

V 41

## **Debye-Scherrer Versuch**

Marius Hötting  
Marius.Hoetting@udo.edu

Hubertus Kaiser  
Hubertus.Kaiser@udo.edu

Durchführung: 14.05.2018

Abgabe: 05.06.2018

TU Dortmund – Fakultät Physik

# Inhaltsverzeichnis

<b>1 Zielsetzung</b>	<b>3</b>
<b>2 Theorie</b>	<b>3</b>
2.1 Grundlagen zur Kristallstrukturen . . . . .	3
2.2 Elementarzelle . . . . .	4
2.3 Kristalline Strukturen . . . . .	4
2.3.1 Kubische Gitterstrukturen . . . . .	4
2.4 Millersche Indices . . . . .	6
2.5 Beugung von Röntgenstrahlung an Kristallen . . . . .	6
<b>3 Fehlerrechnung</b>	<b>8</b>
<b>4 Versuchsaufbau</b>	<b>9</b>
<b>5 Durchführung</b>	<b>10</b>
<b>6 Auswertung</b>	<b>11</b>
6.1 Allgemeine Auswertung der Filmstreifen . . . . .	11
6.2 Metallprobe 9 . . . . .	11
6.3 Salzprobe 5 . . . . .	13
<b>7 Diskussion</b>	<b>18</b>
<b>Literatur</b>	<b>19</b>

# 1 Zielsetzung

Ziel des Versuches ist es, mit Hilfe der Debye-Scherrer Methode, Eigenschaften über Strukturen von Metallen und Salzen zu ermitteln. Innerhalb dieses Versuches wird mittels der Debye-Scherrer Aufnahmen Rückschlüsse über die Netzebenenabstände und die Struktur der Elementarzellen geschlossen.

## 2 Theorie

Die zu untersuchende Materie weist kristalline Strukturen auf, sodass zuerst innerhalb der Theorie auf die verschiedenen Kristallstrukturen eingegangen wird.

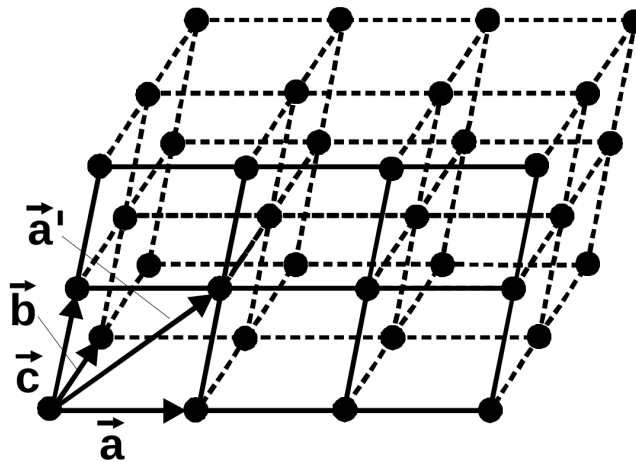
### 2.1 Grundlagen zur Kristallstrukturen

Kristalle bestehen aus einer periodisch angeordneten Basis, welche für verschiedene Kristalle aus einem oder mehreren Atomen bestehen kann. Die Form und die periodische Anordnung im Raum legen fest, was für eine Kristallstruktur vorliegt.

Durch die Translation im Raum entsteht ein Gitter aus Basisvektoren, welches eine Linearkombination  $\vec{l}$  der möglichen fundamentalen Translationen in jede Richtung des Raums ist

$$\vec{l} = n_1 \vec{a} + n_2 \vec{b} + n_3 \vec{c}.$$

Die Faktoren  $n_1 - n_3$  Abbildung 1 stellt eine mögliche Anordnung eines Gitters mit einer



**Abbildung 1:** Eines Gitters mit verschiedenen Gitterpunkten und deren mögliche Verschiebung durch den Translationsvektor  $\vec{l}$  [5].

einatomigen Basis dar (Punktgitter). Jeder Punkt des Gitters kann von jedem Punkt durch die Linearkombination  $\vec{l}$  erreicht werden.

