

## **V41: Debye-Scherrer-Aufnahmen**

Felix Geyer                      Rune Dominik  
felix.geyer@tu-dortmund.de    rune.dominik@tu-dortmund.de

Durchführung: 05. November 2018  
Abgabe: 19. November 2018

# 1 Theorie

Das Ziel dieses Versuches ist es, die Kristallstruktur und die Größe der Einheitszelle von zwei verschiedenen Probematerialien zu bestimmen, indem Debye-Scherrer-Aufnahmen angefertigt werden.

## 1.1 Beschreibung von Kristallstrukturen

Ein Großteil der kondensierten Materie liegt in kristalliner Struktur vor. Um diese Struktur aufzulösen, muss die räumliche Auflösung der Messvorrichtung in der gleichen Größenordnung liegen wie die Abstände zwischen den Atomen. Dafür eignen sich neben langsamen Neutronen oder Elektronen auch Röntgenstrahlen. Die im Folgenden beschriebene Methode basiert auf der Beugung von Röntgenstrahlung an der Kristallstruktur.

Die räumliche Beschreibung der Kristalle lässt sich aus zwei Elementen zusammensetzen: der Basis und des Punktgitters. Zusammen ergeben sie die Kristallstruktur, wie in Abbildung 1 dargestellt. Die Basis besteht dabei entweder aus einem Atom oder ei-

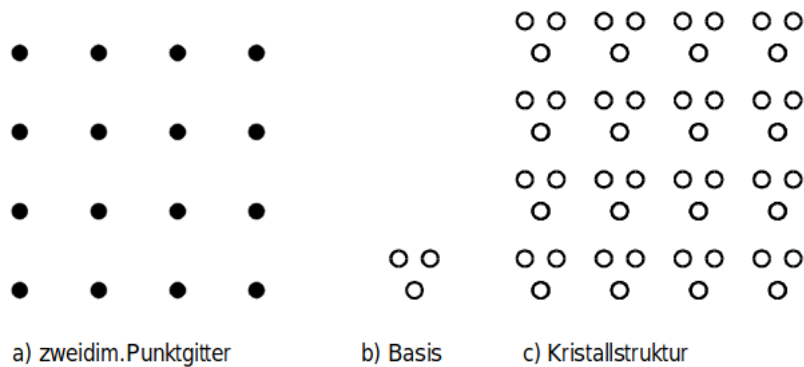


Abbildung 1: Bestandteile der Kristallstruktur. [1]

ner Atomgruppe. Um die verschiedenen Punktgitter zu klassifizieren, werden durch drei Vektoren  $\vec{a}$ ,  $\vec{b}$  und  $\vec{c}$  fundamentale Translationen aufgespannt, die durch

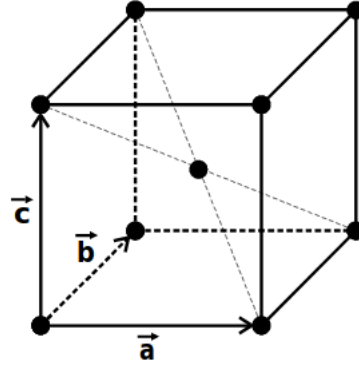
$$\vec{t} = n_1 \vec{a} + n_2 \vec{b} + n_3 \vec{c} \quad \text{mit } n_i \in \mathbb{N} \quad (1)$$

definiert sind. Mithilfe dieser Vorschrift lässt sich das ganze Gitter aufspannen, da alle Punkte, die sich mit (1) darstellen lassen, Gitterpunkte sind.

Ein weitere Größe, die bei der Beschreibung von Kristallstrukturen von Bedeutung ist, ist die Elementarzelle. Diese ist definiert als die kleinste Einheit, durch welche die Kristallstruktur vollständig festgelegt ist. Falls in dem von den Vektoren aus (1) aufgespannte Parallelepiped nur in den acht Eckpunkten Atome sitzen, dann ist diese Elementarzelle primitiv. Sie enthält nur ein Atom. Allerdings lässt sich die Kristallstruktur nicht mehr vollständig aus vielen primitiven Elementarzellen aufbauen, falls die Basis aus mehr als

einem Atom besteht, da in diesem Fall die Atome nicht nur in den Eckpunkten des Parallelepipeds sitzen.

Im nachfolgenden Versuch werden verschiedene kubische Strukturen untersucht. Eine davon ist die kubisch-raumzentrierte Struktur (*eng.* bcc (body centered cubic)). Diese besitzt zwei Atome pro Elementarzelle. Eine Darstellung ist in Abbildung 2 zu finden. Im Koordinatensystem der Elementarzelle liegen die Atome bei



**Abbildung 2:** Schematische Darstellung der Elementarzelle des kubisch-raumzentrierten Gitters. [1]

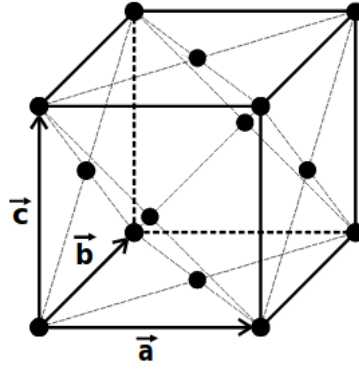
$$(0, 0, 0) \text{ und } \left(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, \frac{1}{2}\right). \quad (2)$$

Die acht nächsten Nachbarn haben einen Abstand untereinander von  $\frac{1}{2}\sqrt{3}a$ , mit  $a$  als Kantenlänge des Würfels.

