegebenen Flächenpol mit den Millerschen Indizes  $(h \, k \, l)$  werden nun die Symmetrieelement der Punktgruppe auf den Flächenpol angewendet. Dadurch ergeben sich also weitere Flächenpole, die aufgrund der beinhalteten Symmetrie ebenfalls in der Projektion auftauchen müssen. Wird aufgrund einer Symmetrieoperation ein Flächenpol auf sich selbst abgebildet, so hat man die *allgemeine Lage* verlassen und man reduziert die Zähligkeit der dargestellten Projektion. Diese Projektionen zeigen dann

spezielle Lagen. ABB. 2.8 zeigt die stereographische Darstellung der Punktgruppe mm2. Sie gehört zum orthorhombischen Koordinatensystem.

Die Relevanz für den Versuch liegt darin, dass die Symmetrien, die in der stereographischen Projektion auftauchen auch in jedem Fall im Röntgenstreubild auftreten. Das Streubild kann nämlich die Inversion nicht aufdecken, so dass sich die 32 Punktgruppen für die Röntgenstreuung zu 11 Lauegruppen reduzieren.

Das bedeutet, dass das Röntgenstreubild eine hexagonalen Kristalls sicherlich in mehreren Beugungsordnungen eine hexagonale Drehachse aufweisen wird, wenn er in  $(0\ 0\ 1)$ -Richtung zum einfallenden Strahl orientiert ist. Genauso zeigt ein kubischer Kristall in  $(1\ 0\ 0)$ -Richtung eine vierzählige und in  $(1\ 1\ 1)$ -Richtung eine dreizählige Drehachse im Beugungsmuster.

Weitere Informationen und alle 32 Punktegruppen in stereographischer Projektion sind in [Pub89] zu finden.

#### 2.5 Kristallstrukturen und verwendete Kristalle

#### 2.5.1 Quarz

Quarz ist nichts anderes als Siliziumoxid  $SiO_2$  in einer speziellen Kristallstruktur. Anders als bei Galliumarsenid nehmen hier die beiden Konstituenten Si und O nicht die Positionen von Atomen

in zwei Bravaisgittern ein. Stattdessen bildet ein Si-Atom das Zentrum eines Tetraeders, an dessen Ecken jeweils ein O-Atom liegt (siehe ABB. 2.9). Da dies das stochiometrische Verhältnis von 1 Si-Atom pro 2 O-Atome verletzt, ist jedes O-Atom an ein weiteres Si-Atom verknüpft, so dass jedes O-Atom des Tetraeders nur zur Hälfte zählt. Damit ein O-Atom an zwei Si-Atome in der beschriebenen tetraedrischen Struktur gebunden sein kann, muss die Kristallstruktur wie folgt aufgebaut sein: Die erste Position eines SiO<sub>P</sub> Sfräg replacements (000). Durch eine Drehung um 120° und eine anschließende Verschiebung in der kristallographischen c-Achse erreicht man die zweite Kristallposition  $(-a/2\sqrt{3}a/2c/3)$ . Führt man diese Schraubendrehung erneut durch, erreicht man die letzte Position der Einheitszelle  $(-a/2 - \sqrt{3}a/2c/3)$ .

In ABB. 2.9 sind zugunsten der Übersichtlichkeit nur eine He-



ABB. 2.9: Helixstruktur des Quarzkristalls

lixstruktur über die Länge von 2 Einheitszellen dargestellt. Fügt man alle anderen Atome der Elementarzelle hinzu, so erkennt man eine hexagonale Grundstruktur des Kristalls. Die Gitterkonstanten sind a = 4,9124 Å und c = 5,40039 Å.

#### 2.5.2 Zinkblendestruktur

Zinksulfid ZnS tritt als Festkörper in zwei Konfigurationen auf, in der Wurzit- und in der Zinkblendenstruktur. Bei der zweiten Struktur bilden die Zink und die Schwefelatome für sich genommen jeweils ein kubisch-flächenzentriertes Gitter (fcc). Zudem sind diese beiden Einzelgitter gegeneinander um  $\frac{1}{4}$  entlang der Raumdiagonalen versetzt.



