

# Glaschemisches Praktikum

## Versuch „Feinstrukturuntersuchungen mittels Röntgenbeugung“

Verantwortlicher Mitarbeiter: Dr. Matthias Müller

1. Physikalische Grundlagen der Röntgenbeugung
2. Struktur von Festkörpern, Kristallgitter
3. Meßmethoden
4. Auswertung und Informationen
5. Strahlenschutz im Röntgenlabor

### 1. Physikalische Grundlagen

Röntgenstrahlung ist eine sogenannte *Photonenstrahlung*, vergleichbar dem sichtbaren Licht und der  $\gamma$ -Strahlung. *Photonen* sind dabei (hypothetische) Strahlungsteilchen ohne Ruhemasse, bei denen nur die mit Lichtgeschwindigkeit erfolgende Ausbreitung dafür sorgt, dass von ihnen auch eine mechanische Wirkung (Impuls) ausgehen kann.

Eine andere Art *elektromagnetischer Strahlung* ist die *Teilchenstrahlung*, denn hier haben die Strahlungsteilchen eine Ruhemasse. Sie können sich deshalb auch nicht mit Lichtgeschwindigkeit ausbreiten. Beispiele dafür sind die  $\alpha$ -Strahlung (Elektronen), die  $\beta$ -Strahlung ( ${}^4_2\text{He}$ -Kerne) und die Neutronenstrahlung.

Grundsätzlich zeigen diese beiden unterschiedlichen Arten *ionisierender* elektromagnetischer Strahlung aber die gleichen Wechselwirkungen mit Materie: sie können, wie Wellen im klassischen Sinn, gebeugt und gebrochen werden, sie können aber auch, wie Teilchen im klassischen Sinn, einen Impuls übertragen.

Zur Erzeugung von Röntgenstrahlen in einer Röntgenröhre werden mittels einer Glühkathode erzeugte Elektronen in einem elektrischen Feld mit der Beschleunigungsspannung  $U_B$  in Richtung auf die Anode beschleunigt und treten dort mit dem Anodenmaterial in Wechselwirkung. Dabei entsteht (viel) Wärme und (wenig) Röntgenstrahlung. Die Beschleunigungsspannungen liegen in der Größenordnung von 5 bis 1.000 kV, entsprechend beschleunigte Elektronen haben dann Energien von 5 bis 1.000 keV (1 eV ist die Bewegungsenergie eines Elektrons nach Durchlaufen eines Potentialgefälles von 1 V im Vakuum).

Bei der Wechselwirkung der beschleunigten Elektronen mit dem Anodenmaterial

- a) werden diese durch die Atomkerne des Anodenmaterials teilweise oder ganz abgebremst, dabei entsteht die sogenannte *Bremsstrahlung*, deren Energie kontinuierlich von (praktisch) 0 bis zum Energieäquivalent der angelegten Beschleunigungsspannung reicht und
- b) können außerdem Elektronen auf inneren Schalen aus den Atomen herausschlagen (*ionisierende Strahlung*) werden, wobei äußere Elektronen in die so entstandenen

Lücken springen und dabei für das jeweilige Anodenmaterial *charakteristische Röntgenstrahlung* emittieren, die (praktisch) monochromatisch ist.

Diese beiden Komponenten sind in der von einer Röntgenröhre emittierten Strahlung überlagert. Für die in diesem Versuch vorgesehenen Feinstrukturuntersuchungen mittels Röntgenbeugung wird monochromatische (charakteristische) Röntgenstrahlung benötigt. Für diesen Versuch wird die so genannte  $K\alpha$ -Strahlung einer Röntgenröhre mit Cu-Kathode genutzt, die eine Wellenlänge von 0,1542 nm hat.

