

### 3.11 Methoden der Strukturanalyse

#### a) Verwendung Strahlungsarten für Beugungsexperimente

notwendig:  $\lambda \leq a$  (Gitterkonstante)

Röntgenstrahlung  $E = h\nu = \frac{hc}{\lambda}$

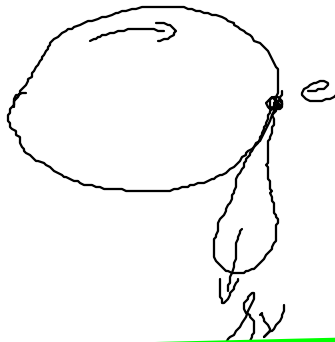
Streuung an Elektronen: Formfaktor  $f_a \sim Z$ , also  $I \sim Z^2$   
d.h. leichte Elemente sind schwer nachweisbar  
benachbarte Elemente sind schwer zu unterscheiden.

Streuung an Kernen vernachlässigbar  
Strahlungsquellen:

• Röntgenröhre

Beispiele:

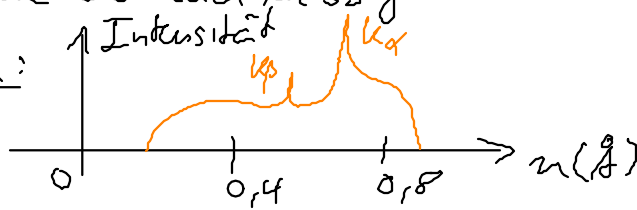
Synchrotronstrahlung, in DESY Hamburg, BESS Y Berlin, ANKA Karlsruhe  
Abstrahlung relativistisch



e - Elektronen im Speicher  
hohe Intensität, kleine Divergenz  
für  $v \rightarrow c$

Beisp: Mo mit  
30keV-ElEktr.

beschrieben



Neutronen  $E = \frac{p^2}{2m} = \frac{h^2}{2m\lambda^2}$  (de Broglie), ungeladen, Spin  $\frac{1}{2}$

WW mit dem Kernen (starke WW)

WW mit den Elektronen in der Hülle, die magnet. Moment haben  
geeignet zur Untersuchung magnetischer Strukturen.

Quellen: • Forschungsreaktoren, in Berlin, München, Garching, Grenoble

• Spaltungsquellen

Wirkungswertschritte klein, d.h. lange Stahlzeiten und  
große Proben sind erforderlich.

auch magnetische Strukturen nachweisbar

# Elektronen

$$E = \frac{h^2}{2m_0 \lambda^2}$$

starke WW mit Elektronen und Protonen im Kern, nur sehr geringe Eindringtiefe (5-50 Å) im Vgl. zu Röntgenstrahlung und Neutronen (bei vergleichbarer Wellenlänge)

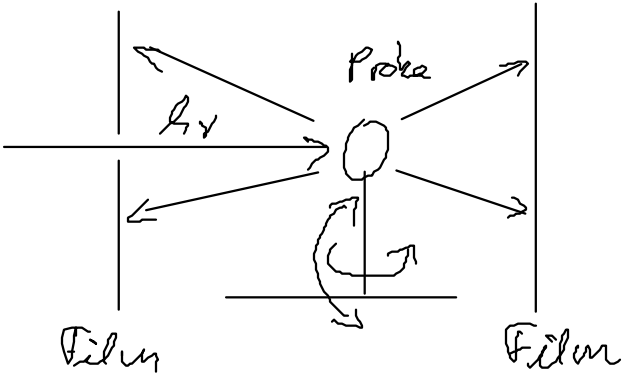
⇒ Oberflächenphysik

Zahlenwerte für  $\lambda = 1 \text{ \AA}$

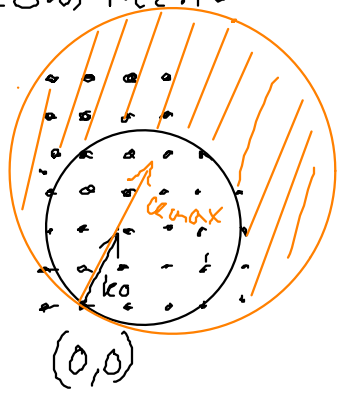
- Röntgenstrahlung  $\sim 10 \text{ keV}$
- Neutronen  $\sim 100 \text{ meV}$
- Elektronen  $\sim 200 \text{ eV}$

