

Versuch Nr.41

Debye-Scherrer-Aufnahmen

Falko Barth
falko.barth@udo.edu

Egor Evsenin-Gutschank
egor.evsenin@udo.edu

Durchführung: 29.10.2018

2. Abgabe: 13.12.2018

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	3
2	Theoretischer Hintergrund	3
2.1	Grundlegende Beschreibung von Kristallstrukturen	3
2.2	Das kubische Kristallsystem	5
2.3	Millersche Indizes und Netzebenenabstand	6
2.4	Röntgenbeugung an Kristallen	8
3	Durchführung	12
3.1	Versuchsaufbau	12
3.2	Preparation der Probe	13
3.3	Entwicklung der Filme	13
4	Auswertung	14
4.1	Nicht verschwindende Reflexe	15
4.2	Bestimmung der Kristallstruktur	15
4.3	Systematische Fehler	16
4.4	Gitterkonstante	19
5	Diskussion	20

1 Einleitung

In diesem Versuch werden kristalline Festkörper mit der Debye-Scherrer Methode untersucht. Der größte Teil der festen Materie ist kristallin. Sie zeichnet sich durch eine räumlich periodische Gitterstruktur aus, die sich makroskopisch fortsetzt. Die Unterschiede in der Struktur äußern sich in Anisotropen Eigenschaften der Gitterstruktur und des Atomaren Aufbaus, wie zum Beispiel Elastizität und Permeabilität, die durch Tensor und Vektorfelder im Kristall hervorgerufen werden.

Es ist zwischen Einkristallen und Polykristallinen zu unterscheiden. Metalle sind in der Regel polykristallin, so wie fast alle natürlich vorkommenden Kristalline. Die daraus resultierenden makroskopischen Eigenschaften sind isotrop und ergeben sich aus der Mittelung aller Kristallrichtungen im Festkörper. Zur genauen Untersuchung der periodischen Struktur und inneren Ordnung sind Einkristalle oder einzelne Kristallite notwendig. Diese werden mit Röntgen-Strahlung, welche eine Wellenlänge im Bereich Angström besitzt, bestrahlt, damit diese an dem Festkörper gebeugt werden kann. Ein Angström entspricht der Größenordnung der Gitterabstände der Atome, welche mit der Debye-Scherrer Methode bestimmt werden soll.

2 Theoretischer Hintergrund

2.1 Grundlegende Beschreibung von Kristallstrukturen

Kristalle sind räumlich periodische Gitter, die durch die Verbindung der zugrunde liegenden Materialien besteht. Ohne weitere Eigenschaften festzulegen gibt es unendlich viele Punktgitter. Zwei 2D-Gitter sind in Abbildung 1 dargestellt. Damit die Gitter klassifi-

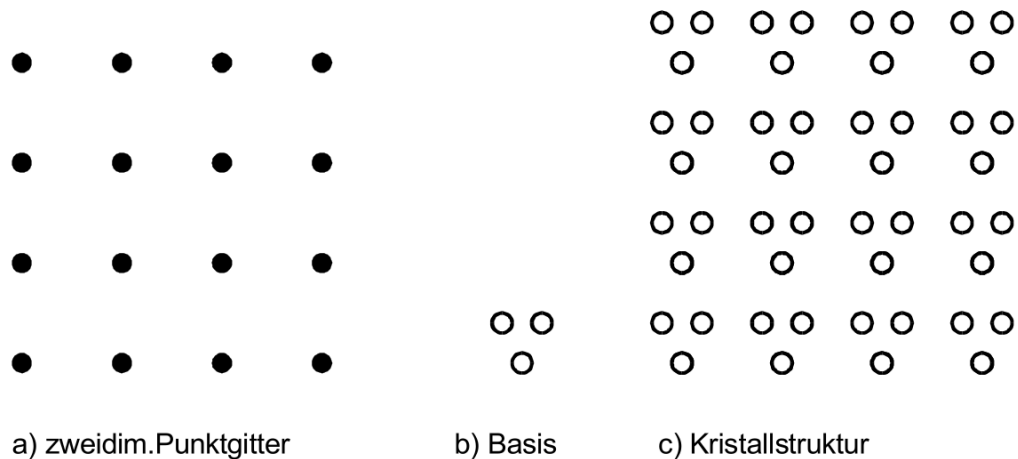


Abbildung 1: Zeigt die Unterschiede zwischen Gitter, Basis und Kristallstruktur [Anleitung].

ziert werden können, wird die Invarianz unter Symmetrieeigenschaften getestet.

Die einfachste erhaltene Symmetrie, die einen Kristall auszeichnet ist die fundamentale Translation. Das bedeutet, dass ein Vektor \vec{t} durch die folgende Bedingung in Gleichung 1 aus den Basisvektoren darstellbar ist.

$$\vec{t} = n_1 \vec{a} + n_2 \vec{b} + n_3 \vec{c} \quad (1)$$

Die Vorfaktoren der Basisvektoren sind Elemente der natürlichen Zahlen \mathbb{N} . Die kleinste Einheit dieses Gitters wird Basis genannt, welche durch die drei Gittervektoren \vec{a} , \vec{b} und \vec{c} aufgespannt wird. Das Gitters ergibt zusammen mit den Basisvektoren dann eine eindeutig festgelegte Elementarzelle. Die sich periodisch wiederholenden Elementarzellen ergeben die Kristallstruktur. Besitzt das Parallelepipiped, welches durch die drei Basisvektoren aufgespannt wird, nur in jeder Ecke ein Atom, so wird diese Zelle primitiv genannt. Da nur der Anteil des Atoms, der innerhalb des Epipeds liegt, zählt, besteht die primitive Einheitszelle aus einem Atom. Das ist die simpelste Form einer Zelle. Die weiteren Punktgitter, die durch die Symmetrioperationen der Inversion, Spiegelung und Rotation klassifiziert werden, teilen sich in 14 Gittertypen auf. Diese heißen Bravais-Gitter und können in sieben Kristallsysteme, wie in Abbildung 2 unterteilt werden.