Die Positionen der Atome der Einheitszelle bezüglich des kubische Koordinatensystems sind:

$$\begin{aligned}
\text{Zn:} & \{(0\,0\,0), & (0\,1/2\,1/2), & (1/2\,0\,1/2), & (1/2\,1/2\,0)\} \\
\text{S:} & \{(1/4\,1/4\,1/4), & (1/4\,3/4\,3/4), & (3/4\,1/4\,3/4), & (3/4\,3/4\,1/4)\}
\end{aligned}$$
(2.12)

Ein weiteres Beispiel für Kristalle in der Zinkblendenstruktur ist das im Versuch verwendete Galliumarsenid. Die Gitterkonstante ist a = 5,6533 Å. Weitere Informationen zu diesem Kristall findet man z.B. in [Wik].

Das Diamantgitter ist eine spezielle Form der Zinkblendestruktur, weil hier beide Atomsorten identisch sind. Kohlenstoff, Silizium können in dieser Kristallstruktur kristallisieren. Die Positionen in der Wurzitkonfiguration.

Weiterführende Literatur zu diesem Thema ist in [Dem05], [Kle98] und in Kristallographie I von Walter Steurer und Thomas Weber zu finden.

# 3 Röntgenbeugung an Kristallen

#### 3.1 Allgemeine Streutheorie

Für diesen Abschnitt empfiehlt sich die Standartliteratur zur Festkörperphysik.

Die allgemeine Streutheorie von Photonen geht von folgender Vorstellung aus: eine einfallende ebene Welle mit einem Wellenvektor  $\mathbf{k}_o$  ( $|\mathbf{k}_o| = k = 2\pi/\lambda$ ) dringt in die Materie ein und regt die dort befindlichen Atomelektronen zu Schwingungen derselben Frequenz wie die einfallende Welle an. Diese Schwingungen haben die Emission von Kugelwellen zur Folge. Betrachtet wird nun die Intensität aller gestreuten Wellen an diesen Beobachtungspunkt. In dieser Richtung ist der auslaufende WellmäßfektorekiadentBrechungsindex in Materie und Luft für nahezu 1 ist, gilt zudem  $|\mathbf{k}| = k$ . Die Amplitude der einfallenden Welle am Punkt P im Medium wird durch einen



Aufpunktvektor  $\mathbf{R}_o$  und einen Vektor im streuenden Objekt  $\mathbf{r}$  beschrieben:

$$A_P(\mathbf{r},t) = A_o \cdot e^{i \, \mathbf{k}_o \cdot (\mathbf{R}_o + \mathbf{r}) - i \, \omega_o \, t} \tag{3.1}$$

Am Punkt P kommt es nun mit einer Wahrscheinlichkeit f zur Emission einer Kugelwelle, deren genäherte Amplitude am Ort  $\mathbf{R} + \mathbf{R}_o$  des Beobachters durch

$$A_B = A_P(\mathbf{r}, t) \cdot f \cdot \frac{e^{i k \cdot (\mathbf{R} - \mathbf{r})}}{R}$$
(3.2)

Um die Streuamplitude des gesamten Kristalls zu bestimmen, muss man über das Kristallvolume gewichtet mit der Elektronendichte  $\rho(\mathbf{r})$  integrieren. So ergibt sich die gestreute Intensität am Beobachtungsort zu - nur diese Größe ist im Experiment sinnvoll zugänglich:

$$I_B^{\text{Gesamt}} = \frac{A_o^2}{R^2} f^2 \cdot \left| \int_{\substack{\text{Streu-}\\\text{volumen}}} \varrho(\mathbf{r}) e^{i (\mathbf{k}_o - \mathbf{k}) \cdot \vec{r}} d^3 r \right|^2$$
(3.3)

Im Kristall ist die Raumladungsdichte eine gitterperiodische Funktion und kann als solche nach reziproken Gittervektoren entwickelt werden:

$$\varrho(\mathbf{r}) = \sum_{\mathbf{G}} \varrho_{\mathbf{G}} \cdot e^{i\mathbf{G} \cdot \mathbf{r}} \quad \Leftrightarrow \quad \varrho_{\mathbf{G}} = \frac{1}{V_{\text{EZ}}} \cdot \int \varrho(\mathbf{r}) \cdot e^{-i\mathbf{G} \cdot \mathbf{r}} d^3 r \tag{3.4}$$

Die Summe, die in dieser Entwicklung auftritt, kann aus dem Integral ausgekoppelt werden. Das restliche Integral ist einfach zu bestimmen:

$$\int e^{i \left(\mathbf{G}-\mathbf{q}\right) \cdot \vec{r}} d^3 r = \begin{cases} V & \text{für } \mathbf{G} = \mathbf{q} \\ 0 & \text{sonst} \end{cases}$$
(3.5)