## 2. Struktur von Festkörpern, Kristallgitter

Obwohl prinzipiell auch die Struktur von Flüssigkeiten und Gläsern mittels Röntgenbeugung untersucht werden kann, ist die Anwendung der Röntgenbeugung zur Feinstrukturuntersuchung im Wesentlichen auf kristalline (oder wenigstens teil-kristalline) Materialien beschränkt. Diese Materialien zeichnen sich durch eine periodische Abfolge ihrer ‚Bauteile‘ (Atome, Moleküle, Ionen) aus, d.h. die gleichen Bauteile sind jeweils um einen bestimmten Betrag gegeneinander verschoben und finden sich immer in einem bestimmten Abstand wieder, so dass die oben beschriebene Reflexion (oder besser: Beugung) überhaupt möglich ist.

Ein Kristall besteht aus einem *Raumgitter*, in dem die Bausteine (Atome, Ionen, Moleküle usw.) dreidimensional periodisch angeordnet sind. Es soll hier nicht näher auf die verschiedenen Symmetrieoperationen eingegangen werden, mit denen die makroskopischen Symmetrieeigenschaften eines Kristalls beschrieben werden können. Die Raumgitter erhält man durch Translation (Verschiebung) eines so genannten Translationsgitters, von denen es 14 gibt (BRAVAIS-Gitter):

Das NaCl-Gitter entsteht durch die Translation je eines flächenzentrierten kubischen BRAVAIS-Gitters für  $\text{Na}^+$  und für  $\text{Cl}^-$ .

Daraus ergeben sich 7 Kristallsysteme, die durch die Winkel und die Achsenabschnitte eines Koordinatensystems festgelegt werden:

| Kristallsystem      | Achsenlängen                     | Winkel zwischen den Achsen   |
|---------------------|----------------------------------|--|
| kubisch             | $a_0 = b_0 = c_0$                | $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$   |
| tetragonal          | $a_0 = b_0 \neq c_0$             | $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$   |
| rhomboedrisch       | $a_0 = b_0 = c_0$                | $\alpha = \beta = \gamma \neq 90^\circ \neq 60^\circ \neq 120^\circ \neq 109^\circ 28' 16''$ |
| hexagonal, trigonal | $a_0 = b_0 \neq c_0$             | $\alpha = \beta = 90^\circ, \gamma = 120^\circ (60^\circ)$                                   |
| rhombisch           | $a_0 \neq b_0 \neq c_0 \neq a_0$ | $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$   |
| monoklin            | $a_0 \neq b_0 \neq c_0 \neq a_0$ | $\alpha = \gamma = 90^\circ, \beta \neq 90^\circ$  |
| triklin             | $a_0 \neq b_0 \neq c_0 \neq a_0$ | $\alpha \neq \beta \neq \gamma \neq \alpha, \alpha, \beta, \gamma \neq 90^\circ$             |

Die *Elementarzelle* ist die kleinste geometrische Einheit eines Kristallgitters. Durch deren Translation kann das Gitter aufgebaut werden. Der Inhalt der Elementarzelle kann durch die Angabe der Punktlagen  $x_i, y_i, z_i$  der Atome  $i$  in Einheiten der Achsenabschnitte der Elementarzelle angegeben werden.

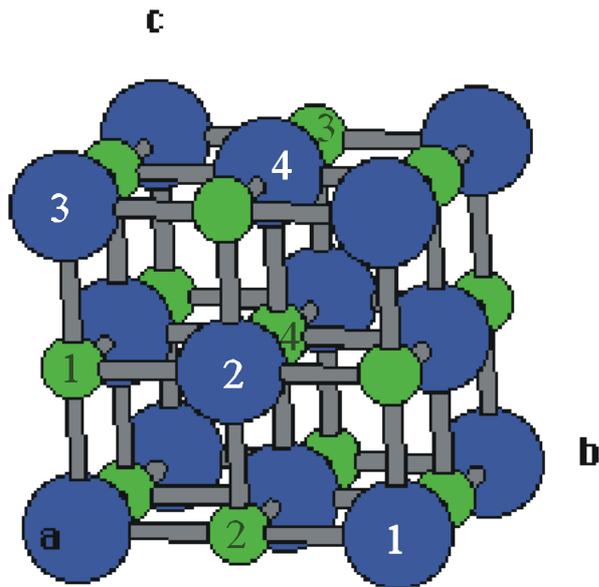


Abb. 1: Elementarzelle von NaCl

Die Na<sup>+</sup>- (●) und die Cl<sup>-</sup>-Ionen (●) bilden für sich jeweils ein kubisch-flächenzentriertes Gitter und sind gegeneinander um eine halbe Raumdiagonale der Elementarzelle verschoben.