Im Gegensatz zur kubisch-raumzentrierten Struktur gibt es bei der kubisch-flächenzentrierten (*eng.* fcc (face centered cubic)) Struktur statt des zentralen Atoms in der Mitte des Würfels jeweils ein Atom in der Mitte der Seitenflächen des Würfels, wie in Abbildung 3 zu sehen. Die Atome der Elementarzelle liegen bei

$$(0, 0, 0), \left(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, 0\right), \left(\frac{1}{2}, 0, \frac{1}{2}\right) \text{ und } \left(0, \frac{1}{2}, \frac{1}{2}\right). \quad (3)$$

Die zwölf nächsten Nachbarn haben einen Abstand von  $\frac{1}{2}\sqrt{2}a$  untereinander.



**Abbildung 3:** Schematische Darstellung der Elementarzelle des kubisch-flächenzentrierten Gitters. [1]

## 1.2 Millersche Indizes und Abstandsberechnung

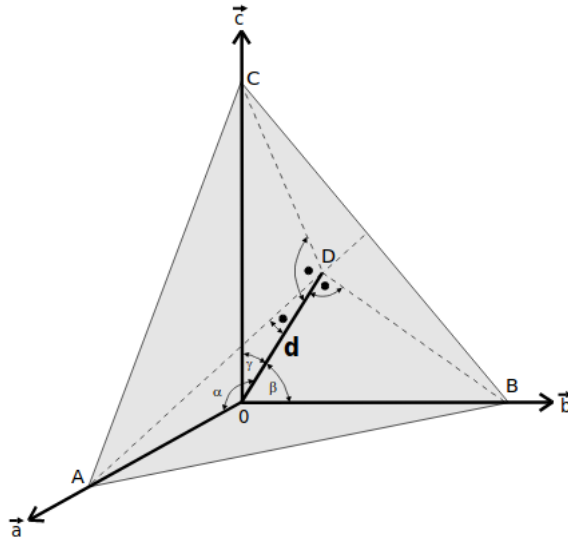
Eine wichtige Größe für diesen Versuch sind die Millerschen Indizes. Diese kennzeichnen die Lage der Netzebenen im Kristall relativ zum Koordinatensystem des Kristalls, welche definiert sind als Ebene, in der die Schwerpunkte der Atome liegen. Die Millerschen Indizes, meist mit  $h$ ,  $k$  und  $l$  bezeichnet, sind die Zahlenwerte, die sich errechnen, wenn die Schnittpunkte der Netzebene mit den Koordinatenachsen gebildet und die reziproken Werte genommen werden. Um gebrochenen Zahlen zu vermeiden, wird das Zahlentripel mit den Inversen der gebrochenen Zahlen multipliziert. Nach Definition werden negative Achsenabschnitte durch einen Strich über dem jeweiligen Index gekennzeichnet. Falls eine Netzebene parallel zu einer Achse liegt, dann ist der Millersche Index 0, da der Schnittpunkt mit der Koordinatenachse im Unendlichen liegt.

Die Millerschen Indizes sind unter anderem deswegen eine zentrale Größe in der Beschreibung von Kristallstrukturen, da aus ihnen relativ einfach der Abstand benachbarter Netzebenen berechnen lässt. In Abbildung 4 ist eine Skizze zur Berechnung zu sehen. Da der Netzebenenabstand  $d$  senkrecht auf den beiden Netzebenen (eine mit den Punkten A, B und C und eine mit dem Ursprung), sind die Dreiecke ODA, ODB und ODC rechtwinklig. Aus trigonometrischen Beziehungen ergibt sich

$$d = \left( \sqrt{\frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2}} \right)^{-1} \quad (4)$$

und für kubische Systeme mit  $a = b = c$  wird (4) zu

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



**Abbildung 4:** Grafische Darstellung der wichtigsten Größen zur Berechnung des Netzebenenabstandes aus den Millerschen Indizes. [1]

### 1.3 Beugung von Röntgenstrahlen an Kristallen

Die Wechselwirkung der Röntgenstrahlung mit den Elektronen und Atomkernen des Kristalls findet als klassischer Streuprozess von elektronmagnetischen Wellen statt. Dadurch, dass die Atome in einem Kristall periodisch angeordnet sind, sind die gestreuten Wellen interferenzfähig und je nach Raumrichtung löschen sich diese aus oder verstärken sich. Damit kann eine Strukturbestimmung des Kristalls durchgeführt werden.

Die Atomkerne und Elektronen, an denen gestreut wird, verhalten sich unter Einwirkung der Röntgenstrahlung als Hertzscher Dipol mit der emittierten Intensität

$$I_e(r, \theta) = I_0 \left( \frac{\mu_0 q^2}{4 \pi m} \right)^2 \frac{1}{r^2} \frac{1 + \cos^2(2\theta)}{2}. \quad (6)$$

Dabei ist  $I_0$  die ursprüngliche Intensität der Welle,  $\mu_0$  die magnetische Feldkonstante,  $r$  der Abstand zwischen Aufpunkt und Teilchen und  $2\theta$  der Winkel zwischen einfallendem und gestreutem Strahl. Aus (6) wird ersichtlich, dass die Masse der Atomkerne so groß ist, dass die Streuung vernachlässigt werden kann. Da die Elektronen im Kristall nicht isoliert, sondern in Hüllen um die Atomkerne anliegen und die Ausdehnung der Elektronenhüllen in der Größenordnung der Wellenlänge der verwendeten Röntgenstrahlung liegt, schwingen nicht alle getroffenen Elektronen in Phase. Das führt dazu, dass die vom Atom gestreute Intensität geringer ist als die Intensität, die gegeben wäre, falls die Ausdehnung der Elektronenhülle klein gegen die Wellenlänge der Röntgenstrahlung ist. In diesem Fall wird in (6) der quadrierte Bruch durch

$$\left( \frac{\mu_0 (ze_0)^2}{4 \pi z m_e} \right)^2, \quad (7)$$

mit  $z$  als Ordnungszahl,  $e_0$  und  $m_e$  als Ladung bzw. Masse eines Elektrons. Damit wird eine wichtige Größe in der Festkörperphysik definiert, der Atomformfaktor