## 2.2 Elementarzelle

Eine Elementarzelle definiert die kleinste Einheit einer Kristallstruktur. Es wird zwischen primitiven Einheitszellen und Einheitszellen mit mehreren Atomen (z.B. Salze) unterschieden. Im Fall einer primitiven Einheitszelle liegt auf jeder Ecke der Einheitszelle das selbe Atome. Das heißt die Gitterpunkte bilden gleichzeitig auch das Kristallgitter. In der Abbildung 2 ist eine kubisch primitive Einheitszelle dargestellt, einer der Eckpunkte kann als primitive Einheitszelle festgelegt werden.

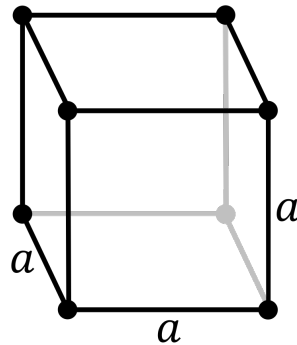


Abbildung 2: Kubisch primitives Gitter[5].

Nicht jedes Gitter kann durch primitive Einheitszellen aufgebaut werden. Diese Einheitszellen besitzen mehreren Atomen wie z.B. NaCl besteht die Einheitszelle aus  $\text{Na}^+$  und  $\text{Cl}^-$  Ionen.

## 2.3 Kristalline Strukturen

Die mögliche Anzahl an Gitterstrukturen ist drei Dimensionen beschränkt und wird durch die 14 Bravais-Gitter wiedergegeben. Diese lassen sich anhand Einheitszellen in sieben verschiedene Gittertypen einordnen. Im folgenden wird auf die kubischen Gitterstrukturen weiter eingegangen.

### 2.3.1 Kubische Gitterstrukturen

Die kubische Gitterstruktur wird innerhalb des Bravais-Gitter ins drei verschiedene Gittersysteme aufgeteilt. Das kubisch primitive Gitter, vgl. Abbildung 2, dem kubisch flächenzentrierten Abbildung 3 und dem kubisch raumzentrierten Gitter ,vgl Abbildung 3.

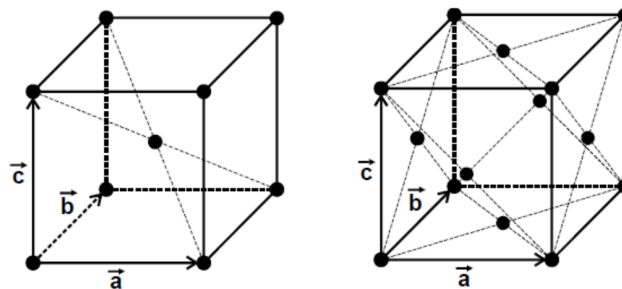


Abbildung 3: Abbildung eines bcc-Gitters (links) und eines fcc-Gitters[5].

Das kubisch primitive Gitter besitzt wie in Kapitel 2.2 erwähnt eine primitive Einheitszelle mit einem Atom in einer der Würfecken. Wenn man dieses als Koordinaten der Punkte der Basis schreibt, erhält man für die primitive Einheitszelle:

$$(0, 0, 0).$$

Das kubisch raumzentrierte Gitter besitzt eine Basis mit 2 Atomen, eines in der Würfecke und eines in der Mitte jedes Würfels. Schreibt man die Koordinaten dieser Basis auf so ergibt sich:

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

Das kubisch flächenzentrierte Gitter ist das komplexeste der drei kubischen Bravais-Gitter. Dieses besitzt auf jeder der sechs Würfelseiten ein weiteres Atom. Die damit verbundene Basis hat 4 Atome. Weißt man ihnen Koordinaten zu so ergibt sich für diese Basis:

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

Innerhalb des Versuches werden die Proben auf verschiedene kubische Strukturen untersucht, welche sich aus mehreren kubischen Bravais-Gitter zusammensetzen. Die Diamantstruktur lässt sich auf zwei kubisch flächenzentrierten Gitter zusammensetzen, wobei das zweite kubisch flächenzentrierte Gitter um  $\frac{1}{4}$  in einer raumdiagonalen verschoben ist. Die daraus folgende Basis besitzt 8 Atome. Die ersten 4 sind die des einfach flächenzentrierten kubischen Gitters:

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

Die weiteren 4 sind die jeweils um die raumdiagonalen verschobenen Atome:

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

Die Zinkblende-Struktur ist ähnlich zur Diamantstruktur, nur dass diese aus Zink und Schwefel Atomen besteht. Jedes der beiden Untergitter ist mit ausschließlich Schwefel oder Zink Atomen besetzt.