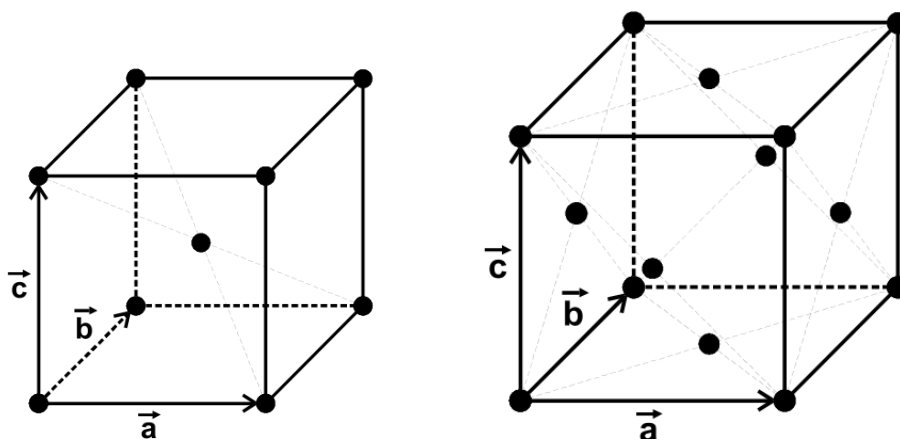
System	Bezeichnung	Eigenschaften der Elementarzelle
triklin	1. triklin-primitiv	$a \neq b \neq c$ $\alpha \neq \beta \neq \gamma$
monoklin	2. monoklin-primitiv	$a \neq b \neq c$
	3. monoklin-basiszentriert	$\alpha = \beta = 90^\circ \neq \gamma$
(ortho-) rhombisch	4. rhombisch-primitiv	$a \neq b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$
	5. rhombisch-basiszentriert	
	6. rhombisch-raumzentriert	
	7. rhombisch-flächenzentriert	
tetragonal	8. tetragonal-primitiv	$a = b \neq c$
	9. tetragonal-raumzentriert	$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$
rhomboedrisch (trigonal)	10. rhomboedrisch-primitiv	$a = b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma < 120^\circ, \neq 90^\circ$
hexagonal	11. hexagonal-primitiv	$a = b \neq c$ $\alpha = \beta = 90^\circ, \gamma = 120^\circ$
kubisch	12. kubisch-primitiv	$a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$
	13. kubisch-flächenzentriert	
	14. kubisch-raumzentriert	

Abbildung 2: Die Bravais-Gitter aufgeteilt in ihre Kristallsysteme mit den dazugehörigen Eigenschaften [Anleitung]

2.2 Das kubische Kristallsystem

Für die in diesem Versuch untersuchten Materialien ist insbesondere die kubische Gitterstruktur relevant, da Metalle und Salze vorzugsweise kubisch aufgebaut sind. Das kubische System ist in drei Klassen eingeteilt.

Die simpelste Struktur weist das kubisch primitive Gitter auf, welches aus einem Atom besteht und die primitive Einheitszelle in Würfelform beschreibt. Aus zwei Atomen pro Einheitszelle besteht das kubisch-raumzentrierte Gitter, welches als Grundmodell die primitive Einheitszelle besitzt und zusätzlich in der Mitte des Würfels noch ein weiteres Atom besitzt. Doppelt so viele Atome wie die das kubisch-raumzentrierte Gitter besitzt das kubisch-flächenzentrierte Gitter. Hier liegt bei dem einfach kubische Gitter auf jeder Würfel­fläche noch ein weiteres Atom. Beispiele für die zuletzt genannten Gittertypen sind in Abbildung 3 gegeben.



- (a) Das kubisch-raumzentrierte Gitter hat 2 Atome an den Orten $(0,0,0)$ und $(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, \frac{1}{2})$ und 8 nächste Nachbarn im Abstand von $\frac{1}{2}\sqrt{3}a$.
- (b) Das kubisch-flächenzentrierte Gitter hat 4 Atome an den Orten $(0,0,0)$, $(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, 0)$, $(\frac{1}{2}, 0, \frac{1}{2})$, $(0, \frac{1}{2}, \frac{1}{2})$ und besitzt 12 nächste Nachbarn im Abstand von $\frac{1}{2}\sqrt{2}a$.

Abbildung 3: Die Elementaren kubischen Gittertypen bei denen gilt $|a| = |b| = |c|$.
[Anleitung]

In der Natur kristallisieren Metalle eher selten in einer simplen kubischen Struktur. Die häufigste Struktur ist die Diamantstruktur. Sie besteht aus zwei kubisch-flächenzentrierten Gittern die um ein viertel der Raumdiagonalen zueinander verschoben sind. Es folgt, dass die Diamantstruktur acht Atome an den Orten

$$(0,0,0), \left(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, 0\right), \left(\frac{1}{2}, 0, \frac{1}{2}\right), \left(0, \frac{1}{2}, \frac{1}{2}\right), \left(\frac{1}{4}, \frac{1}{4}, \frac{1}{4}\right), \left(\frac{3}{4}, \frac{3}{4}, \frac{1}{4}\right), \left(\frac{3}{4}, \frac{1}{4}, \frac{3}{4}\right), \left(\frac{1}{4}, \frac{3}{4}, \frac{3}{4}\right) \quad (2)$$

in der Einheitszelle aufweist. Die vier nächsten Nachbarn jedes Atoms liegen auf einer Tetraederstruktur um das Atom herum. Dies entspricht der sp^3 -Hybridisierung des Kohlenstoffs und ist auch in Silizium und Germanium zu finden.

Bei Salzen gibt es auch die Diamantstruktur. Der Unterschied zu den Metallen besteht darin, dass die Basis zwei-atomig ist, welche auf die beiden fcc-Gitter verteilt sind. Dann heißt die Diamantstruktur Zinkblende.

Es werden drei weitere kubische Kristallgitter für Salze vorgestellt.

Die erste ist die Steinsalz-Struktur. Sie ist wie die Diamantstruktur, wobei die fcc-Gitter diesmal um eine halbe Raumdiagonale gegeneinander verschoben sind.

Im Gegensatz dazu besteht die Cäsiumchlorid-Struktur aus zwei primitiven Gittern, die um eine halbe Raumdiagonale gegeneinander verschoben sind. Es entspricht der bcc-Struktur, wobei das Atom in der Mitte des Würfels nun ungleich dem am Rand ist.