Überlegen Sie, wo in diesen Teilgittern die Oktaeder- und wo die Tetraederlücken zu finden sind. In welchen Lücken sitzen die Na<sup>+</sup>- und in welchen sitzen die Cl<sup>-</sup>-Ionen?

Versuchen Sie die Punktlagen der gekennzeichneten Na<sup>+</sup>- und Cl<sup>-</sup>-Ionen für die in Abb. 1 dargestellte Elementarzelle des NaCl-Gitters in Einheiten der Achsenabschnitte anzugeben!

Wie viele Formeleinheiten NaCl enthält diese Elementarzelle?

Die Lage einer Kristallfläche kann auch durch das Verhältnis der Achsenabschnitte im Koordinatensystem angegeben werden, und zwar als ganzzahlige Vielfache der Gitterkonstanten a, b, c der Elementarzelle. Zur Kennzeichnung der Kristallflächen werden die Reziprokwerte verwendet, die so genannten MILLER'schen Indizes (hkl).

Die Atomabstände im Kristallgitter sind in der gleichen Größenordnung wie die Wellenlänge der Röntgenstrahlen. Deshalb wirken die Kristalle wie dreidimensionale Beugungsgitter. Die Beugung der Röntgenstrahlen an den Beugungszentren des Gitters führt zu einer Reflexion der Röntgenstrahlen an aufeinander folgenden Gitterebenen (Abstand: d) im Kristall. Die Wegdifferenz der an benachbarten Kristallebenen reflektierten Röntgenstrahlen muss ein Vielfaches der Wellenlänge  $\lambda$  betragen, da sonst Auslöschung durch Interferenz erfolgt. Deshalb gibt es nur bei ganz bestimmten, durch die Elementarzelle bestimmten Winkeln  $\theta$  eine Reflexion, wenn die Gleichung

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (1)$$

erfüllt ist (BRAGG'sche Gleichung).

Daraus lässt sich die so genannte quadratische Form der BRAGG'schen Gleichung für die 7 Kristallsysteme ableiten, indem der Netzebenenabstand d für die Fläche (hkl) durch die Angabe der Gitterkonstante und die MILLER'schen Indizes ersetzt wird. Für einen kubischen Kristall ergibt sich

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

und

$$\sin^2 \theta = \frac{\lambda^2}{4a^2} (h^2 + k^2 + l^2) \quad (3).$$

Je komplizierter das Kristallsystem, desto komplexer werden die entsprechenden Formeln. Für einen rhombischen Kristall lauten sie z.B.:

$$d_{hkl} = \frac{1}{\sqrt{\left(\frac{h}{a}\right)^2 + \left(\frac{k}{b}\right)^2 + \left(\frac{l}{c}\right)^2}} \quad \text{und} \quad \sin^2 \theta = \frac{\lambda^2}{4} \left\{ \left(\frac{h}{a}\right)^2 + \left(\frac{k}{b}\right)^2 + \left(\frac{l}{c}\right)^2 \right\}$$

### 3. Meßmethoden

Es gibt verschiedene Messverfahren, mit denen kristalline bzw. teil-kristalline Stoffe mittels Röntgenstrahlung untersucht werden können. Ihre Anwendung hängt zum Beispiel davon ab, ob gut ausgebildete Einkristalle oder Kristallpulver (im weitesten Sinne also auch in einer glasigen Matrix statistisch orientierte Kristalle geringer Größe) vorliegen.