Es ergibt sich also nur für die Beugungsbedingung

$$\mathbf{q} = \mathbf{k} - \mathbf{k}_o = \mathbf{G} \tag{3.6}$$

eine messbare Intensität (konstruktive Interferenz) von

$$I_B^{\text{Gesamt}} = \frac{A_o^2}{R^2} N^2 f^2 \cdot |\varrho_q|^2 \cdot$$
(3.7)

#### 3.2 Die Laue-Gleichungen

Multipliziert man nacheinander die Beugungsbedingung (3.6) mit den Gittervektoren **a**, **b** und **c**, so ergeben sich wegen der Relationen 2.7 und (2.1) die drei *Laue Gleichungen*:

$$\begin{aligned} &(\hat{\mathbf{n}} - \hat{\mathbf{n}}_o) \cdot \mathbf{a} &= h \cdot \lambda \\ &(\hat{\mathbf{n}} - \hat{\mathbf{n}}_o) \cdot \mathbf{b} &= k \cdot \lambda \\ &(\hat{\mathbf{n}} - \hat{\mathbf{n}}_o) \cdot \mathbf{c} &= l \cdot \lambda \end{aligned}$$
 (3.8)

Dabei ist  $\hat{\mathbf{n}} = \frac{\mathbf{k}}{k}$  und  $\hat{\mathbf{n}}_o = \frac{\mathbf{k}_o}{k}$ . Im Experiment ist  $\hat{\mathbf{n}}$  und  $\hat{\mathbf{n}}_o$  direkt zugänglich. Dies Laue Gleichungen liefern drei Gleichungen für die vier unbekannten Größen h, k, l und  $\lambda$ . Eine Lösung des Problems ist ohne weitere Informationen über das System nicht möglich. Es ist allerdings bekannt, dass h, k und l ganze Zahlen sind. Deswegen müssen die beiden Größen

$$h = \frac{(\hat{\mathbf{n}} - \hat{\mathbf{n}}_o) \cdot \mathbf{a}}{(\hat{\mathbf{n}} - \hat{\mathbf{n}}_o) \cdot \mathbf{c}} \cdot l \quad \text{und} \quad k = \frac{(\hat{\mathbf{n}} - \hat{\mathbf{n}}_o) \cdot \mathbf{b}}{(\hat{\mathbf{n}} - \hat{\mathbf{n}}_o) \cdot \mathbf{c}} \cdot l$$
(3.9)

ganze Zahlen sein. So lassen sich alle vier Größen ermitteln, wenn die Orientierung des Kristalls zum Laborsystem bekannt ist. Das bedeutet, dass die Repräsentationen von  $\mathbf{a}$ ,  $\mathbf{b}$  und  $\mathbf{c}$  im äußeren kartesischen Koordinatensystem gegeben sein müssen.

#### 3.3 Die Ewaldkonstruktion und der reziproke Raum

Die Beugungsbedingung (3.6) kann durch die *Ewaldkonstruktion* geometrisch interpretiert werden:

- In diesem Versuch wird der Kristall mit polychromatischer Röntgenstrahlung bestrahlt. Deswegen nimmt die Größe  $k = |\mathbf{k}| = \mathbf{k}_o|$  alle Werte im Intervall  $k \in [k_{\min}, k_{\max}] = [2\pi/\lambda_{\max}, 2\pi/\lambda_{\min}]$  an. Während  $\lambda_{\min}$  durch (1.6) bestimmt ist, ist  $\lambda_{\max}$  nur durch den Intensitätsabfall bei höhen Wellenlängen begrenzt.
- Im reziproken Raum, der durch die reziproken Gittervektoren (2.2) aufgespannt wird, werden zwei Kugeln mit den Radien  $k_{\min}$  und  $k_{\max}$  so gelegt, dass ihre Schalen sich lediglich in einem reziproken Gitterpunkt berühren. Dabei sind die Verbindungsgeraden dieses Punktes mit den Mittelpunkten der beiden Kugeln gerade parallel zu einander (siehe ABB. 3.2).
- Die Beugungsbedingung wird nun für alle reziproken Gitterpunkte, die zwischen den beiden Kugelschalen liegen, erfüllt. Dies ist andeutungsweise durch einen zweidimensionalen Schnitt durch den reziproken Raum in ABB. 3.2 gezeigt.