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

mit  $I_a$  als Atomstreuintensität und  $I_e$  als Streuintensität eines Einzelektrons.  $f$  ist somit abhängig von der Ordnungszahl, der Wellenlänge der Röntgenstrahlung und der Streurichtung. Zur genaueren Berechnung von  $f$  muss die Elektronendichteverteilung  $\rho(\vec{r})$  benutzt werden, da punktförmige Elektronen eine zu grobe Näherung sind. Nach einem Integral über die Elektronenhülle und Symmetrieüberlegungen mit dem Wellenzahlvektor ergibt sich, dass  $f$  für verschiedene Atome und Ionen meist als Funktion von  $z$  und  $\sin(\theta)/\lambda$  angegeben wird.

Um die Betrachtung der Streuung von Röntgenstrahlung an Elektronen weiter auf die Streuung an Kristallen anzupassen, muss auch die Streuung an der Elementarzelle eines Kristalls betrachtet werden. Auch in diesem Fall treten aufgrund der festen räumlichen Verteilung in einem Kristall Interferenzeffekte auf. Wenn der Phasenunterschied zwischen den gestreuten Wellen der verschiedenen Atomen in der Elementarzelle betrachtet und phasenrichtig summiert wird, ergibt sich

$$S = \sum_j f_j e^{-2\pi i (x_j \vec{a} + y_j \vec{b} + z_j \vec{c})(\vec{k} - \vec{k}_0)} I_e \quad (9)$$

als Strukturamplitude der Elementarzelle mit  $f_j$  als Atomformfaktoren der einzelnen Atome,  $\vec{r}_j = x_j \vec{a} + y_j \vec{b} + z_j \vec{c}$  als Ortsvektor der Atome in der Elementarzelle ausgedrückt durch die Basisvektoren der Elementarzelle ( $|x_j|, |y_j|, |z_j| \leq 1$ ) und  $\vec{k}$  bzw.  $\vec{k}_0$  als Wellenzahlvektoren der gestreuten bzw. der einfallenden Welle. Der Strukturfaktor  $SS^*$  gibt das Verhältnis zwischen der Intensität der Streuung an der Elementarzelle und der Streuung an einem einzelnen Elektron an. (9) muss noch angepasst werden, da  $\vec{k}$  bzw.  $\vec{k}_0$  in einem Kristall nicht frei wählbar sind, wenn eine nicht verschwindende Intensität gestreut werden soll, da die Elementarzellen in einem festen Kristallgitter angeordnet sind. Die Auslöschung tritt aufgrund von Interferenzeffekten auf, da an mehreren tausend untereinander liegenden Netzebenen gestreut wird. Ein gestreuter Röntgenstrahl ist somit nur zu beobachten, falls die Braggsche Bedingung

$$n \lambda = 2 d \sin(\theta) \quad (10)$$

mit  $n \in \mathbb{N}$  erfüllt ist. Sie folgt aus geometrischen Überlegungen und Additionstheoremen. Die Bragg Bedingung lässt sich auch durch reziproke Gittervektoren ausdrücken. Dabei sind reziproke Gittervektoren die „normalen“ Gittervektoren im Impulsraum. Diese reziproken Gittervektoren lassen sich mit den Millerschen Indizes ebenfalls einer Netzebene zuordnen und damit ergibt sich für die Strukturamplitude (9)

$$S(h, k, l) = \sum_j f_j e^{-2\pi i (x_j h + y_j k + z_j l)} \quad (11)$$

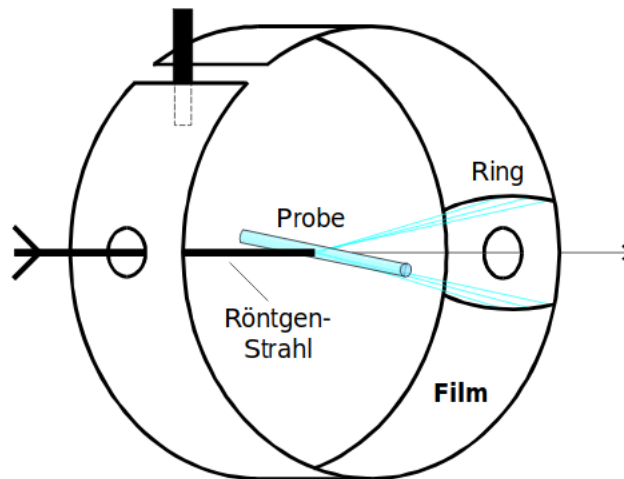
Mit (11) kann nun errechnet werden, für welche Elementarzellen an welchen Ebenen Röntgenreflexe auftreten oder nicht. Dies ist ein zentraler Bestandteil der Auswertung.

## 2 Durchführung

Im Folgenden werden der experimentelle Aufbau und die Versuchsdurchführung beschrieben.