*Drehkristallverfahren:*

Einkristalle, monochromatische Röntgenstrahlung, Registrierung auf zylindrisch gebogenem Film

*LAUE-Verfahren:*

Einkristall, polychromatische Röntgenstrahlung, Registrierung auf ebenem Film

*DEBYE-SCHERRER-Verfahren:*

Kristallpulver, monochromatische Röntgenstrahlung, Registrierung auf zylindrisch gebogenem Film

*Zählrohr-Interferenz-Goniometer-Verfahren:*

Kristallpulver, monochromatische Röntgenstrahlung, Registrierung mit Zählrohr (sehr genaue Intensitätsmessung!)

Für diesen Versuch wird das *Zählrohr-Interferenz-Goniometer-Verfahren* genutzt. Dazu wird ein Kristallpulver bzw. die Glasprobe, die (statistisch orientierte) kleine Kristalle enthält, auf einem Probehalter mit einer (monochromatischen) Röntgenstrahlung durch Drehen in die Reflexionsstellungen gebracht (Winkel  $\theta_i$ ), während das Zählrohr gleichzeitig mit der doppelten Winkelgeschwindigkeit gedreht wird.

Die mit dem Zählrohr gemessenen Intensitäten können entweder auf einen Schreiber ausgegeben werden oder liegen in digitaler Form zur Auswertung vor. Dazu werden die bei den jeweiligen Winkeln  $\theta$  gemessenen Intensitäten als Funktion dieser Winkel aufgetragen, wodurch ein für die jeweilige Kristallart charakteristisches Peakmuster entsteht.

#### 4. Auswertung und Informationen

In Abb. 2 ist ein auf diese Weise erhaltenes Diffraktogramm eines Kristallpulvers dargestellt.