#### 3.4 Braggsche Interferenzbedingung

Die Braggsche Interferenzbedingung interpretiert die Beugungsbedingung als konstruktiven Interferenz an den Gitternetzebenen des Kristalls. Der einfallende Strahl wird dabei gemäß dem aus der Optik bekanten Reflexionsgesetz an der Netzebene reflektiert. Ist der Gangunterschied zwischen den in ABB. 3.3 gezeigten "Strahlen" gerade ein Vielfaches der Wellenlänge, so ergibt sich konstruktive Interferenz.

Der Gangunterschied  $\Delta s$  ergibt sich durch

$$m \cdot \lambda = \Delta s = 2 d_{hkl} \cdot \sin(\vartheta) \tag{3.10}$$

gegeben.  $d_{hkl}$  ist dabei der Netzebenenabstand, der sich nach (2.9) ergibt. m ist eine ganze Zahl. Ein Brechungsindex muss hier wegen der für Röntgenstrahlung sehr guten Näherung  $n \approx 1$  nicht betrachtet werden.

Es ist möglich die allgemeine Äquivalenz zwischen den Lauegleichungen (3.8) und (3.10) zu zeigen



### 3.5 Formfaktor, Strukturfaktor und Auslöschungsregeln

Die Streuintensität (3.7) hängt vom Betragquadrat der Fouriertransformaierten der Raumladungsdichte  $\rho_{\mathbf{q}}$  ab. Die Integration in 3.4 erfolgt über die Einheitszelle des Kristalls. Man kann nun die gesamte Ladungsdichte als Summe der Ladungsdichten der einzelnen Atome der Einheitszelle mit dem Ursprung am Ort des jeweiligen Atoms  $\vec{r}_{\alpha}$  auffassen kann:  $\vec{r} = \vec{r}_{\alpha} + \vec{r}'$ :

$$\varrho_{\vec{G}} = \frac{1}{V_Z} \int_{\text{Zelle}} \sum_{\alpha} \varrho(\mathbf{r}_{\alpha} + \mathbf{r}') \cdot e^{-i\mathbf{G}\cdot\mathbf{r}_{\alpha}} d^3 r' \\
= \frac{1}{V_Z} \sum_{\alpha} e^{-i\mathbf{G}\cdot\mathbf{r}_{\alpha}} \cdot \underbrace{\int_{\alpha} \varrho_{\alpha}(\mathbf{r}') \cdot e^{-i\mathbf{G}\cdot\mathbf{r}'} d^3 r'}_{f_{\alpha}} \tag{3.11}$$

 $f_{\alpha}$  ist der Formfaktor des jeweiligen Atoms. Die gesamte Summe nennt man auch Strukturfaktor:

$$S_{\mathbf{G}} = \sum_{\alpha} f_{\alpha} \cdot e^{-i \,\mathbf{G} \cdot \mathbf{r}_{\alpha}}$$
(3.12)

(3.13)

Der in (3.11) definierte Formfaktor  $f_{\alpha}$  ergibt sich für einen Winkel  $\theta$  zwischen  $\vec{G}$  und  $\vec{r'}$  und ein radialsymmetrisches Potential:

$$f_{\alpha} = \int \varrho_{\alpha}(\mathbf{r}') e^{-i\mathbf{G}\cdot\vec{r}'} d^{3}r' \qquad (3.14)$$
$$= -2\pi \int_{0}^{\infty} \int_{-1}^{1} \varrho_{\alpha}(r') e^{iGr'\cdot\cos(\theta)} r'^{2} d' d\cos(\theta)$$
$$= 4\pi \cdot \int_{0}^{\infty} \varrho_{\alpha}(r') \cdot r'^{2} \cdot \frac{\sin(G\cdot r')}{G\cdot r'} dr' \qquad (3.15)$$

Als Beispiel sei die Struktursumme eines kubisch-flächenzentrierten Kristalls mit einer Atomsorte angegeben:

$$S_{\mathbf{G}}^{\text{fcc}} = f \cdot \left( 1 + e^{\pi i \, (h+k)} + e^{\pi i \, (k+l)} + e^{\pi i \, (l+h)} \right)$$

Offentsichtlich verschwindet  $S_{\mathbf{G}}^{\text{fcc}}$  wenn zwei der drei ganzen Zahlen h, k und l gerade sind. Solche und viele andere Auswahlregeln ergeben sich in Abhängigkeit der Verteilung der Atome in der Einheitszelle und der relativen Größen der Formfaktoren bei Einheitszellen mit mehreren Atomsorten.