## b) Experimentelle Beugungsverfahren

Flache Verfahren kontinuierliches  $n$ -Spektrum, Einkristall



Anwendung: Orientierung von Proben  
Ewald-Konstruktion



alle reziproken Gitterpunkte im orangenen Bereich: Gitterreflexe

## Dreikristall-Verfahren

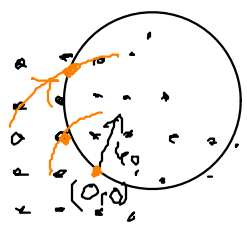
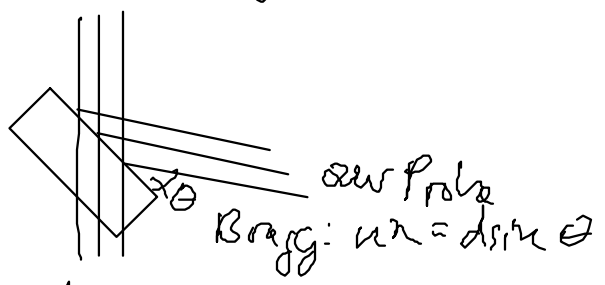
monochromatische Strahlung, Einkristall wird gedreht

Röntgenröhre:  $\lambda$  konst. Strahlung

Synchrotron, Neutronen: Kristall

Ewald-Konstruktion:

Drehung des Kristalls



Einfallsrichtung  $k_0$  fest  
Ewald-Kugel ist unbewegt

Bei Drehung des Kristalls treten nach und nach viele reziproke Gitterpunkte durch die E-Kugel

⇒ Beugungsreflexe für bestimmte Richtungen

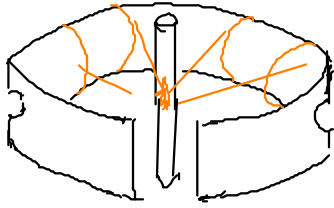
# Debye - Scherrer-Verfahren

fein körniger Polykristall

monochr. Strahlung, Pulver oder

"ähnlich Drehkristall, nur beliebig  
Drehachse über alle Richtungen  
verteilt.

Röntgenstrahlung "sucht nicht" für

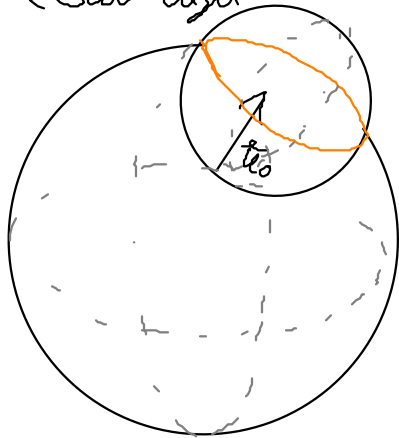


Reflexe der passend orientierten Kristalle "aus"

⇒ Beugungsmuster: Linien statt Punkte

Bei Kristallgröße eines noch so groß, dass scharfe Reflexe auftreten

Esablkugel



Schnittpunkte der  
beiden Kugeln:  
Klein

Kugel um (0,0)  
mit Radius R

Solche Kugel erhält man

für alle recip. Gittervektoren  
mit  $|\vec{g}| < 2|\vec{k}_0|$

• meist ausreichend für Struktur  
bestimmung

• große Genauigkeit  $\frac{\Delta a}{a} \sim 10^{-5}$

• bequem da keine Einkristalle erforderlich

## c) "direkt" Abbildung von Strukturen mit atomarer Auflösung

Elektronenmikroskop für 10keV-Elektronen:  $\lambda = 0,1 \text{ \AA}$

benutzt werden 200-400keV, also prinzipiell atomare

Auflösung in Durchstrahlung möglich

Probleme:

• Linsenfehler

• Vielfachstreuung, aufwendige Rekonstruktion der Intensitäts-  
muster notwendig.

## Tunnelmikroskop:



$$I_T \sim \exp(-\Delta \sqrt{\Phi} d)$$

Tunnelstrom  $I_T$  zwischen Spitze und Probe

$\phi$ : Desorptionszeit

- Regelung durch Rückkopplung über Piezokristalle

- Auflösung  $\approx 0,01 \text{ nm}$

- atomare Struktur der Oberfläche, genaues: elektron. Orbitale werden abgetastet „Rasterstunnelmikroskop“

- funktioniert nur für leitende Oberflächen

- für Isolatoren „Rasterkraftmikroskop“ auch hier atomare Auflösung mögl.

## 4. Gitterdynamik

Jeweils  $10^{22}$  Valenzelektronen und Ionen pro  $\text{cm}^3$ . Bewegung nicht unabhängig voneinander, aber die Bewegung der Ionen wegen großer Masse, sehr viel langsamer als die der Elektronen: Elektronenverteilung stellt sich schnell („adiabatisch“) auf jeweilige Ionenkonfiguration ein.

### 4.1 Adiabatische Näherung

① Das Elektronensystem befindet sich stets in reinem Grundzustand bezügl. der momentanen Ionenkonfiguration.

(natürlich hängt die Energie des Elektronensystem. von Ionen ab)

② Anregungen des Elektronensystems erfolgen im Potential der momentanen Ionenkonfiguration.

⇒ Teilgleichungen für das Elektronen und Ionensystem

- Kopplung zunächst vernachlässigt

- später als Korrektur berücksichtigt.

1. Bewegung der Ionen im gegebenem Potential

2. Elektronen im gegebenem Potential