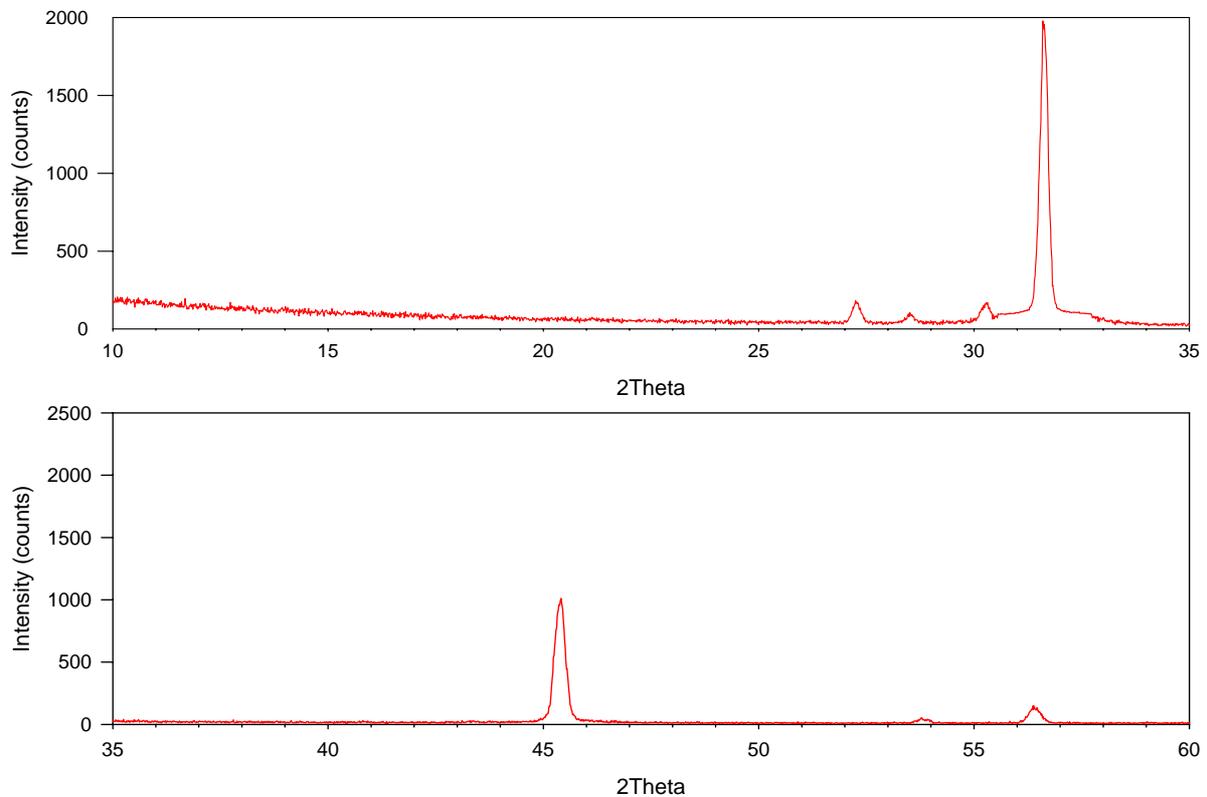


Abb. 2: Röntgendiffraktogramm einer ‚unbekannten‘ Probe (NaCl)

##### 4.1. Identifizierung der unbekanntten Substanz

Als erstes sollte versucht werden, die unbekannte Substanz anhand des Diffraktogrammes zu identifizieren. Dazu werden zuerst die  $2\theta$ -Werte der Röntgenreflexe und die entsprechenden Intensitäten ermittelt (s. Abb. 2):

| $2\theta$ | abs. Intensität<br>(Impulse) | rel. Intensitäten<br>(%) | d-Werte<br>(nach Gl. 1 ber.) |
|-----------|------------------------------|--------------------------|------------------------------|
| 27,38     | 182                          | 10                       | <i>3,273</i>                 |
| 28,51     | 107                          | 5                        | <i>3,131</i>                 |
| 30,31     | 170                          | 10                       | <i>2,949</i>                 |
| 31,67     | 1978                         | 100                      | <b><i>2,830</i></b>          |
| 45,41     | 1011                         | 50                       | <b><i>1,997</i></b>          |
| 53,78     | 51                           | 3                        | <i>1,705</i>                 |
| 56,48     | 147                          | 10                       | <b><i>1,632</i></b>          |

Mit Hilfe von Gl. (1) können aus den  $2\theta$ -Werten die entsprechenden d-Werte berechnet werden (Sie sind bereits kursiv in die Tabelle eingetragen!). Diese d-Werte lassen sich jetzt dazu benutzen, um unter Nutzung des *Powder Diffraction File Search Manual (Hanawalt Method)* die untersuchte Substanz (bzw. untersuchten Substanzen oder Bestandteile eines Gemisches)

qualitativ zu identifizieren (Das wird bei den Routineuntersuchungen gewöhnlich durch ein PC-Programm erledigt!). Der Hanawalt-Index listet die d-Werte der 8 intensivsten Reflexe für jede kristalline Phase auf, wobei zur Anordnung nur die d-Werte ( $\pm 0,1$ ) der drei stärksten Reflexe genutzt werden, also im oben angegebenen Beispiel: 2,830; 1,997; 3,273 (in absteigender Reihenfolge).

Der d-Wert des 100%-Reflexes ist 2,830. Man sucht zuerst den Bereich der d-Werte (steht ganz oben auf den Seiten) auf, in dem 2,82 liegt, hier sind es die Seiten 563 bis 589. Dieser d-Wert steht dann in der linken Spalte. In der nächsten Spalte wird nach dem d-Wert mit der zweitgrößten Intensität, in unserem Fall also nach 1,99, gesucht. Wenn eine Übereinstimmung gefunden wurde, dann vergleicht man mit den restlichen angegebenen d-Werten. Je mehr solche Übereinstimmungen gefunden werden, desto größer ist die Wahrscheinlichkeit, dass es sich um die gesuchte Komponente handelt.

Hilfreich sind auch die als Index angegebenen Zahlen. Diese beziehen sich auf die relativen Intensitäten:  $2,82_x$  bedeutet, dass die rel. Intensität dieses Reflexes 100% beträgt,  $3,25_1$  bedeutet, dass die rel. Intensität dieses Reflexes 10% beträgt.