Weitere Informationen sind in [Dem05] und in Physik der Röntgenstrahlung zu finden.

# 4 Versuchsbeschreibung

Im folgenden sollen der Versuchsaufbau, die Versuchsdurchführung und die Aufgabenstellungen beschreiben werden.

# 4.1 Aufgabenstellungen

Zunächst sollen die drei Aufgabenstellungen, die es in diesem Versuch zu bearbeiten geht, beschrieben werden. Die einzelnen Komponenten werden wenn nicht schon im theoretischen Teil geschehen in den folgenden Abschnitten näher erläutert. Eine genaue Protokollierung der Vorgehensweise und der Geometrien ist bei den Aufgabenteilen von elementarer Bedeutung. Eine Skizze zuviel ist kein Problem, eine fehlende Information über die Orientierung der Probe dagegen ist nach dem Versuch meist nicht mehr zugänglich.

**Orientierungsbestimmung:** Für die beiden existierenden Imageplates (IP) ist sicherzustellen, dass die letzte Aufnahme gelöscht sind. Dafür wird eine Probeauslesung mit dem Fujibas IP Auslesesystem durchgeführt. Die IPs dürfen dabei nur mit den Saugnäpfen angehoben und bewegt werden.

Ein  $\alpha$ -Quartzkristall wird von den Studenten in den Probenhalter eingespannt und so ausgerichtet, dass alle Winkel des Goniometers auf 0°gestellt sind. Die Laue Kamera wird mit einer der gelöschten IPs in Reflexionsstellung bestückt und mit einem Kollimatordurchmesser von 0.8 mm 8 min bei einer Stromstärke von 30 mA und einer Beschleunigungspannung von 40 kV der Röntgenröhren belichtet. Es ist unbedingt darauf zu achten, dass das Aufnahmegehäuse für die IP korrekt zusammengesetzt und in die Laue Kamera eingesetzt wurde. Ein Vergleich mit der Aufnahme einer orientierten Probe aus ABB. 4.1 ist zu ziehen.

Ziel dieses Aufgabenteils ist es die Orientierung der Probe auf die (110)-Netzebene wieder herzustellen. Dazu wird folgendermaßen vorgegangen:

- Aus der ersten Aufnahme sind mit Hilfe des Greningernetzes drei hochsymmetrische Reflexe zu ermitteln und identifizieren. Hochsymmetrische Reflexe äußern sich dadurch, dass sich in diesem Punkten sehr viele Zonen schneiden und dass nur sehr wenige Reflexe in der unmittelbaren räumlichen Umgebung auftauchen. Die Identifikation der Reflexe erfolgt durch Messung der Winkelabstände zwischen den Reflexen mit Hilfe des Greningernetzes und dem Vergleich mit theoretischer Winkelabständen zwischen niedrig indizierten Reflexen ( $h, k, l \in \{-1, 0, 1\}$ ). Es ist ratsam eine solche Tabelle vor Beginn des Versuchs anzulegen. Für die Verwendung des Greningernetzes ist eine Messung des Abstands von Probe zum Kristall nötig.
- Die Orientierung des Kristalls erfolgt nun auf folgende iterative Methode. Aus den Aufnahmen ist abwechselnd die Abweichung des (110)-Reflexes vom Mittelpunkt der Aufnahme in λ und ψ zu bestimmen. Diese Abweichung wird in eine Drehung am Goniometer übersetzt. Nach Änderung eines Parameters wird jeweils eine neue Aufnahme durchgeführt. Mit Hilfe der ersten Aufnahme ist zunächst eine Korrektur des Winkels ψ durchzuführen.
- Um einen reibungsfreien und zeitlich effizienten Verlauf zu garantieren sollte man nach jeder Aufnahme und anschließenden Auslesung darauf achten, dass die IP sorgfältig

gelöscht wird. Dies kann man durch Belichtung bei mäßigem Sonnenlicht innerhalb von 10 Minuten erreichen. Offensichtlich ist es sinnvoll die IPs von Aufnahme zu Aufnahme zu wechseln um Wartezeiten zu verkürzen.