Bei der Steinsalz-Struktur besteht das Gitter aus zwei versetzten kubisch-flächenzentrierten kubischen Gittern, welche um eine halbe Raumdiagonale verschoben sind. Die Positionen der Atome einer Einheitszelle liegen bei:

$$A : (0, 0, 0), \quad \left(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, 0\right), \quad \left(\frac{1}{2}, 0, \frac{1}{2}\right), \quad \left(0, \frac{1}{2}, \frac{1}{2}\right) \quad (1)$$

$$B : \left(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, \frac{1}{2}\right), \quad (1, 1, \frac{1}{2}), \quad (1, \frac{1}{2}, 1), \quad \left(\frac{1}{2}, 1, 1\right) \quad (2)$$

Die Gitterstruktur von Cäsiumchlorid besteht ebenfalls aus zwei unterschiedlichen kubisch-primitiven Gittern, welche ebenfalls um eine halbe Raumdiagonale verschoben sind. Die Positionen der zweiatomigen Basis aus Cäsium und Chlor liegen bei:

$$A : (0, 0, 0) \quad (3)$$

$$B : \left(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, \frac{1}{2}\right) \quad (4)$$

## 2.4 Millersche Indices

Die Millerschen Indices dienen dazu eine Netzebene eines Kristalles und deren Lage Raum genauer zu beschreiben. Die Millerschenindices bestehen aus einem Zahletripel (h,k,l). Jeder dieser Indices gibt den reziproken Werte der Schnittpunkte der Netzebene mit den Achsenabschnitten. Mit den Millerschen Indices lässt sich der Netzaabstand zweier Ebenen berechnen. Die Netzebenen die parallel zueinander liegen bilden eine Netzebenenchar. Der Abstand zweier Netzebenen lässt sich durch die Millerschen Indices ausdrücken:

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

Für die kubischen Gitterstrukturen vereinfacht sich der allgemeine Zusammenhang zu:

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

## 2.5 Beugung von Röntgenstrahlung an Kristallen

Trifft Röntgenstrahlung auf ein Kristall, beziehungsweise auf die Elektronen und die Atome, so kann die Wechselwirkung als ein klassischer Streuprozess aufgefasst werden. Die innerhalb des Streuprozesses angeregten geladenen Teilchen emittieren Strahlung, wobei in Abhängigkeit des Kristallgitters bestimmte Interferenzeffekte auftreten. Die Schwingungen der angeregten geladenen Teilchen können als Hertzscher Dipol aufgefasst werden. Aufgrund der Eigenschaften des Hertzschen Dipol kann ein Zusammenhang zwischen der Intensität der emittierten Strahlung und der Masse  $m$  des schwingenden Teilchens angegeben werden:

$$I \approx \frac{1}{m^2}$$

Der naive Ansatz ist, dass die emittierte Strahlung des Atoms  $I_a$  proportional zur Ordnungszahl  $z$  ist. Da die Elektronenhülle der Atome eine endliche Ausdehnung besitzt und es somit zu einer Phasendifferenz, zwischen Elektronen die an "Anfang" und "Ende" der Elektronenhülle wechselwirken, kommt es zu einer sinkenden Intensität. Dieser Effekt wird durch den Atomformfaktor  $f$ , welcher materialabhängig ist, beschrieben. Die Intensität  $I_a$  verglichen mit der Intensität, welche durch eine Streuung an einem einzelnen Elektron entsteht, ergibt:

$$f^2 \left( \frac{\sin \theta}{\lambda} Z \right) = \frac{I_a}{I_e} \quad (6)$$

Der Atomformfaktor hängt vom Winkel  $\theta$ , der Ordnungszahl  $z$  und der Wellenlänge  $\lambda$  ab, Ziel nun die Berechnung der Phasendifferenz zweier Wellen, welche an unterschiedlichen Orten gestreut werden. In der Abbildung 4 ist eine schematische Skizze zur Berechnung der Phasendifferenz dargestellt. Für die einfallenden ( $|\vec{k}|$ ) und gestreuten Wellenvektoren  $|\vec{k}_0|$  gilt:

$$|\vec{k}| = |\vec{k}_0| = \frac{1}{\lambda} \quad (7)$$

Mit Hilfe des Wellenvektors lässt sich der Gangunterschied  $\Delta s$  zwischen zwei Wellen, welche an den Punkten 0 und P gestreut werden, berechnen