Zuletzt wird noch die Fluorit-Struktur beschrieben. Sie besteht aus drei fcc-Gittern, die jeweils um eine viertel Raumdiagonale gegeneinander verschoben sind. Das heißt, dass die Einheitszelle 12 Atome besitzt.

Die am dichtesten gepackte Kugelpackung, bei der gerade noch so Platz für alle Atome ist, ist in hexagonalen Gittern zu finden. Grundlage der hexagonalen Struktur, wie in Abbildung 4 zu sehen ist bilden die Raute mit 120° Winkeln. Charakteristisch für die

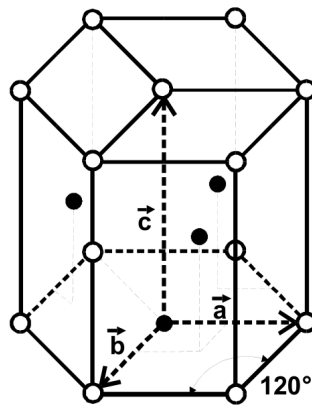


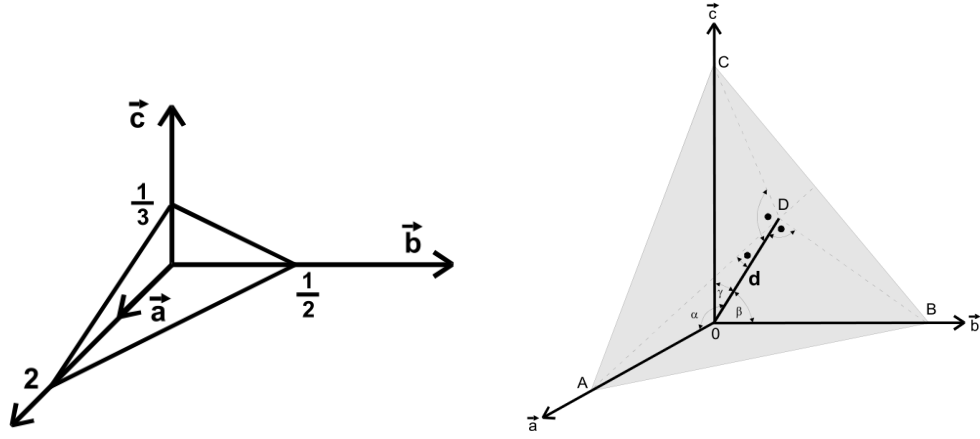
Abbildung 4: Hexagonale Einheitszelle mit den Basisvektoren [Anleitung].

dichteste Kugelpackung ist das Achsenverhältnis von $c/a = \sqrt{\frac{8}{3}}$ wobei der Betrag der Basisvektoren \vec{a} und \vec{b} gleich sind.

2.3 Millersche Indizes und Netzebenenabstand

Wenn in einer Ebene die Schwerpunkte von Atomen eines Gitters liegen, so ist diese Ebene eine Netzebene. Die millerschen Indizes werden durch die Netzebenen aufgestellt. Sie sind durch die Form (hkl) charakterisiert, wobei jede Zahl der Reziprokwert der Zahl ist, bei der die Netzebene eine der Achsen schneidet. Dies wird in Abbildung 5 durch die beispielhafte Netzebenen deutlich.

Tritt beispielsweise der Fall auf, dass eine Netzebene im euklidischen Raum nur eine Achse schneidet, und die anderen beiden nicht, also der Wert ∞ ist, so ist der reziproke



(a) Netzebene mit den Millerindizes (146) (b) Schematische Darstellung des Netzebenenabstands d einer beliebig gewählten Netzebene

Abbildung 5: Beispielhafte Netzebenen zur Bestimmung der Millerindizes und des Netzebenenabstandes [**Anleitung**].

Wert 0. Dieser Fall tritt bei den Würfeloberflächen eines kubischen Gitters auf. Die obere Seite hat die Millerindizes (001).

Der Abstand einer Ebene zum Ursprung des Koordinatensystems wird durch den Netzebenenabstand d angegeben. Der Netzebenenabstand ist der Betrag des Vektors \vec{d} , der stets senkrecht auf der Ebene steht und den Null-Punkt des Koordinatensystems mit dem der Ebene verbindet, wie in Abbildung 5 gezeigt. Alle höheren Netzebenen, die parallel zur ersten sind, haben genau den Abstand d voneinander. Der Netzebenenabstand berechnet sich wie folgt. Die Dreiecke ODA, ODB, ODC in 5 stehen senkrecht zueinander. Daraus folgt, dass

$$\cos \alpha = \frac{dh}{a}, \cos \beta = \frac{dk}{b}, \cos \gamma = \frac{dl}{c} \quad (3)$$

und es gilt zusätzlich

$$\cos^2 \alpha + \cos^2 \beta + \cos^2 \gamma = 1 \quad (4)$$

Werden nun die Gleichungen 3 und 4 ineinander eingesetzt, so ergibt sich für den Netzebenenabstand Gleichung 5

$$d = \frac{1}{\sqrt{\frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2}}} \quad (5)$$

Ist das System kubisch, so gilt $a = b = c$ und Gleichung (6).

$$d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (6)$$

2.4 Röntgenbeugung an Kristallen

Röntgenstrahlen sind hochenergetische elektromagnetische Wellen, deren Wellenlänge im Bereich Angström liegt. Beim Eintritt in einen Kristall treten sie mit den Atomen in Wechselwirkung und werden im klassischen Sinne gestreut. Die geladenen Teilchen q mit Masse m , an denen die Röntgenstrahlung gestreut werden absorbieren die Energie und fangen selbst im Gittersystem an zu schwingen wie ein Hertz'scher Dipol. Die Intensität der abgegeben Strahlung ist in Gleichung (7) gegeben, wobei die Streuung an Atomkernen auf Grund ihrer hohen Masse zu vernachlässigen ist.

$$I_e(r, \theta) = I_0 \times \left(\frac{\mu_0 q^2}{4\pi m} \right) \frac{1}{r^2} \frac{1 + \cos 2\theta}{2} \quad (7)$$

Dabei ist I_0 die Intensität des einfallenden Strahls, μ_0 die Induktionskonstante, r der Abstand zwischen Aufpunkt und Teilchen, q die Ladung und θ die Hälfte des Winkels zwischen einfallendem und gestreutem Strahl.