• Der (110)-Reflex sollte nach Ende der Orientierungskorrektur nur noch um maximal 1° in  $\lambda$  und  $\psi$  vom Mittelpunkt abweichen. Es ist auf eine sorgsame Protokollierung der einzelnen Aufnahmen zu achten. Insbesondere muss auch sichergestellt werden, dass die Orientierung der Imageplate in der Laue Kamera genau bekannt ist.



ABB. 4.1: Laue record of a  $SiO_2$  crystal in direction of reflection. The incident beam is parallem to the (110) surface pole. The red marked meridians are symmetry equivalent. The meridian located mostin the 1st qualy drant contains the following poles: (11-1), (0-10), (10-1), (-1-1-1). The crossings of this meridian with the blue horizontal meridian and the blue vertical meridian are the (0-10) and the (-1-1-)1) poles, respectively.

- Indizierung einer Laue-Aufnahme: Ein Stück eines GaAs Wafer soll mittels Laserjustierung auf die polierte (111) Oberfläche justiert werden. Aus der Laue-Reflektionsaufnahmen sind die Millerschen Indizes der gut sichtbaren Reflexe zu bestimmen. Zudem sind die zugehörigen Wellenlängen zu berechnen. Eine zweckmäßige Fehlerpropagation wird angeraten. Folgende Schritte sind dafür durchzuführen:
  - Definieren sie die Achsen des Laborsystems. Wählen sie das System so, das einige der Reflexe auf der x- oder y-Achse liegen.
  - Berechnen sie die Richtungsvektoren  $\mathbf{n}_i$ , die von der Probe zu den Reflexen auf der ImagePlateaufnahme führen, normieren sie diese  $(\hat{\mathbf{n}}_i)$  und ermitteln sie den normierten Hinführenden-Vektor  $\hat{\mathbf{n}}_o$ .
  - Definieren sie die Basisvektoren des Kristallsystems. Bestimmen sie die Transformationsmatrix  $\mathcal{M}$  von Kristallsystem zum Laborsystem:

$$\mathbf{r}_{\mathrm{LS}} = \mathcal{M} \cdot \mathbf{r}_{\mathrm{CS}}$$

Verwenden sie die Tatsache, dass die Kristalloberfläche nicht nur eine (110) Netzebene ist, sondern auch senkrecht auf der Richtung des einfallenden Strahls steht. Gibt es eine verbleibende Wahlfreiheit in der Definition von  $\mathcal{M}$ ?

• Berechnen sie mit Hilfe von  $\mathcal{M}$  die Darstellung der Basisvektoren des Gitters im Laborsystem und daraus wiederum die Größen:

$$h' = \frac{(\hat{\mathbf{n}}_i - \hat{\mathbf{n}}_o) \cdot \mathbf{a}}{(\hat{\mathbf{n}}_i - \hat{\mathbf{n}}_o) \cdot \mathbf{c}} \qquad k' = \frac{(\hat{\mathbf{n}}_i - \hat{\mathbf{n}}_o) \cdot \mathbf{b}}{(\hat{\mathbf{n}}_i - \hat{\mathbf{n}}_o) \cdot \mathbf{c}}$$

für jeden Reflex.

- Berechnen sie die Millerschen Indizes  $h_i$ ,  $k_i$ ,  $l_i$  von den Größen  $h'_i$  und  $k'_i$  für alle Reflexe durch Wahl von  $l_i$ , so dass  $h_i$ ,  $k_i$ ,  $l_i$  ganze Zahlen sind. Berechnen sie die zugehöroen Wellenlängen  $\lambda_i$ . Die Angabe sinnvoller Fehler schließt die Aufgabe ab.
- Analyse der Filmaufnahme eines Quartzkristalls in Transmissionrichtung Der Quartzkristall aus dem ersten Aufgabenteil wird vom Betreuer mit gewissen Verkippung in der Laue-Kamera platziert. Ein lichtempfindlicher Photofilm wird in Reflektions- und Transmissionsstellung installiert und für 10 Stunden (über Nacht) belichtet. Nach der anschließenden Entwicklung der Aufnahme im Photolabor, sind die Reflexe der Transmissionsaufnahme auf eine Folie zu übertragen. Mit Hilfe des Leonhardtnetzes sollen 7 Meridiane extrahiert und in eine stereographische Projektion übertragen. Auch die Position der einzelnen Reflexe werden in die Projektion übernommen.