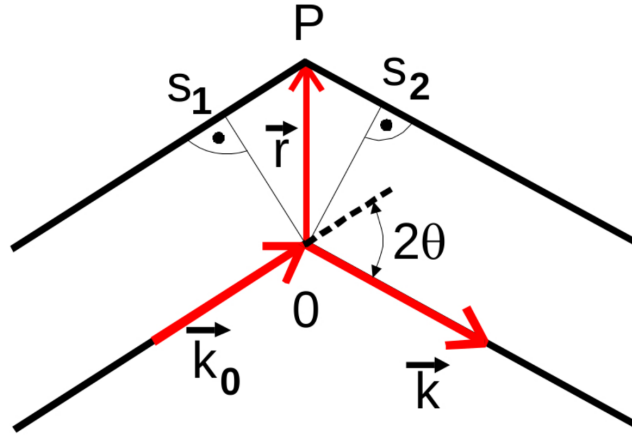


Abbildung 4: Skizze zur Berechnung der Phasendifferenz[5].

$$\Delta s = s_1 + s_2 = \vec{r} \cdot \left( \frac{\vec{k}}{k} - \frac{\vec{k}_0}{k_0} \right). \quad (8)$$

Damit folgt für die Phasendifferenz  $\Delta\Phi$ :

$$\Delta\Phi = 2\pi \frac{\Delta s}{\lambda} = 2\pi \vec{r} \cdot (\vec{k} - \vec{k}_0). \quad (9)$$

Die Streuamplitude, welche nachher für die Ringe auf den Debye-Scherrer Aufnahmen verantwortlich sind, ergeben sich wenn über alle Positionen der Atome  $r_i$  innerhalb einer Einheitszelle summiert wird

$$A = \sum_j f_j e^{-2\pi i \vec{r}_j \cdot (\vec{k} - \vec{k}_0)} I_e = \sum_j f_j e^{-2\pi i (x_j \vec{a} + y_j \vec{b} + z_j \vec{c}) \cdot (\vec{k} - \vec{k}_0)} I_e \quad (10)$$

Gegeben sei die Bragg Bedingung:

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (11)$$

Für den reziproken Raum gilt analog die Laue Bedingung:

$$\vec{g} = \vec{k} - \vec{k}_0 = h\vec{A} + k\vec{B} + l\vec{C} \quad (12)$$

mit

$$\begin{aligned} \vec{A} &= \frac{\vec{b} \times \vec{c}}{\vec{a}(\vec{b} \times \vec{c})} \\ \vec{B} &= \frac{\vec{c} \times \vec{a}}{\vec{a}(\vec{b} \times \vec{c})} \\ \vec{C} &= \frac{\vec{a} \times \vec{b}}{\vec{a}(\vec{b} \times \vec{c})} \end{aligned}$$

Die Streuamplitude  $S$  ergibt sich mit Hilfe der Gleichungen (9) und (11):

$$S = \sum_j f_j e^{-2\pi i \vec{r}_j \cdot \vec{g}} = \sum_j f_j e^{-2\pi i (x_j h + y_j k + z_j l)} \quad (13)$$

Die Streuamplitude ( $S(h, k, l)$ ) hängt nun von den Millerschen Indices  $h, k, l$  ab, das heißt es lässt sich für die Netzeben berechnen, ob ein Reflex sichtbar ist oder nicht.

### 3 Fehlerrechnung

Dieses Kapitel listet kurz und bündig die benötigten und aus den Methoden der Statistik bekannten Formeln für die Fehlerrechnung auf. Die Schätzung der Standardabweichung ist

$$\Delta X = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2} . \quad (14)$$

Der Mittelwert ist

$$\bar{X} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n X_i \quad (15)$$

Der Fehler des Mittelwertes ist

$$\Delta \bar{X} = \sqrt{\frac{1}{n(n-1)} \sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2} . \quad (16)$$

Für fehlerbehaftete Größen, die auch in folgenden Formeln verwendet werden, muss die Fehlerfortpflanzung nach Gauß berücksichtigt werden.

$$\Delta f = \sqrt{\sum_{i=1}^n \left( \frac{\partial f}{\partial X_i} \right)^2 \cdot (\Delta X_i)^2} \quad (17)$$