Da nicht nur an einem Elektron gestreut wird, sondern an allen Netzebenen, gibt es Interferenzeffekte, die die Streuamplituden verstärken oder vernichten. Diese Interferenzmuster sind abhängig vom Kristall, sodass aus dem Interferenzbild rückwirkend auf die Kristallstruktur geschlossen werden kann. Die Wellenlänge der Röntgenstrahlung ca. genauso groß wie die Ausdehnung der Atomhülle, sodass das atomare Streuvermögen nicht proportional zur Ordnungszahl z ist. Die Gleichung (7) ist noch weiter zu modifizieren. Denn die abgestrahlte Intensität von Elektronen, die später von dem Röntgenstrahl erfasst werden ist nicht so hoch wie die vorherige und es entsteht eine Phasendifferenz. Das Verhältnis der gestreuten Intensität I_e der Elektronen und I_a der Atome ist das Quadrat des Atomformfaktors f und ist in Gleichung (8) dargestellt.

$$f^2 = \frac{I_a}{I_e} \quad (8)$$

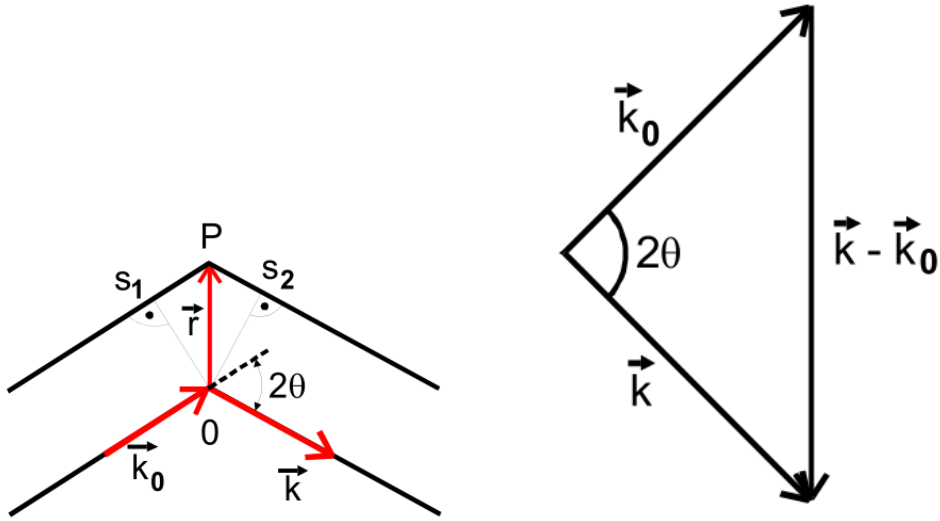
Der Atomformfaktor ist abhängig von der Ordnungszahl z , der Röntgenwellenlänge λ und dem Streuwinkel θ . Ist θ klein und λ groß, so ist $f \approx z$. Die genau Bestimmung von f benötigt die Elektronendichteverteilung des Kristalls $\rho(\vec{r})$ über dessen Hülle phasenrichtig integriert werden muss.

Für die Bestimmung des Gangunterschieds einer einlaufenden und gestreuten EM-Welle wird die Skizze aus Abbildung (6) verwendet. Zu beachten ist dabei, dass der Betrag der Wellenzahl der einlaufenden und der auslaufenden Welle gleich sind, wenn elastische Streuung zu Grunde gelegt wird. Dann folgt Gleichung (9).

$$|\vec{k}_0| = |\vec{k}| = \frac{1}{\lambda} \quad (9)$$

Der daraus resultierende Gangunterschied Δs aus Gleichung (10) lässt sich dann in die Phasendifferenz $\Delta\phi$ aus Gleichung (11) überführen.

$$\Delta s = s_1 + s_2 = \vec{r} \cdot \left(\frac{\vec{k}}{k} - \frac{\vec{k}_0}{k_0} \right) \quad (10)$$



(a) Skizze, welche den Gangunterschied bei einem Streuprozess an zwei Punkten O und P zeigt. (b) Zusammenhang zwischen Streuwinkel und Wellenvektoren

Abbildung 6: Skizze des Gangunterschieds Δs und der Streurichtung θ [Anleitung].

$$\Delta\phi = 2\pi \frac{\Delta s}{\lambda} = 2\pi \vec{r}(\vec{k} - \vec{k}_0) \quad (11)$$

Für die weitere Berechnung von f soll die Normierungsbedingung aus Gleichung (12) gelten.

$$\int_{\text{Hülle}} \rho(\vec{r}) d\vec{r}^3 = ze_0 \quad (12)$$

Im Prinzip ist f eine Fouriertransformierte bezüglich der Ladungsdichteverteilung ρ , wie in Gleichung (13) zu erkennen ist,

$$f = \int_{\text{Hülle}} e^{-i\Delta\phi} \rho(\vec{r}) d\vec{r}^3 = \int_{\text{Hülle}} e^{-i2\pi \vec{r}(\vec{k} - \vec{k}_0)} \rho(\vec{r}) d\vec{r}^3 \quad (13)$$

wobei aus Abbildung (6) zu entnehmen ist, dass f abhängig von θ und λ ist. Veranschaulicht wird dies in Gleichung (14)

$$|\vec{k} - \vec{k}_0| = \frac{2 \sin(\theta)}{\lambda}. \quad (14)$$

Damit ist die gestreute Intensität der Röntgenstrahlung an einem Atom abhängig vom Formfaktor f proportional zur Streuintensität I_e .