In welchem Bereich der stereographischen Projektion befinden sich die Reflexe der Transmissionsaufnahme, wo die der Reflektionsaufnahme?

## 4.2 Komponenten des Versuchs

#### 4.2.1 Sicherheitswarnungen und Gebrauchsvorschriften

- Beim Gebrauch von Lasern ist auf die Verwendung von geeigneten Schutzbrillen bzw. Justierbrillen zu achten.
- Der Verschluss des Röntgenschranks ist erst nach Abschalten der Röntgenstrahlung zu öffnen. Frühzeitiges Öffnen kann aufgrund eines Not-Stops (Sicherheit) der Röhre zur Schädigung derselben führen
- Durch die Selbstabschaltung der Röntgenanlage bei unerlaubtem Öffnen des Röntgenschranks ist man vor einer erhöhten Strahlenbelastung geschützt. Es ist nicht erlaubt, die Röntgenröhre durch eine Überbrückung der Sicherheitsvorkehrungen zu starten.
- Um eine Schädigung der Röntgenanlage vorzubeugen ist die Hochspannung der Röntgenrühre in kleinen Schritten zu erhöhen, d.h. in Schritten von 0.1/kVs. Dasselbe gilt für den Strom: 0.1/mAs
- Die Röntgenanlage liegt zum Beginn des Versuchs im Heizmodus vor. Vor dem Start der Röntgenröhre sollte die eingestellte Spannung und Stromstärke die Minimalwerte  $V_{\min} = 20 \,\mathrm{kV}$  und  $I_{\min} = 5 \,\mathrm{mA}$  betragen. Nach dem Anschalten wird zunächst die Spannung auf



Abbildung 4.2: Bedienung der Röntgenanlage

den Maximalwert von  $U_{\text{max}} = 40 \,\text{kV}$  erhöht. Danach wird die Stromstärke auf maximal  $I_{\text{max}} = [30]mA$  erhöht. Beim Ausschalten wird zunächst die Stromstärke heruntergeregelt, danach die Spannung.

### 4.2.2 Laue-Kamera

In ABB. 4.3 ist ein Photo der Laue-Kamera zu sehen. Man erkennt das Goniometer zusammen mit der Probe. In Reflektions- und Transmissionsrichtung sind die Platten zu erkennen, in denen die Röntgenfilme bzw. die Imageplates eingelegt werden können Außerdem ist der Anschluss an die Röntgenröhre und das Kollimatorrohr zu erkennen.



ABBILDUNG 4.3: Laue-Kamera

### 4.2.3 Laserjustierung

Die Laserjustierung geschieht mit einem Aufsatz für die Laue-Kamera, in dem jeweils in einem Winkel von 45°ein Laserpointer und eine Photodiode angebracht sind. Ist die polierte Kristalloberfläche gerade senkrecht zum einfallenden Röntgenstrahl, dann wird der Laserstrahl an der Oberfläche direkt in die Photodiode reflektiert.

An der Anschlussbox auf ABB. 4.4 wird zwischen dem blauen und roten Anschluss eine Spannung von 10V angelegt. Die gelbe LED muss nun aufleuchten. Das Multimeter wird mit dem gelben und grünen Anschluss verbunden. Vor dem Anschalten Lasers muss die Justierbrille aufgesetzt werden. Eine erste Justierung der Probe geschieht mit Augenmaß. Ist das Maximum der Spannung am Multimeter durch Variation der Orientierung des Kristalls gefunden, ist die Kristalloberfläche zum einfallenden Strahl justiert.



ABB. 4.4: Vorrichtung zur Laserjustierung

### 4.2.4 Projektionen der Reflexe

Um die Laue-Aufnahmen analysieren zu können, ist die Projektion der Laue-Reflexe auf die Detektionsebene zu untersuchen. Durch (3.6) ist zunächst nur  $\vec{k}$  bestimmt.