Bei der linearen Regressionsrechnung sind die Parameter  $m$  und  $b$  der Ausgleichsgerade  $y = mx + b$  wie folgt gegeben:

$$m = \frac{\overline{xy} - \bar{x} \cdot \bar{y}}{\overline{x^2} - \bar{x}^2} \quad b = \bar{y} - m\bar{x} . \quad (18)$$

Dabei sind  $x_i$  und  $y_i$  linear abhängige Messgrößen. Der Fehler dieser Parameter wiederum errechnet sich aus

$$\sigma_m^2 = \frac{\sigma^2}{n(\overline{x^2} - \bar{x}^2)} \quad \sigma_b^2 = \frac{\sigma^2 \bar{x}^2}{n(\overline{x^2} - \bar{x}^2)} . \quad (19)$$

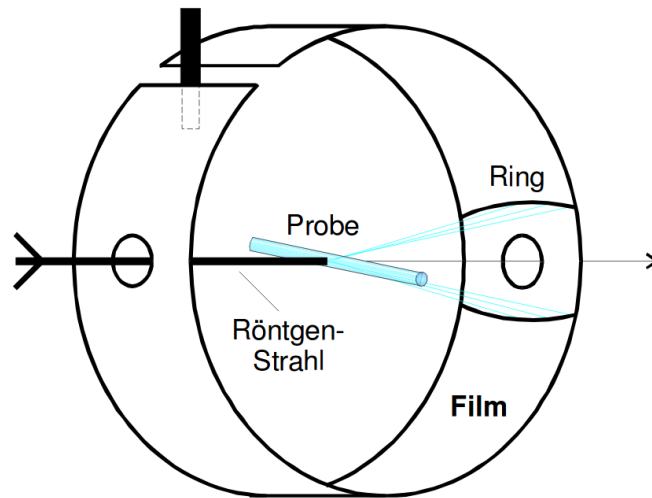
Relative Abweichungen einer Messgröße  $x$  gegenüber Literaturwerten  $x_{\text{Lit}}$  werden nach der Vorschrift

$$R_x = \frac{x - x_{\text{Lit}}}{x_{\text{Lit}}} \quad (20)$$

berechnet.



## 4 Versuchsaufbau



**Abbildung 5:** Skizzenhafter Aufbau zu Aufnahme der Filme mittels Debye-Scherrer Methode[5].

Mithilfe des Debye-Scherrer-Verfahrens wird experimentell die Struktur eines Kristalls bestimmt. Der zylindrische Stab, welcher mit einer pulverisierten Probe gleichmäßig beschichtet ist, wird mittig mit monochromatischen Röntgenstrahlen belichtet. Während der Bestrahlung setzt ein Motor die Probe in ihrer Längsachse in Rotation. Bei der Belichtung ist es äußerst wahrscheinlich, dass sich einige Kristalle in der Reflexionsstellung befinden, weil die Probe in pulverisierter, kristalliner Form vorliegt ist die Ausrichtung der Kristallpartikel über den gesamten Raumwinkel verteilt. Die monochromatische Röntgenstrahlung trifft auf die zylindrische angeordnete Probe und wird durch verschiedene Netzscharen  $h,k,l$  um den Winkel  $2\theta$  abgelenkt. Der Filmstreifen hinter dem zylindrischen Stab dient zum Nachweis der gebeugten Röntgenstrahlen. Die Probe rotiert, um eine bessere Mittelung aller Reflexionen zu erhalten.

## 5 Durchführung

Der zylindrische Stab wird zuerst mit einer gleichmäßigen Schicht Vaseline bestrichen. Die verwendeten Proben sind unbekannte Metalle oder Salze. Die Probe wird in pulverisierter Form auf in einer möglichst ebenen Schicht auf den Stab aufgetragen. Es ist eine möglichst große Menge der Probe gleichmäßig auf dem Stab zu verteilen. Im nächsten Schritt wird der Stab in die Versuchsanordnung eingespannt, sodass die Röntgenstrahlen mittig auf den Stab treffen. Hierbei ist ein besonderes Augenmerk auf die Justierung zu legen. Anschließend wird unter Rotlicht zwei Löcher in den Filmstreifen gestanzt und in die Apparatur eingespannt. Danach wird das Metall 2 Stunden und das Salz 4 Stunden mit monochromatischen Röntgenstrahlen bestrahlt. Zum Schluss wird der Filmstreifen entsprechend der Anleitung im Fotolabor entwickelt.