In unserem Fall steht die gesuchte Substanz **NaCl** auf der Seite 585 ganz unten (7. Zeile von unten), und das zugehörige *Powder Diffraction Data File* (PDF-File) trägt die Nummer **5-528**. Auf dem PDF-File 5-528 findet man auch die Angabe, dass NaCl zum kubischen Kristallsystem gehört, worauf auch schon die kleine Anzahl an Reflexen gedeutet hat.

#### 4.2. Berechnung der Gitterparameter

Im nächsten Schritt sollen die Gitterparameter ( $a, b, c; \alpha, \beta, \gamma$ ) aus den erhaltenen d-Werten bzw.  $\theta$ -Werten berechnet werden. Da NaCl zum kubischen System gehört, beschränkt sich das hier auf die Gitterkonstante  $a_0$ : Gl. (2) oder (3)). Für diese Berechnung müssen die Reflexe indiziert, das heißt mit den entsprechenden MILLER'schen Indizes  $hkl$  versehen werden.

Das geschieht im Falle einer im kubischen System kristallisierenden Verbindung (hier am Beispiel NaCl erläutert) am einfachsten nach der folgenden Vorgehensweise:

##### 1. Schritt:

Ermittlung der Lage der Röntgenreflexe aus dem gemessenen Diffraktogramm

| $\theta$ -Werte |
|-----------------|
| 13,70           |
| 15,85           |
| 22,70           |
| 28,25           |

2. Schritt:

Berechnung von  $\sin^2\theta$

| $\theta$ -Werte | $\sin^2\theta$ |
|-----------------|----------------|
| 13,70           | 0,056          |
| 15,85           | 0,075          |
| 22,70           | 0,149          |
| 28,25           | 0,224          |

3. Schritt:

Ermittlung von K (K entspricht  $\frac{4a^2}{\lambda^2}$ , siehe Formeln (3) oben)

**Hintergrund:** In kubischen Kristallen treten nur Reflexe auf, bei denen die MILLER'schen Indice entweder alles gerade Zahlen oder alles ungerade Zahlen sind. Es sind deshalb für  $(h^2+k^2+l^2)$  nur die Werte 3 (hkl: 111), 4 (hkl: 200), 8 (hkl: 220), 11 (hkl: 311), 12 (hkl: 222), 16 (hkl: 400), 19 (hkl: 331), 20 (hkl: 420), 24 (hkl: 422), 27 (hkl: 511) usw. zulässig.

K ist so zu wählen, dass  $K \cdot \sin^2\theta$  für alle zu NaCl gehörenden Reflexe einen dieser hkl-Werte ergibt, also: angenommen, der erste Reflex ist der 111-Reflex, dann ist  $(h^2+k^2+l^2) = 3$  und deshalb ist  $K = 3/0,056 = 53,57$ . Es zeigt sich schnell, welche Reflexe wirklich zu NaCl gehören und welche nicht.

| $\theta$ -Werte | $\sin^2\theta$ | $K \cdot \sin^2\theta$ |
|-----------------|----------------|------------------------|
| 13,70           | 0,056          | 2,99                   |
| 15,85           | 0,075          | 4,02                   |
| 22,70           | 0,149          | 7,98                   |
| 28,25           | 0,224          | 12,00                  |

Daraus ergeben sich auf ganze Zahlen gerundet die folgenden hkl-Werte:

| $\theta$ -Werte | $\sin^2\theta$ | $K \cdot \sin^2\theta$ | $h^2+k^2+l^2$ | (hkl) |
|-----------------|----------------|------------------------|---------------|-------|
| 13,70           | 0,056          | 2,99                   | 3             | (111) |
| 15,85           | 0,075          | 4,02                   | 4             | (200) |
| 22,70           | 0,149          | 7,98                   | 8             | (220) |
| 28,25           | 0,224          | 12,00                  | 12            | (222) |