Die Streuung an einem Atom ist damit hinreichend diskutiert und muss nun auf die Streuung an einer Elementarzelle ausgeweitet werden. Das Prinzip einer Streuung zweier Wellen an zwei Atomen ist dabei analog zu dem vorherigen Prinzip. Es ergibt sich

wieder eine Phasendifferenz $\Delta\phi$ und eine daraus resultierende Streuamplitude aus Gleichung (15), die Interferenzeffekten unterlegen ist. Dabei wird angenommen, dass ein Atom im Ursprung des Koordinatensystems liegt und die anderen im Abstand \vec{r}_j folgen.

$$A = \sum_j f_j e^{-2\pi i \vec{r}_j \cdot (\vec{k} - \vec{k}_0)} I_e \quad (15)$$

Da die \vec{r}_j gerade Atome auf dem Gitter sind, ist der Vektor durch die Basisvektoren darzustellen. Wird dies ausgenutzt, so ergibt sich die Strukturamplitude (16) der Elementarzelle.

$$S = \sum_j f_j e^{-2\pi i (x\vec{a} + y\vec{b} + z\vec{c}) \cdot (\vec{k} - \vec{k}_0)} I_e \quad (16)$$

Nun ist noch zu beachten, dass nicht nur an zwei Atomen einer Elementarzelle, sondern an der gesamten Elementarzelle gestreut wird. Unter der Berücksichtigung des Huygenschen Prinzips, dass die ein und auslaufenden Wellen nur dann einen Reflex ergeben, wenn sie symmetrisch zur Netzebenenormalen liegen, ergeben sich erhebliche Einschränkungen für die sichtbaren Reflexe. Denn Reflex ist erst dann sichtbar, wenn er durch positive Interferenz verstärkt wird. Denn der Beugungsreflex eines einzelnen Atoms ist viel zu schwach. Da aber der Röntgenstrahl an mindestens 10^3 Netzebenen gestreut wird, wird ein Signal durch positive Interferenz sichtbar. Wie eine Streuung an einer Netzebenenschar aussehen kann ist beispielhaft in Abbildung (7) gezeigt. Aus der

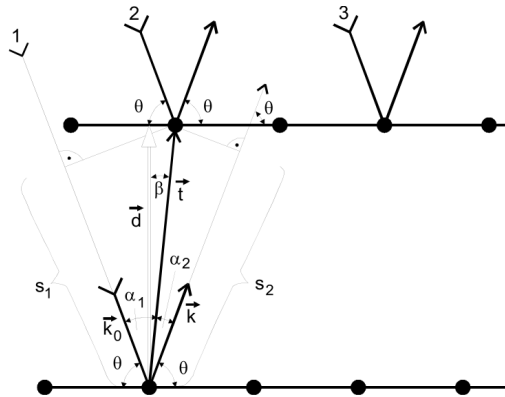


Abbildung 7: Schematisch Struktur eines Reflexes, der der Bragg-Bedingung unterliegt

Skizze folgt für den Gangunterschied in (17)

$$n\lambda = \Delta s_1 + \Delta s_2 = t(\cos \alpha_1 + \cos \alpha_2) \quad (17)$$

und daraus ergibt sich dann die Bragg-Bedingung aus Gleichung (18).

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (18)$$

Dabei ist d der Netzebenenabstand und n Element der natürlichen Zahlen \mathbb{N} . Mit Hilfe von reziproken Vektoren, die senkrecht auf der Netzebene stehen und den Betrag $n/|\vec{d}|$

stellt sich die Bragg-Bedingung wie folgt dar

$$\mathbf{n} = \vec{d}(\vec{k} - \vec{k}_0). \quad (19)$$

Daraus folgt dann die modifizierte Strukturamplitude in Gleichung (20)

$$S(hkl) = \sum_j f_j e^{-2\pi i(x\vec{a} + y\vec{b} + z\vec{c})(\vec{k} - \vec{k}_0) \times (h\vec{A} + k\vec{B} + l\vec{C})} = \sum_j f_j e^{-2\pi i(xh + yk + zl)} \quad (20)$$

Die Großbuchstaben sind dabei die reziproken Gittervektoren zu den Basisvektoren.

3 Durchführung

3.1 Versuchsaufbau

Zentral in diesem Versuch ist die Röntgenstrahlung welche durch eine Öffnung an der Mantelfläche eines Zylinders, in dessen Mitte das Probenstäbchen sitzt, auf die Probe gestrahlt wird und dabei gestreut wird. Die Innenseite des Mantels des Metallzylinders ist vollständig mit einem Film bedeckt. Die Achse des Probenstäbchens steht senkrecht auf den beiden Deckeln des Zylinders. Eine schematische Skizze des Aufbaus ist in Abbildung 8 gegeben. Der ganze Zylinder ist bis auf die Öffnung für die Röntgenstrahlung

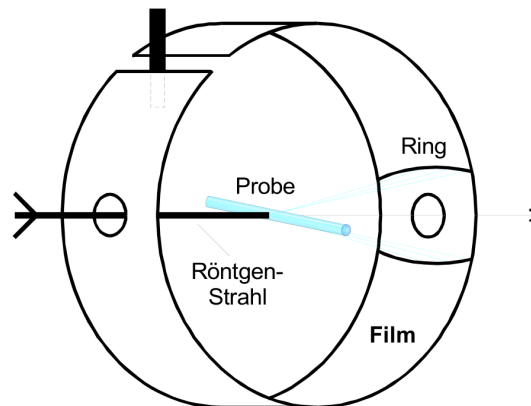


Abbildung 8: Der Aufbau zeigt den Film in der Kamera, sowie die Probe und den Eingang der Röntgenstrahlung und ein mögliches Beugungsmuster an der rechten Seite des Films in der Skizze [**Anleitung**].

lichtdicht verschlossen. Außen am Zylinder, an der Fassung des Probenstäbchens ist ein Motor angebracht, mit dem die Probe gedreht wird. Der Zylinder ist sozusagen das Kameragehäuse und wird im weiteren Verlauf als Kamera bezeichnet. Die Fassung selber ist so justierbar, dass das Probenstäbchens möglichst mittig zur Öffnung des Röntgenstrahls steht.

Die Röntgenstrahlen werden durch eine Röntgenröhre erzeugt, welche eine Kupferanode besitzt. Die Beschleunigungsspannung der Elektronen in der Röntgenröhre ist dabei deutlich größer, als die Kathodenspannung, welche für den glühelektrischen Effekt genutzt wird um Elektronen aus der Kathode auszulösen und beträgt 40 kV. Dabei werden die charakteristischen Emissionslinien $K_{\alpha 1}$, $K_{\alpha 2}$ und K_{β} erzeugt. Die K_{β} -Linie wird in diesem Versuch durch Nickel absorbiert und ist deswegen in der Auswertung nicht zu beachten.

Der erste Film in der Kamera wird für das Metall zwei Stunden, der zweite Film für das Salz 4 Stunden belichtet.