## 6 Auswertung

Sämtliche im Folgenden durchgeführten Ausgleichsrechnungen werden mit der *curve fit* Funktion aus dem für *Python* geschriebenen package *NumPy*[3] durchgeführt. Fehlerrechnungen werden mit dem für *Python* geschriebenen package *Uncertainties*[4] ausgeführt.

### 6.1 Allgemeine Auswertung der Filmstreifen

Zur Auswertung wird der Nullpunkt in die Mitte des linken ausgestanzten Loches gesetzt, da in diesem Punkt der Strahl die Kamera verlässt. Somit entspricht der Abstand zwischen beiden ausgestanzten Löchern einem Winkel von  $\theta = 90^\circ$ . Der Abstand der Streifen zum Nullpunkt werden mit einem Geodreieck vermessen und mit der Beziehung

$$\theta = \frac{s}{2R} \quad (21)$$

in den Beugungswinkel überführt. Dabei beschreibt  $s$  den Abstand des auftretenden Reflex zum Nullpunkt und  $R = 5,73 \text{ cm}$  den Radius der verwendeten Kamera. Aufgrund der Fehleranfälligkeit beim ablesen, wird auf jeden Reflex eine Unsicherheit  $\Delta s = 1 \text{ mm}$  angenommen.

### 6.2 Metallprobe 9

Die im vorherigen Kapitel beschriebenen Messgrößen und der Netzebenenabstand  $d$ , welcher mit der Bragg-Bedingung (11) bestimmt wird, sind in Tabelle 1 für die verwendete Metallprobe 9 zusammengefasst. Die letzten beiden Einträge in der Tabelle stehen aus einer Ringaufspaltung.

**Tabelle 1:** Messdaten der Metallprobe.

$s / \text{cm}$	$\theta$	$d / \text{\AA}$
$4,0 \pm 0,1$	$0,349 \pm 0,009$	$2,25 \pm 0,05$
$5,7 \pm 0,1$	$0,497 \pm 0,009$	$1,62 \pm 0,03$
$7,1 \pm 0,1$	$0,620 \pm 0,009$	$1,33 \pm 0,02$
$8,4 \pm 0,1$	$0,733 \pm 0,009$	$1,15 \pm 0,01$
$9,6 \pm 0,1$	$0,838 \pm 0,009$	$1,037 \pm 0,008$
$10,9 \pm 0,1$	$0,951 \pm 0,009$	$0,947 \pm 0,006$
$12,2 \pm 0,1$	$1,065 \pm 0,009$	$0,881 \pm 0,004$
$13,8 \pm 0,1$	$1,204 \pm 0,009$	$0,826 \pm 0,003$
$16,2 \pm 0,1$	$1,414 \pm 0,009$	$0,780 \pm 0,001$
$16,4 \pm 0,1$	$1,435 \pm 0,009$	$0,7795 \pm 0,0009$

Bei der Betrachtung der Netzebenenabstände  $d$  für die Ringaufspaltung, ist zu erkennen, dass sich diese erst in der dritten Nachkommastelle unterscheiden. Zudem liegt der eine Wert im Fehlerintervall des anderen und umgekehrt. Aufgrund dessen werden im Folgenden die beiden Abstände gemittelt und mit der mittleren Wellenlänge der  $K_\alpha$ -Linie ein gemittelter Netzebenenabstand berechnet.

Zur Bestimmung der Kristallstruktur wird das Verhältnis

$$\frac{d_1}{d_i} = \frac{m_i}{m_1} \quad (22)$$

verwendet, wobei gilt  $m = \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$ . Dadurch erfolgt ein Vergleich der Theorie (rechte Seite) mit den experimentell bestimmten Werten (linke Seite). In Tabelle 2 sind die ersten neun Reflexe der Kristallstrukturen simple-cubic (sc), body centered cubic (bcc), face centered cubic (fcc) und Diamant aufgelistet. Zudem wird das in Gleichung 22 beschriebene Verhältnis gebildet, um dieses mit der Probe zu vergleichen.