ABBILDUNG 4.7: Greninger- (links) und Leonhardtnetz (rechts). Greningernetz: Die inneren Strukturen (Mittelpunkt) entsprechen den Werten  $\lambda = \psi = 0^{\circ}$ . Die Winkel erhöhen sich von innen nach außen. Die gezeigte Einteilung beträgt 5° pro Strich. Leonhardtnetz: Der Mittelpunkt entspricht Relexen zu den Flächenpolen mit  $\lambda = 90^{\circ}$ ,  $\psi =$  beliebig. Die Punkte der horizontalen Achse werden von den Reflexen mit  $\lambda = 0$  und belibigen Werten für  $\psi$ angenommen. Medidiane sind demnach die elliptischen Strukturen. Ansonsten erhöht sich  $\psi$  von innen nach außen. Die gezeigte Einteilung beträgt 5° pro Strich. Problematisch ist, dass in der Laue-Beugung nicht die Flächenpole direkt, sondern lediglich die zugehörigen Laue-Reflexe zu erkennen sind. Das bedeutet, dass eine zusätzliche Verzerrung berücksichtigt werden muss. Wie auch schon bei der stereographischen Projektion und dem Wulffschen Netz ist es deswegen sinnvoll die Kurven der Meridiane und Parallelen in einem definierten Winkelabstand zu einem Netz zusammenzufügen, so dass eine einfache Bestimmung der Flächenpole gewährleistet ist. Zu beachten ist dabei, dass im Gegensatz zum Wulffschen Netz hier der Abstand der Probe zum Schirm relevant ist. Im Fall der Reflektion spricht man vom *Greninger*-, für die Transmission von *Leonhardt*-Netz (ABB. 4.7). In der Referenz [Ber65] wird die Parametrisierung der Kurven in diesen beiden Koordinatennetzen hergeleitet. ABB. 4.5 und ABB. 4.6 geben einen Eindruck über die Geometrie des Problems. Der Abstand der Probe zum Schirm beträgt |D| = 35 mm.

Die Darstellung eines beliebigen Flächenpols und die Umrechnung zur stereographischen Projektion geschieht wie in ABB. 4.8 und ABB. 4.9 nachzuvollziehen durch die folgenden Gleichungen:

Reflektionsstellung:

$$D < 0$$
  

$$\vartheta = \frac{1}{2} \cdot \arctan\left(-\frac{r}{D}\right) \qquad (4.1)$$
  

$$\rho = \tan\left(\frac{\vartheta}{2}\right)$$

$$= \tan\left(\frac{1}{2}\right)$$
$$= \tan\left[\frac{1}{4} \cdot \arctan\left(-\frac{r}{D}\right)\right] \quad (4.2)$$

Transmissionsstellung:

$$D > 0$$
  

$$\vartheta = \frac{\pi}{2} - \frac{1}{2} \cdot \arctan\left(-\frac{r}{D}\right) \quad (4.3)$$
  

$$\rho = \tan\left(\frac{\vartheta}{2}\right)$$
  

$$= \tan\left[\frac{\pi}{4} - \frac{1}{4} \cdot \arctan\left(-\frac{r}{D}\right)\right] (4.4)$$





# 4.2.5 Filmentwicklung und Imageplate-System

Filmentwicklung Die Entwicklung der Röntgenfilme erfolgt in einer Dunkelkammer mit Hilfe von Entwicklungs- und Fixierungsbädern. Die Entwicklungszeit beträgt etwa 1 Minute, die Fixierung dauert etwa 7 Minuten. Danach muss der Film etwa 20 Minuten gewässert und schließlich 45 Minuten getrocknet werden.

**Imageplate-System** Der verlinkten Bedienungsanweisung ist unbedingt Folge zu leisten, um eine Schädigung der Anlage zu verhindern.

#### 4.2.6 Literatur zu vergleichbaren Versuchen

Weitere Literatur finden sie in den folgenden Links:

- Alexander Heide: Debye-Scherrer-Verfahren und Laue-Verfahren
- Tim Haupricht und Matthias Heidemann: Röntgenographische Methoden
- Carola Eyßell und Tim-Oliver Husser: Kristallzucht und Röntgenbeugung

# 5 Literatur

- [Ber65] BERNALTE, B.: On the Curves in the Greninger and Leonhardt Nets. Acta Crystallographica, 1965.
- [Dem05] DEMTRÖDER, WOLFGANG: Atome, Moleküle und Festkörper, 2005.
- [Gru93] GRUPEN, CLAUS: Teilchendetektoren, 1993.
- [Kle98] KLEBER, WILL: Einführung in die Kristallographie, 1998.
- [Lau13] LAUE, FRIEDRICH, KNIPPING. Annalen der Physik, 1913.
- [Pub89] PUBLISHERS, KLUWER ACADEMIC: International Tables for Crystallography, Volume 1, 1989.
- [Wik] WIKIPEDIA: Galliumarsenid, Quarz. www.wikipedia.de.