### 2.1 Aufbau

In Abbildung 5 ist der Versuchsaufbau schematisch dargestellt. Die Probe befindet sich in



**Abbildung 5:** Schematische Darstellung des Versuchsaufbaus. [1]

einem Ring aus Fotofilm und wird von monochromatischer Röntgenstrahlung bestrahlt. Die Probe ist dabei fein pulversiert und wird in zylindrische Form gebracht, damit in jeder Raumrichtung einige Kristallite in Reflexionsrichtung zur Einstrahlrichtung stehen. Die von der Probe unter dem Winkel  $\theta$  gebeugte Strahlung liegt auf einem Kegelmantel mit dem Öffnungswinkel  $2\theta$  aufgrund der statistischen Verteilung der Orientierung der Kristalle in der Probe. Die entstehenden Kegelschnitte auf dem Filmstreifen lassen sich durch Kreise annähern, deren Radius proportional zum Beugungswinkel ist. In der Grafik nicht zu sehen ist der Motor, der die Probe während der Messung um ihre Längsachse dreht, damit die „Debye-Ringe“ gleichmäßig geschwärzt werden.

### 2.2 Versuchsdurchführung

Als erstes wurde eine Leermessung durchgeführt, um den Aufbau und die Funktionsweise kennenzulernen und zu testen. Dann wurde eine Metallprobe hergestellt, indem mit Vaseline eine feinkörnigen Metallprobe um ein Glasröhrchen herum verteilt wird. Daraufhin wird das Behältnis mit dem Filmstreifen präpariert und ein eventuelles unregelmäßiges Drehen der Probe ausgeglichen. Dann wird die leere Probe eine Stunde,

die Metallprobe zwei Stunden und die Salzprobe vier Stunden mit Röntgenstrahlung bestrahlt. Abschließend werden die Filme entwickelt.

## 3 Auswertung

### 3.1 Vorgehen und genutzte Programme

Zur Automatisierung der Auswertung wird wie folgt vorgegangen:

1. Die Filme werden auf einem Scanner digitalisiert. Der Film der Salzprobe muss dabei während des scannens von oben beleuchtet werden, da der Film durch die längere Messdauer und Streulicht sehr stark belichtet wurde.
2. Die gescannten Bilder werden digital nachbearbeitet, sodass die Beugungskreise besser hervortreten.
3. Zwischen den Stanzungen der Filme werden die Grauwerte in einem schmalen, mittigen Streifen ausgelesen. Dazu wird das Programm ImageJ[2] genutzt.
4. Die Grauwerte werden in einem Python[3]-script durch Pandas[4] eingelesen. Der Grauwert wird invertiert und der Untergrund manuell auf ein einheitliches Niveau zu heben.
5. Durch die Funktion `find_peaks` der SciPy[5]-Bibliothek `signal` werden die Peaks und damit die Beugungskreise detektiert. Die Abstände zum Mittelpunkt der Stan- zung in Millimeter entsprechen dabei dem Winkel  $\phi$  in Grad.
6. Es werden helle und dunkle Peaks getrennt und die Analyse nur mit den dunklen fortgesetzt. Peaks, die durch eine  $K_{\alpha_1}$ - und eine  $K_{\alpha_2}$ -Linie entstanden sind, aber zu einem Tupel Millerindizes gehören, werde gemittelt.
7. Für jeden Peak werden durch die Bragggleichung Netzebenenabstände berech- net. Anschließend werden die möglichen Millerindizes für ein bcc<sup>1</sup>- und ein fcc<sup>2</sup>- Gitter für einatomige Basen oder ein zusammengesetztes fcc<sup>3</sup>-Gitter oder eine Cäsiumchlorid-Struktur<sup>4</sup> für mehratomige Basen aufsteigend nach  $n = \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$  sortiert zugeordnet.
8. Durch die SciPy-optimize Funktion `curve_fit` wird ein linearer Fit durch die Gitterkonstanten beider Gittertypen in Abhängigkeit des  $\cos(\phi)^2$  gelegt und der optimale Wert für die Gitterkonstante durch den y-Achsenabschnitt bestimmt.

---

<sup>1</sup> $h + k + l$  gerade

<sup>2</sup> $h, k, l$  alle gerade oder ungerade

<sup>3</sup>Der Strukturfaktor wird numerisch berechnet und Indizes mit nicht verschwindender Streuamplitude ausgewählt, wobei die Intensität  $I \propto |S|^2$  größer als 0.15 sein soll, um kaum messbare, schwache Impulse auszuschließen.

<sup>4</sup>Wieder wird die Streuamplitude bestimmt



### 3.2 Metallprobe

Der Ausschnitt zwischen den Stanzungen des Films ist in Abbildung 6 zu sehen, die ausgelesenen Reflexe mit den zugeordneten Millerindizes für die Hypothesen einer bcc-, einer fcc-Gitterstruktur finden sich mit den entsprechend berechneten Gitterkonstanten in Tabelle 1. Zusätzlich sind in Abbildung 7a die ausgelesenen Peaks eingezeichnet. Eine Ausgleichsrechnung mit einer linearen Funktion für beide Gittertypen ist in Abbildung 7b gezeigt, die einzelnen Kurven finden sich in Abbildung 8b und Abbildung 8a. Die bestimmte Steigung  $m$  und der y-Achsenabschnitt  $n$  finden sich in Tabelle 2. Es zeigt sich, dass die bcc-Hypothese stärker Schwankungen aufweist, was sich auf einen größeren Fehler in der Ausgleichsrechnung niederschlägt. Es liegt daher nahe, die bcc Hypothese als fehlerhaft anzusehen und ein fcc-Gitter mit Gitterkonstante  $a = (409,6 \pm 2,0)$  pm anzunehmen.