**Tabelle 2:** Vergleich der Verhältnisse für die Metallprobe.

sc	$\left(\frac{m_i}{m_1}\right)_{sc}$	bcc	$\left(\frac{m_i}{m_1}\right)_{bcc}$	fcc	$\left(\frac{m_i}{m_1}\right)_{fcc}$	diamant	$\left(\frac{m_i}{m_1}\right)_{dia}$	$\frac{d_1}{d_i}$
100	1,00	110	1,00	111	1,00	111	1,00	1,0 $\pm$ 0
110	1,41	200	1,41	200	1,15	220	1,63	1,40 $\pm$ 0,04
111	1,73	211	1,73	220	1,63	311	1,91	1,70 $\pm$ 0,05
200	2,00	220	2,00	311	1,91	400	2,31	1,96 $\pm$ 0,05
210	2,24	310	2,24	222	2,00	331	2,52	2,17 $\pm$ 0,05
211	2,45	222	2,45	400	2,31	422	2,83	2,38 $\pm$ 0,06
220	2,83	321	2,65	331	2,52	333	3,00	2,56 $\pm$ 0,06
221	3,00	400	2,83	420	2,58	440	3,27	2,73 $\pm$ 0,07
310	3,16	330	3,00	422	2,83	531	3,42	2,89 $\pm$ 0,07

Anhand der absoluten Zahlen kann zunächst die Aussage getroffen werden, dass die Diamantstruktur nicht der gesuchten Kristallprobe entspricht. Um die anderen Strukturen bewerten zu können, wird in Tabelle 3 die absolute Abweichung in Prozent angegeben.

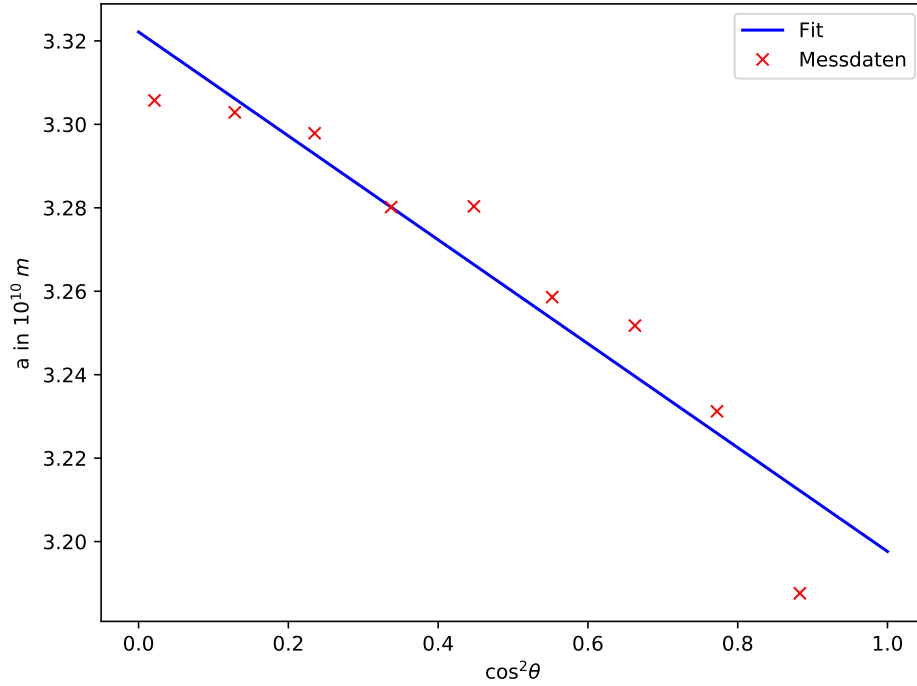
**Tabelle 3:** Vergleich der Verhältnisse mit zusätzlicher Abweichung.

$\left(\frac{m_i}{m_1}\right)_{sc}$	$ Abw_{sc}  / \%$	$\left(\frac{m_i}{m_1}\right)_{bcc}$	$ Abw_{bcc}  / \%$	$\left(\frac{m_i}{m_1}\right)_{fcc}$	$ Abw_{fcc}  / \%$	$\frac{d_1}{d_i}$
1,00	0,00	1,00	0,00	1,00	0,00	1,0 $\pm$ 0
1,41	1,37	1,41	1,37	1,15	17,23	1,40 $\pm$ 0,04
1,73	2,01	1,73	2,01	1,63	3,82	1,70 $\pm$ 0,05
2,00	2,23	2,00	2,23	1,91	2,12	1,96 $\pm$ 0,05
2,24	2,91	2,24	2,91	2,00	7,95	2,17 $\pm$ 0,05
2,45	2,90	2,45	2,90	2,31	2,98	2,38 $\pm$ 0,06
2,83	10,60	2,65	3,46	2,52	1,59	2,56 $\pm$ 0,06
3,00	9,90	2,83	3,62	2,58	5,41	2,73 $\pm$ 0,07
3,16	9,32	3,00	3,71	2,83	2,22	2,89 $\pm$ 0,07