3.2 Preparation der Probe

Das Probenstäbchen ist ein einfaches Glasstäbchen, welches mit dem zu untersuchenden Stoff benetzt wird. Dazu wird das Probenstäbchen in Vaseline eingetaucht und dann in dem Probenmaterial gedreht, sodass eine dünne Schicht auf der Oberfläche des Stäbchens entsteht. Die Stäbchen messen alle ungefähr 0.8 mm im Durchmesser. Dann muss das präparierte Probenstäbchen in einen passenden Halter gesteckt und dann in die Kamera eingebaut werden.

3.3 Entwicklung der Filme

Der Film wird dann in einer Dunkelkammer entwickelt. Das wird in drei Stufen ausgeführt, wobei zwischen den drei Phasen der Film in einem Wasserbad durch Schwenken gereinigt wird.

In der ersten Phase wird der Film auf eine Spule gewickelt und in ein Gefäß mit Entwicklungsflüssigkeit 15 Minuten lang geschwenkt. Die zweite Phase nutzt einen Unterbrecherbad, in der der Film ca. 1 Minute lang getaucht wird.

Zum Schluss wird der Film dann wieder, in einem Gefäß mit einer Fixierflüssigkeit, 5 Minuten lang geschwenkt. Danach trocknet der Film 30 Minuten in einer Heißluftkammer.

4 Auswertung

Nach der Messung werden die Filmstreifen ausgemessen. Dies geschieht aufgrund von fehlenden Werkzeugen mit einem gemeinen Lineal. Der systematische Fehler wird dabei auf ± 1 mm gesetzt. Gemessen wird der Abstand zwischen zwei Linien, also der Kegelradius. Der Abstand zwischen dem Eintritts- und dem Austrittsloch beträgt 180 mm und deckt einen Winkel π der Kammer ab. Wie in Abbildung 12 zu sehen ist, wird in einer Hälfte der Kammer zwischen Eintritts- und Austrittsloch ein Winkel von 2θ abgedeckt. Daraus lässt sich θ mit Gleichung (21) berechnen.

$$2\theta = x \cdot \frac{\pi}{180 \text{ mm}} \Rightarrow \theta = x \cdot \frac{\pi}{360 \text{ mm}} \quad (21)$$

Hierbei ist x der Kegelradius. In Tabelle 1 sind die gemessenen Kegelradien und die zugehörigen Winkel für Metall zu sehen. In Tabelle 2 entsprechendes für Salz. Für

Tabelle 1: Kegelradien gemessen an den Filmstreifen umgerechnet in den Winkel θ für Metall.

Kegelradius x [mm]	Winkel θ
44.5±0.5	0.388±0.009
64.5±0.5	0.563±0.009
81.5±0.5	0.711±0.009
98.5±0.5	0.860±0.009
114.5±0.5	0.999±0.009
134.5±0.5	1.174±0.009

Tabelle 2: Kegelradien gemessen an den Filmstreifen umgerechnet in den Winkel θ für Salz.

Kegelradius x [mm]	Winkel θ
27.5±0.5	0.240±0.009
39.0±0.5	0.340±0.009
47.5±0.5	0.415±0.009
55.5±0.5	0.484±0.009
61.5±0.5	0.537±0.009
69.5±0.5	0.607±0.009
82.5±0.5	0.720±0.009
87.5±0.5	0.764±0.009
94.5±0.5	0.825±0.009
100.0±0.5	0.873±0.009
107.5±0.5	0.938±0.009
112.5±0.5	0.982±0.009
120.5±0.5	1.052±0.009
137.5±0.5	1.200±0.009

spätere Berechnungen wird außerdem der Netzebenenabstand d benötigt.

$$d = \frac{\lambda}{2 \sin(\theta)} \quad (22)$$

4.1 Nicht verschwindende Reflexe

Mit den bestimmten Winkeln und Gleichung (20) kann nun die Strukturamplitude für verschiedene Netzebenen und damit verschiedene $[hkl]$ -Werte bestimmt werden. Genau genommen ist für die Bestimmung der nicht verschwindenden Reflexe nur interessant ob $S(hkl)$ verschwindet oder nicht. In Tabelle 3 sind für die kubischen Gitter (SC, BCC, FCC und Diamant) die ersten sechs, laut Theorie, nicht verschwindenden Reflexe.

Tabelle 3: Es sind für die kubischen Gitter (SC, BCC, FCC und Diamant) die ersten sechs, laut Theorie, nicht verschwindenden Reflexe dargestellt.

SC	BCC	FCC	Diamant
100	110	111	111
110	200	200	220
111	211	220	311
200	220	311	400
210	310	222	331
211	222	400	422

Für die Strukturbestimmung des Salzes (Zinkblende-, Steinsalz-, Caesiumchlorid- und Fluoritstruktur) müssen die Formfaktoren in Gleichung (20) berücksichtigt werden. Deswegen kann nicht bestimmt werden ob die Reflexe verschwinden, sondern nur die Intensität der Linien.

4.2 Bestimmung der Kristallstruktur

Aus Gleichung (6) und (22) folgt

$$d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} = \frac{a}{m} = \frac{\lambda}{2 \sin(\theta)} \text{ mit } m \equiv \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}.$$

Damit lässt jedes m auf den ersten nicht verschwindenden Reflex normieren und mit den experimentell bestimmten Werten vergleichen:

$$\frac{m_i}{m_1} = \frac{\sin \theta_i}{\sin \theta_1}.$$

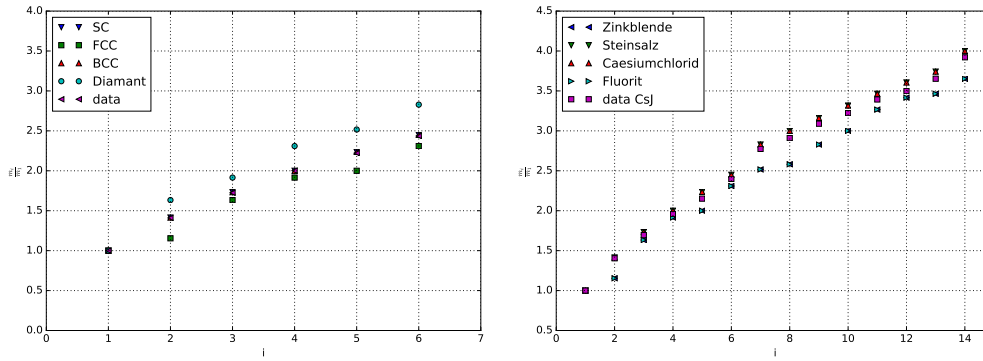
Durch den Vergleich von Daten und Theorie wird die Struktur bestimmt. In Abbildung 9 ist die Übereinstimmung der Verhältnisse jeweils für Metall und Salz zu sehen. Des weiteren wird die Abweichung der Daten von der Theorie bestimmt durch

$$X^2 = \sum \frac{\left(\frac{\sin \theta_i}{\sin \theta_1} - \frac{m_i}{m_1} \right)^2}{\frac{m_i}{m_1}}.$$