4. Schritt:

Berechnung der Gitterkonstante  $a_0$  (Formel s. oben),  $\lambda$  (CuK $_{\alpha}$ : 1,54 Å)

| $\theta$ -Werte | $\sin^2\theta$ | $K \cdot \sin^2\theta$ | $h^2+k^2+l^2$ | (hkl) | $a_0$ (Å) |
|-----------------|----------------|------------------------|---------------|-------|-----------|
| 13,70           | 0,056          | 2,99                   | 3             | (111) | 5,63      |
| 15,85           | 0,075          | 4,02                   | 4             | (200) | 5,64      |
| 22,70           | 0,149          | 7,98                   | 8             | (220) | 5,64      |
| 28,25           | 0,224          | 12,00                  | 12            | (222) | 5,64      |

Es kann natürlich auch vorkommen, dass nicht alle der in einem Diffraktogramm gefundenen  $\theta$ - bzw.  $d$ -Werte zu der untersuchten Substanz gehören. Das ist besonders bei intensitätsschwachen Reflexen kein Problem.

### 4.3. Relative Intensitäten der Röntgenreflexe

Die Intensitäten der Röntgenreflexe hängen von der Struktur der untersuchten Kristalle ab, so dass man aus ihnen im Prinzip auch die gegenseitige Anordnung der Bausteine der Kristalle ermitteln kann. Das wird häufig dann angewendet, wenn *chemische Fehlorderungen* in den untersuchten Kristallen auftreten. Eine chemische Fehlordnung liegt zum Beispiel dann vor, wenn in einem kubischen AgCl-Kristall ein kleiner Teil der in den Oktaederlücken (vereinfacht geschrieben: [6]) des Cl<sup>-</sup>-Ionen-Teilgitters vorliegenden Ag<sup>+</sup> durch Cu<sup>+</sup>-Ionen ersetzt wird, die in die Tetraederlücken (vereinfacht geschrieben: [4]) des Anionen-Teilgitters eingebaut werden. Die Auswertung der relativen Intensitäten kann also wichtige Hinweise auf den realen Aufbau der Kristalle geben.

Um die (relativen) Intensitäten der Röntgenreflexe zu berechnen, macht man sich gewöhnlich ein Modell, das die Anordnung der Einzelbausteine des Kristallgitters (im genannten Fall: Ag<sup>+</sup> und Cl<sup>-</sup>) untereinander durch die Angabe der Koordinaten beschreibt. Diese Koordinaten werden benutzt, um den *Strukturfaktor*  $F_{hkl}$  zu berechnen, zu dessen Quadrat die Intensität der Röntgenreflexe proportional ist:

$$I \sim F_{hkl}^2 = \sum_i (f_i A_i)^2 + \sum_i (f_i B_i)^2 \quad (4)$$

mit  $A_i = \sum_i \cos 2\pi(hx_i + ky_i + lz_i)$  und  $B_i = \sum_i \sin 2\pi(hx_i + ky_i + lz_i)$ , wobei  $x_i$ ,  $y_i$  und  $z_i$  die Punktlagen der Atome  $i$  in der Elementarzelle sind und  $f_i$  der *Atomformfaktor* ist, der das Streuvermögen des Atoms  $i$  angibt. Die Atomformfaktoren sind aus Tabellen ermittelbar bzw. in einschlägigen PC-Programmen bereits vorgegeben.

Überlegen Sie sich, wie das Streuvermögen eines Atoms von der Zahl dessen Elektronen abhängt!

Zur Berechnung des Strukturfaktors  $F_{hkl}$  werden die Koordinaten der entsprechenden Atome (in Einheiten der Gitterkonstanten!) in die Gleichung (4) eingesetzt und die für unterschiedliche (hkl)-Kombinationen resultierenden Werte ausgerechnet. Auf diese Weise lassen sich zum Beispiel relativ schnell die oben experimentell ermittelten Auswahlregeln für (hkl)-Werte überprüfen bzw. vorausberechnen, weil sich für bestimmte (hkl)-Kombinationen  $F_{hkl} = 0$  ergibt, d.h. Reflexe mit solchen (hkl)-Werten treten nicht auf.