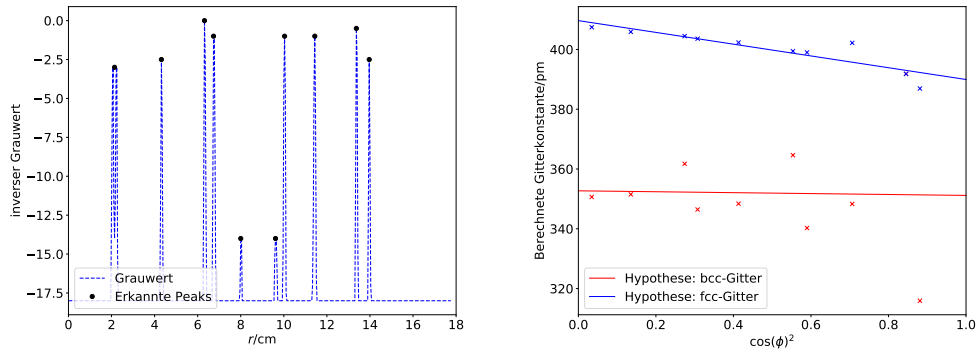
**Abbildung 6:** Filmaufnahme der Metallprobe „Metall 3“. Der Winkel  $0^\circ$  liegt in der rechten, der Winkel  $180^\circ$  in der linken Stanzung

**Tabelle 1:** Beugungsreflexe an der Metallprobe „Metall 3“ und zugeordnete Millerindizes und Gitterkonstanten für das bcc und das fcc-Gitter.

Winkel / $^\circ$	$n_{\text{bcc}}^2$	$h_{\text{bcc}}$	$k_{\text{bcc}}$	$l_{\text{bcc}}$	$a_{\text{bcc}} / \text{pm}$	$n_{\text{fcc}}^2$	$h_{\text{fcc}}$	$k_{\text{fcc}}$	$l_{\text{fcc}}$	$a_{\text{fcc}} / \text{pm}$
40.35	2	1	1	0	315.92	3	1	1	1	386.92
46.32	4	2	0	0	391.83	4	2	0	0	391.83
65.61	6	2	1	1	348.32	8	2	2	0	402.21
79.65	8	2	2	0	340.27	11	3	1	1	399.00
83.86	10	3	1	0	364.61	12	2	2	2	399.41
100.00	12	2	2	2	348.41	16	4	0	0	402.31
112.63	14	3	2	1	346.45	19	3	3	1	403.60
116.84	16	4	0	0	361.75	20	4	2	0	404.45
136.84	18	4	1	1	351.52	24	4	2	2	405.90
158.60	20	4	2	0	350.66	27	5	1	1	407.43

**Tabelle 2:** Parameter der Ausgleichsrechnung für die Metallprobe „Metall 3“.

Gittertyp	$m / \frac{\text{pm}}{1}$	$n / \text{pm}$
bcc	$-2 \pm 23$	$353 \pm 13$
fcc	$-20 \pm 4$	$409,6 \pm 2,0$

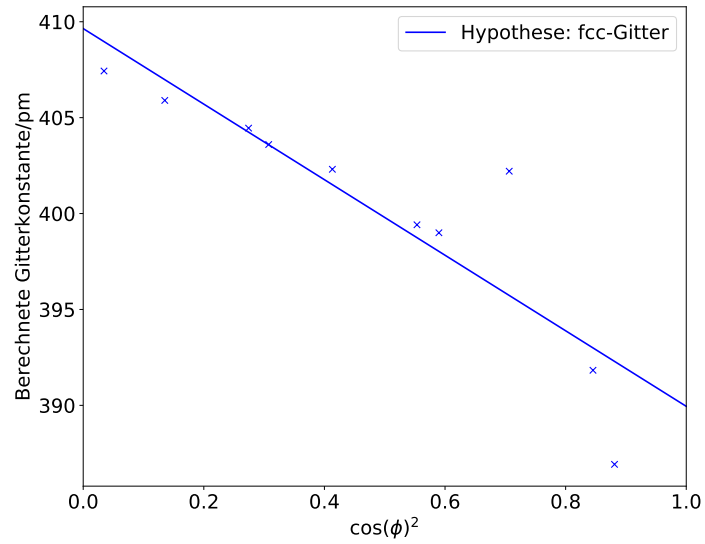


(a) Zur Position in Abbildung 6 korrespondierende Peaks.  
 (b) Gitterkonstante mit Ausgleichsrechnung. Die Position der Peaks wurde dafür invertiert, die einzelnen Hypothesen sind untenstehend in eigenen Grafiken zu finden.

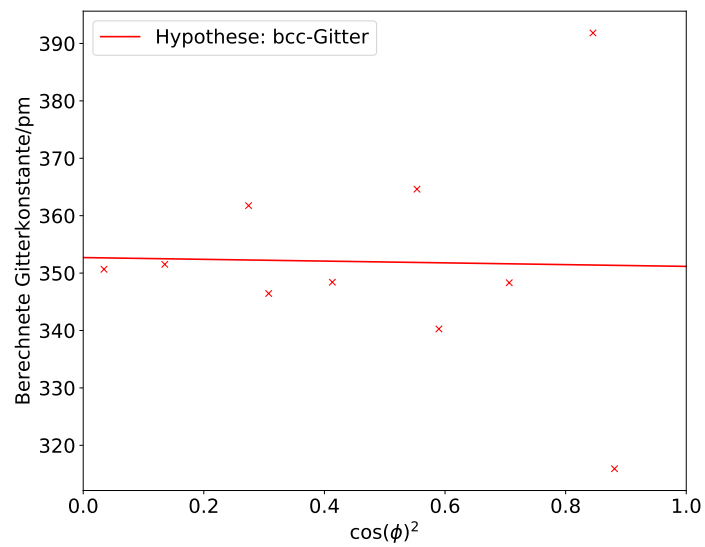
**Abbildung 7:** Grafiken für die Metallprobe „Metall 3“.