Wie bereits in Abbildung 9a zu sehen ist, lässt sich das SC- und das BCC-Gitter für Metall mit so wenigen Daten nicht unterscheiden. Die Werte für alle Gitter sind in Tabelle 4 zu sehen. Da es nur drei Stoffe mit einer SC-Struktur gibt (Sauerstoff, Fluor und Po-

Tabelle 4: Es sind für die kubischen Gitter (SC, BCC, FCC und Diamant) die X^2 dargestellt.

	SC	BCC	FCC	Diamant
X^2	0.0002 ± 0.0018	0.0002 ± 0.0018	0.10 ± 0.04	0.18 ± 0.05



(a) Verhältnisse $\frac{m_i}{m_1}$ für verschiedene Gittertypen und Daten für Metall. (b) Verhältnisse $\frac{m_i}{m_1}$ für verschiedene Gittertypen und Daten für Salz.

Abbildung 9: Übereinstimmung der Ergebnisse für Metall und Salz.

onium) ist bei dem Metall-Pulver von einer BCC-Struktur auszugehen. Für Salz wurde das gleiche Prozedere benutzt, nur dass diesmal die Formfaktoren, in Abbildung 10 zu sehen, berücksichtigt werden müssen. Das bedeutet, dass für jede Struktur (Zinkblende-, Steinsalz-, Caesiumchlorid- und Fluoritstruktur) jede mögliche Kombination der Ionen, die in Abbildung 10 zu sehen sind, getestet werden muss. Die theoretischen Verhältnisse m_i/m_1 geplottet gegen die Daten von Caesiumiodid (CsJ) sind in Abbildung 9b zu sehen. CsJ in der Caesiumchlorid-Struktur ist der Stoff, der die kleinste Abweichung hat.

4.3 Systematische Fehler

Als Erstes ist darauf hinzuweisen, dass durch den Versuchsaufbau zwei systematische Fehler gemacht werden, die wie folgt in die Auswertung einfließen. Die Systematischen Fehler entstehen bei den Ringradien. Dabei entsteht der Eindruck, dass die Gitterkonstante a abhängig von dem Beugungswinkel θ ist.

Der erste systematische Fehler liegt in der Messung von dem 4θ -Winkel, der stets zu groß gemessen wird. Problematisch ist das so kleine Winkel große Fehler besitzen. in Abbildung 11 wird schematisch gezeigt, wie das wahre θ aussehen sollte. Das Problem liegt darin, dass der Großteil der Strahlung komplett absorbiert wird und nur am Rand

sin θ/λ	0,00	0,05	0,10	0,15	0,20	0,25	0,30	0,35	0,40	0,50	0,60	0,70
Ion												
F ⁻	10,0	9,8	9,1	8,2	7,1	6,1	5,2	4,4	3,8	2,9	2,3	2,0
Cl ⁻	18,0	17,5	16,0	14,1	12,2	10,6	9,4	8,6	8,0	7,3	6,6	6,0
K ⁺	18,0	17,7	16,7	15,3	13,8	12,3	11,0	9,9	9,0	7,9	7,1	6,5
Ca ²⁺	18,0	17,8	17,1	16,1	14,9	13,6	12,3	11,2	10,3	8,8	7,6	6,7
Cu ⁺	28,0	27,5	26,2	24,4	22,3	20,4	18,7	17,3	16,0	13,8	12,1	10,7
J ⁻	54,0		50,8		44,7		38,9		29,0	29,0	25,4	22,5
Cs ⁺	54,0		50,9		45,2		39,6		30,0	30,0	26,3	23,9

Abbildung 10: Die Formfaktoren für verschiedene Ionen, je nach Winkel [Anleitung].

Beugungseffekte entstehen die aus der Probe kommen. Berücksichtigt wird dies durch die Korrektur Δa_A nach Bradley und Jay in Gleichung 23.

$$\frac{\Delta a_A}{a} = \frac{\rho}{2R} \left(1 - \frac{R}{F}\right) \frac{\cos^2 \theta}{\theta} \quad (23)$$

Der Größen sind in der Abbildung 11 dargestellt. ρ ist der Radius des Probenstäbchens, R der Kameraradius und F der Abstand zwischen Fokus und Probe. Dieser Fehler führt in dem Plot von $a(\theta)$ gegen $\cos^2 \theta$ zu den Fehlerbalken in a.

Der Zweite Systematische Fehler resultiert aus der Geometrie des Aufbaus. In der Regel sind die Achse des Probenzylinders und die Achse des Films leicht gegeneinander verschoben. Das ist in Abbildung 12 dargestellt. Dieser Fehler wirkt sich wieder auf das gemessene θ aus und ergibt die Abweichung $\Delta\theta$ wie in Gleichung 24 aufgeführt ist. Der Abstand ΔS und die Verschiebung v sind aus der Skizze 12 zu entnehmen.

$$\begin{aligned} \Delta S &= -v \sin 2\theta \\ \Delta\theta &= -\frac{\Delta S}{2R} \\ \Delta\theta &= \frac{v}{2R} \sin 2\theta = \frac{v}{R} \cos \theta \sin \theta \end{aligned} \quad (24)$$

Unter Berücksichtigung der differenzierten Bragg-Bedingung ergibt sich der Korrekturterm Δa_v in Gleichung 25 aus

$$\begin{aligned} \frac{\Delta a}{a} &= \frac{\Delta d}{d} = -\Delta\theta \frac{\cos \theta}{\sin \theta} \\ \frac{\Delta a_v}{a} &= \frac{v}{R} \cos^2 \theta \end{aligned} \quad (25)$$