Mit Hilfe von Gl. (4) lässt sich aber auch überprüfen, ob eine für eine bestimmte Kristallphase angenommene Struktur tatsächlich mit den röntgenographisch ermittelten relativen Intensitäten in Übereinstimmung gebracht werden kann oder wie sich eine angenommene (chemische oder physikalische) Fehlordnung auf die relativen Intensitäten auswirkt. Dazu werden zum Beispiel für verschiedene chemische Fehlorderungen die Intensitäten berechnet. Im bereits angesprochenen Fall könnte das heißen:

- a) ein  $\text{Ag}^+$  in [6] wird durch ein  $\text{Cu}^+$  auf gleicher Gitterposition ([6]) ersetzt ,
- b) ein  $\text{Ag}^+$  in [6] wird durch ein  $\text{Cu}^+$  in [4] ersetzt,
- c) zwei  $\text{Ag}^+$  in [6] werden durch zwei  $\text{Cu}^+$  in [4] ersetzt usw.

Ein Programm für derartige Berechnungen ist *PowderCell* (*PowderCell* ist kostenlos unter [http://www.bam.de/service/publikationen/powdercell\\_i.htm](http://www.bam.de/service/publikationen/powdercell_i.htm) erhältlich).

#### 4.4. Breite von Röntgenreflexen

Grundsätzlich hängt die Breite  $\beta$  eines Reflexes (meistens gemessen als Breite auf der halben Höhe des Reflexes = *Halbwertsbreite* im Bogenmaß) auch von der Größe der untersuchten Kristalle ab. Je kleiner die Kristalle werden, desto breiter und flacher werden die Reflexe. Das kann man zur Bestimmung der Kristallgröße nutzen, allerdings im Wesentlichen nur für (sehr) kleine Kristalle im Mikrometer- und Sub-Mikrometerbereich. Für (makroskopisch große) Bulk-Kristalle wird eine so genannte ‚natürliche‘ *Linienbreite* beobachtet, die sich auch experimentell ermitteln lässt. Nach SCHERRER ist die mittlere Größe  $D$  der Kristalle eines Pulvers

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (5)$$

$K$  ist eine Konstante, die in guter Näherung 1 gesetzt werden kann,  $\lambda$  ist die Wellenlänge der verwendeten Röntgenstrahlung.

### 5. Strahlenschutz im Röntgenlabor

Röntgenstrahlen können im menschlichen Körper Schäden hinterlassen, die sich akkumulieren. Deshalb ist beim Umgang mit Röntgenstrahlen grundsätzlich besondere Vorsicht geboten, um bereits die *mögliche* Gefährdung von Personen auszuschließen, mindestens aber so klein wie möglich zu halten.

Das Arbeiten an Röntengeräten (Einschalten, Bedienen, Einrichten usw.) ist nur dafür ausdrücklich befugten Personen gestattet. Das Betreten und der Aufenthalt im Röntgenlabor ist nur mit Genehmigung der über diesen Versuch Aufsicht führenden Person erlaubt. Ungeachtet der Tatsache, dass die verwendete Röntgenanlage in technischer Hinsicht eine Vollschutzanlage ist (Durch technische Schutzmaßnahmen ist die nach außen gelangende Strahlungsdosis kleiner als die für die normale Bevölkerung zugelassene Strahlungsdosis. Die mittels Film-Dosimeter gemessene Dosis des Bedienpersonals ist in den letzten Jahren immer Null gewesen.), ist der Aufenthalt in direkter Nähe der Röntgenanlage zeitlich möglichst klein zu halten.

#### Aufgaben:

- a) Bestimmung der Gitterkonstante  $a_0$  einer im kubischen Kristallsystem kristallisierenden Substanz
- b) Identifizierung der Substanzen aus den zugehörigen  $d$ -Werten mit Hilfe des HANAWALT-Index