### 3.3 Salzprobe

Der Ausschnitt zwischen den Stanzungen des Films ist in Abbildung 9 zu sehen, die ausgelesenen Reflexe mit den zugeordneten Millerindizes für die Hypothesen verschiedener kubischer Gitterstruktur finden sich mit den entsprechend berechneten Gitterkonstanten in Tabelle 3 und Tabelle 4. Zusätzlich sind in Abbildung 10a die ausgelesenen Peaks eingezeichnet. Aufgrund der starken Belichtung des Films und der zusätzlichen Verunreinigung durch Streulicht war es nicht möglich, helle und dunkle Reflexe zu trennen. Weiter ist eine Ausgleichsrechnung mit einer linearen Funktion für beide Gittertypen in Abbildung 10b gezeigt, die einzelnen Grafiken finden sich in Abbildung 11a, Abbildung 11b, Abbildung 12b und Abbildung 12a. Die bestimmte Steigung  $m$  und der y-Achsenabschnitt  $n$  finden sich in Tabelle 5. Es zeigt sich, dass die Zinkblende-Typ Hypothese mit einer Gitterkonstante von  $(552 \pm 4)$  pm den geringsten Fehler aufweist.

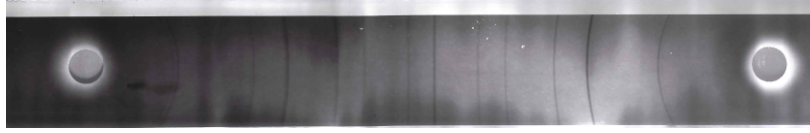


(a) Gitterkonstante mit Ausgleichsrechnung für die fcc-Struktur.



(b) Gitterkonstante mit Ausgleichsrechnung für die bcc-Struktur.

**Abbildung 8:** Einzelgrafiken für die Metallprobe „Metall 3“.



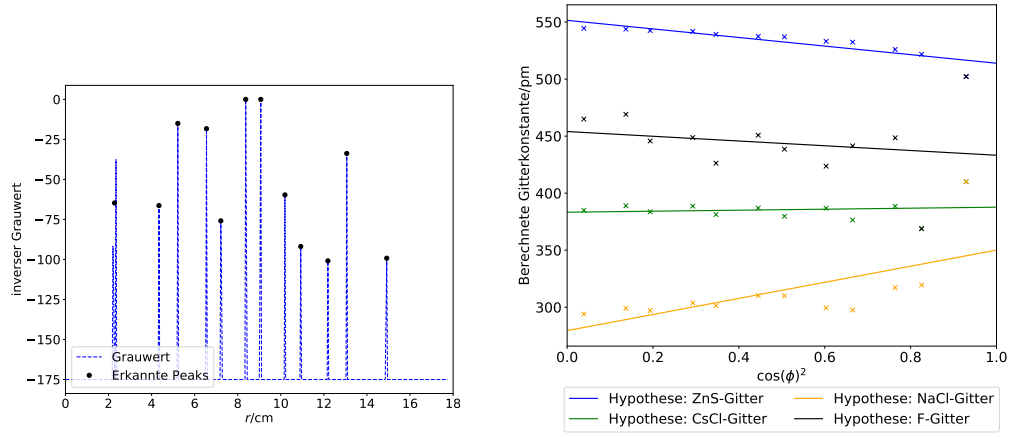
**Abbildung 9:** Filmaufnahme der Salzprobe „Salz 2“. Der Winkel  $0^\circ$  liegt in der rechten, der Winkel  $180^\circ$  in der linken Stanzung. Es ist ein deutlicher Verlauf von dunkel (links) nach hell (rechts) zu erkennen, der durch einfallendes Streulicht verursacht wurde.

**Tabelle 3:** Beugungsreflexe an der Salzprobe „Salz 2“ und zugeordnete Millerindizes und Gitterkonstanten für Zinkblende- und Cäsiumchlorid-Struktur

Winkel / $^\circ$	$n_{\text{ZnS}}^2$	$h_{\text{ZnS}}$	$k_{\text{ZnS}}$	$l_{\text{ZnS}}$	$a_{\text{ZnS}} / \text{pm}$	$n_{\text{CsCl}}^2$	$h_{\text{CsCl}}$	$k_{\text{CsCl}}$	$l_{\text{CsCl}}$	$a_{\text{CsCl}} / \text{pm}$
30.82	3	1	1	1	502.25	2	1	1	0	410.09
49.38	8	2	2	0	521.73	4	2	0	0	368.92
58.13	11	3	1	1	525.99	6	2	1	1	388.47
70.74	16	4	0	0	532.41	8	2	2	0	376.47
78.09	19	3	3	1	533.12	10	3	1	0	386.76
89.30	24	4	2	2	537.09	12	2	2	2	379.78
96.30	27	5	1	1	537.44	14	3	2	1	387.00
107.86	32	4	4	0	539.21	16	4	0	0	381.28
114.51	35	5	3	1	541.92	18	3	3	0	388.63
127.82	40	6	2	0	542.57	20	4	2	0	383.65
136.58	43	5	3	3	543.81	22	3	3	2	388.98
157.24	48	4	4	4	544.50	24	4	2	2	385.02

**Tabelle 4:** Beugungsreflexe an der Salzprobe „Salz 2“ und zugeordnete Millerindizes und Gitterkonstanten für NaCl- und Fluorid-Struktur.