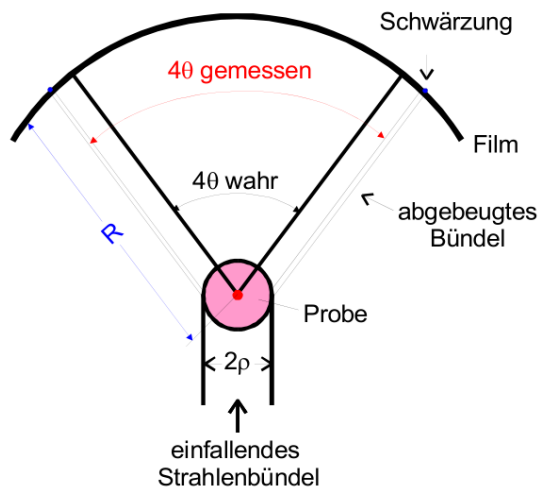


Abbildung 11: Darstellung des systematischen Fehlers, der aus der Absorption innerhalb des Probenstäbchens entsteht [Anleitung].

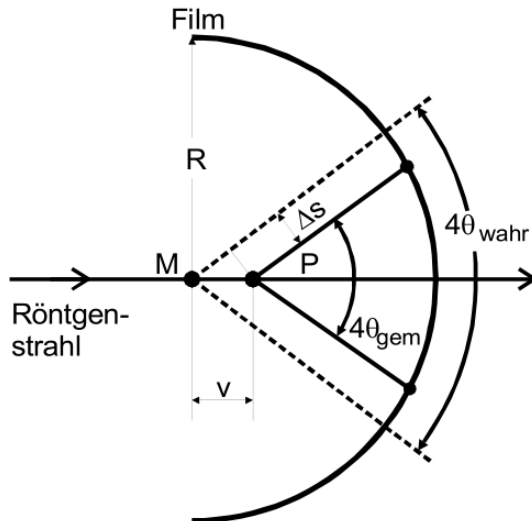


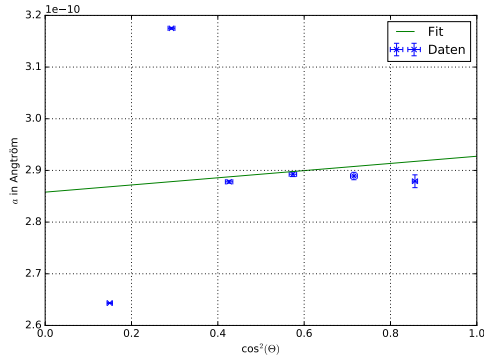
Abbildung 12: [Anleitung].

Das heißt, die Gesamte Abweichung der Gitterkonstante resultiert in Δa_{ges} , welche als der Summe der beiden systematischen Fehler Δa_A und Δa_v . Dabei ist die Gitterkonstante Δa_{ges} proportional zu $\cos 2\theta$.

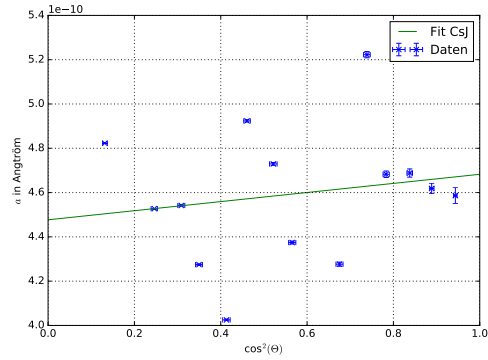
Die tatsächliche Gitterkonstante a ist deshalb aus dem y-Achsenabschnitt des Plots $a(\theta)$ gegen $\cos^2 \theta$ zu entnehmen.

4.4 Gitterkonstante

Um den systematischen Fehler nach Gleichung (25) zu eliminieren und damit die Gitterkonstante zu bestimmen wird die Gitterkonstante a gegen $\cos^2(\theta)$ geplottet und ein linearer Fit vollzogen. In Abbildung 13a ist der Fit für Metall zu sehen. In Abbildung 13b der Fit für Salz. Für Metall ergibt sich eine Gitterkonstante von $a_{metall} = (2,86 \pm 0,18) \cdot 10^{-10}$ m, welche ziemlich genau mit dem Literaturwert von $a_{metall}^{lit} = 2,86 \cdot 10^{-10}$ m [**metall**] übereinstimmt. In Abbildung 13b ist der Fit für die Salz-Struktur zu sehen. Es wurde bereits durch die Strukturanalyse CsJ vorhergesagt. Der Fit liefert eine Gitterkonstante von $a_{salz} = (4,48 \pm 0,20) \cdot 10^{-10}$ m welche gut mit dem Literaturwert von $a_{salz}^{lit} = 4,57 \cdot 10^{-10}$ m [**Gross**] übereinstimmt.



(a) Linearer Fit der Metall-Analyse um den systematischen Fehler durch die Verschiebung der Kristalle von der Achse zu eliminieren.



(b) Linearer Fit der Salz-Analyse um den systematischen Fehler durch die Verschiebung der Kristalle von der Achse zu eliminieren.

» » » » > fürs erste fertig

5 Diskussion

Es ist die Struktur eines Metall- und eines Salz-Präparates bestimmt. Außerdem ist die Gitterkonstante der beiden Stoffe ermittelt. In Tabelle 5 sind die Ergebnisse für beide Stoffe zusammengefasst. Es lässt sich vermuten, dass das Metallpulver aus Eisen (Fe) besteht. Die Salzstruktur scheint Caesiumiodid (CsJ) zu sein.

Tabelle 5: Die Struktur und Gitterkonstanten verglichen mit den Literaturwerte für das Metall- und Salz-Präparat.

Material	a^{exp}	a^{lit}	Abweichung in %
Fe	$(2,86 \pm 0,18) \cdot 10^{-10} \text{ m}$	$2,86 \cdot 10^{-10} \text{ m}$	0 ± 6
CsJ	$(4,48 \pm 0,20) \cdot 10^{-10} \text{ m}$	$4,57 \cdot 10^{-10} \text{ m}$	2 ± 4