Winkel / $^\circ$	$n_{\text{NaCl}}^2$	$h_{\text{NaCl}}$	$k_{\text{NaCl}}$	$l_{\text{NaCl}}$	$a_{\text{NaCl}} / \text{pm}$	$n_{\text{F}}^2$	$h_{\text{F}}$	$k_{\text{F}}$	$l_{\text{F}}$	$a_{\text{F}} / \text{pm}$
30.82	2	1	1	0	410.09	3	1	1	1	502.25
49.38	3	1	1	1	319.49	4	2	0	0	368.92
58.13	4	2	0	0	317.18	8	2	2	0	448.56
70.74	5	2	1	0	297.63	11	3	1	1	441.45
78.09	6	2	1	1	299.58	12	2	2	2	423.68
89.30	8	2	2	0	310.09	16	4	0	0	438.53
96.30	9	2	2	1	310.29	19	3	3	1	450.84
107.86	10	3	1	0	301.43	20	4	2	0	426.28
114.51	11	3	1	1	303.81	24	4	2	2	448.75
127.82	12	2	2	2	297.18	27	5	1	1	445.77
136.58	13	3	2	0	299.01	32	4	4	0	469.12
157.24	14	3	2	1	294.06	35	5	3	1	464.96

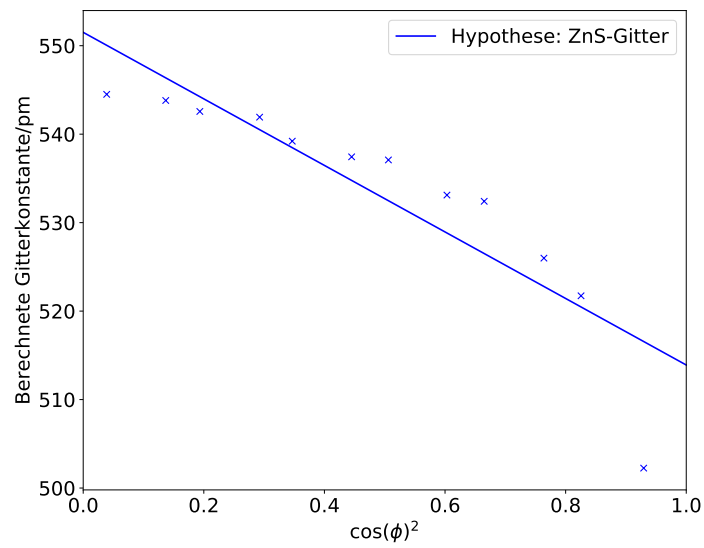


- (a) Zur Position in Abbildung 9 korrespondierende Peaks.  
 (b) Gitterkonstante mit Ausgleichsrechnung. Die Position der Peaks wurde dafür invertiert, die einzelnen Hypothesen sind untenstehend in eigenen Grafiken zu finden.

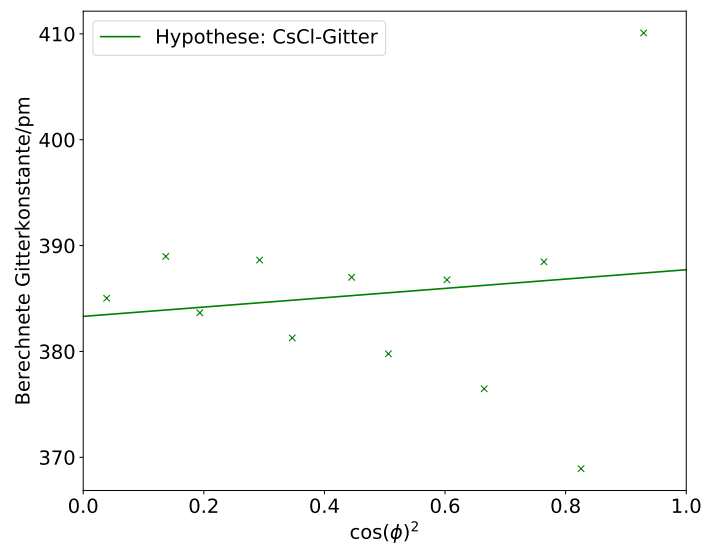
**Abbildung 10:** Grafiken für die Salzprobe „Salz 2“.

**Tabelle 5:** Parameter der Ausgleichsrechnung für die Salzprobe „Salz 2“.

Gittertyp	$m / \frac{\text{pm}}{1}$	$n / \text{pm}$
ZnS	$-40 \pm 6$	$552 \pm 4$
CsCl	$4 \pm 11$	$383 \pm 6$
NaCl	$71 \pm 27$	$280 \pm 15$
F	$-21 \pm 34$	$454 \pm 19$

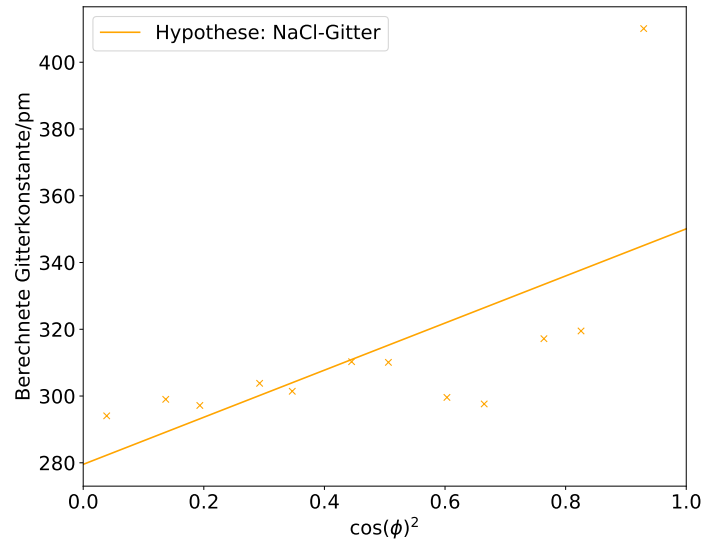


(a) Gitterkonstante mit Ausgleichsrechnung für die Zinkblende-Struktur.

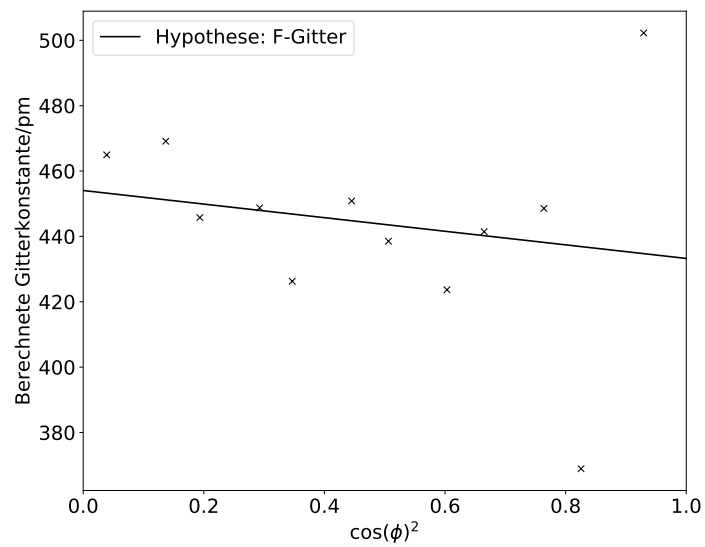


(b) Gitterkonstante mit Ausgleichsrechnung für die Cäsiumchlorid-Struktur.

**Abbildung 11:** Einzelgrafiken für die Salzprobe „Salz 2“.



(a) Gitterkonstante mit Ausgleichsrechnung für die NaCl-Struktur.



(b) Gitterkonstante mit Ausgleichsrechnung für die Fluorit-Struktur.

**Abbildung 12:** Einzelgrafiken für die Salzprobe „Salz 2“.

## 4 Diskussion

Die Metallprobe zeigt gut auszuwertende Ergebnisse. Aufgrund der guten Abschirmung und der geringeren Belichtungsdauer als bei der Salzprobe können alle Reflexe gut beobachtet werden. Mit einer Gitterkonstante von  $(409,6 \pm 2,0)$  pm bewegt sich das Analyseergebnis in einem für Metalle typischen Bereich. Insbesondere der sehr geringe Fehler weist auf eine genaue Bestimmung hin. Innerhalb der Fehlertoleranz des Messwertes liegt das in fcc-Struktur kristallisierende Silber mit einer Gitterkonstante von 409 pm[6]. Die Zuordnung erscheint auch wegen der gräulich-silbrigen Erscheinung der Probe als sinnvoll.

Auch die saline Probe liegt mit einer Gitterkonstante von  $(552 \pm 4)$  pm in einer passenden Größenordnung. Insbesondere der Namensgeber der ZnS-Struktur, das Znksulfid oder auch Zinkblende, liegt mit einer Gitterkonstante von 541 pm[6] innerhalb einer  $3\sigma$ -Umgebung des bestimmten Wertes. Hierbei ist auch das Aussehen der Probe als weißes Pulver passend. Problematisch gestaltete sich bei der salinen Probe die starke Verunreinigung durch eingedrungenes Streulicht. Dadurch wird insbesondere die Erkennung schwacher Reflexe schwierig und die Gefahr, schwache Reflexe zu übersehen steigt. Für ein sichereres Ergebnis ist die Messung daher mit verbesserter Streulichtabschirmung zu wiederholen.



## Literatur

- [1] Physikalisches Praktikum der TU Dortmund. *V41: Debye-Scherrer-Aufnahmen*. Abgerufen am 22. Oktober 2018. URL: <http://129.217.224.2/HOME/PAGE/PHYSIKER/MASTER/SKRIPT/V41.pdf>.
- [2] Caroline A. Schneider, Wayne S. Rasband und Kevin W. Eliceiri. „NIH Image to ImageJ: 25 years of image analysis“. In: *Nature Methods* 9 (Juni 2012), 671 EP -. URL: <https://doi.org/10.1038/nmeth.2089>.
- [3] Python Software Foundation. „Python“. Version 3.6.3. In: (2017). URL: <http://python.org/>.
- [4] Wes McKinney. „Data Structures for Statistical Computing in Python“. In: *Proceedings of the 9th Python in Science Conference*. Hrsg. von Stéfan van der Walt und Jarrod Millman. 2010, S. 51–56.
- [5] Eric Jones, Travis E. Oliphant, Pearu Peterson u. a. *SciPy: Open source scientific tools for Python*. Version 0.16.0. URL: <http://www.scipy.org/>.
- [6] Neil W. Ashcroft und N. David Mermin. *Festkörperphysik*. Oldenburg Wissenschaftsverlag GmbH, 2005, S. 89–101.