Zu beobachten ist, dass die bcc-Kristallstruktur kontinuierlich nur geringe Abweichungen unter 4 % aufweist. Somit wird angenommen, dass die Probe eine bcc-Struktur besitzt.

Desweiteren ist die Gitterkonstante  $a$  der Probe zu bestimmen. Diese wird nach Gleichung (5) berechnet und in Abbildung 6 gegen  $\cos^2(\theta)$  aufgetragen. Durch die verwendete lineare Ausgleichsrechnung

$$a(\cos(\theta)) = b \cos^2(\theta) + c \quad (23)$$



**Abbildung 6:** Messdaten und Fitergebnis.

systematischen Fehler korrigiert. Die resultierenden Fitparamter lauten:

$$b = (-0,125 \pm 0,016) \text{ \AA} \quad (24)$$

$$c = (3,3221 \pm 0,0084) \text{ \AA} \quad (25)$$

Die Gitterkonstante und die vorliegende bcc-Struktur weist nach [2] auf Niob hin. Die Abweichung zur der in der Literatur angegebenen Gitterkonstante  $a = 3,30 \text{ \AA}$  beträgt  $(1,038 \pm 0,005) \%$ .

### 6.3 Salzprobe 5

Die Salzprobe muss eine Gitterstruktur aufweisen, die aus zwei verschiedenen Atomen besteht. Nach [5] werden somit die Zinkblenden-, die Steinsalz, Cäsiumchlorid- und Fluoritstruktur im folgenden untersucht. Dafür werden mit Gleichung (13) alle aufkommenden Reflexe ermittelt. Da das Material unbekannt ist, lässt sich keine Aussagen über den Atomformfaktor  $f$  treffen. Aus diesem Grund werden die beiden jeweiligen Untergitter der zuvor genannten Gitterstrukturen untersucht. Tritt also ein Reflex in einem der Untergitter auf, wird dieser zu den Reflexen der Gesamtstruktur hinzugezählt. Diese Methode funktioniert nicht bei der Cäsiumchlorid-Struktur, da dessen Elementarzelle nur zwei Atome besitzt und zusätzlich einer der Koordinaten  $(0,0,0)$  ist. Somit würde bei jeder Kombination von Millerindizes ein Reflex entstehen. Deshalb wird zur Vereinfachung angenommen:

$$f_1 \approx f_2 \quad (26)$$

Die auf dem Filmstreifen vermessenen Reflexe, die sich daraus ergebenen Winkel  $\theta$  und die Netzebenenabstände sind in Tabelle 4 aufgelistet.

**Tabelle 4:** Messdaten der Salzprobe.

$s / \text{cm}$	$\theta$	$d / \text{\AA}$
2,8	0,2	3,24
3,9	0,3	2,31
4,8	0,4	1,90
6,3	0,5	1,48
7,0	0,6	1,34
8,3	0,7	1,16
8,9	0,8	1,10
9,6	0,8	1,04
10,2	0,9	0,99
11,6	1,0	0,91
12,2	1,1	0,88
14,9	1,3	0,80
16,5	1,4	0,78

Zur Auswertung wird für jeweils alle dreizehn Reflexe auf dem Filmstreifen und alle möglichen Millerindizes die Gitterkonstante  $a$  berechnet. Stimmt die angenommene Gitterstruktur mit der Gitterstruktur der Probe überein, ist die Gitterkonstante  $a$  in einer Diagonale durchgehend zu finden. Da die Zinkblenden-, die Steinsalz und Fluoritstruktur die gleichen Reflexe aufweisen, sind diese zusammen in Abbildung 7 und die Cäsiumchloridstruktur in Abbildung 8 dargestellt.

Bei dem Vergleich von Abbildung 7 und 8 ist zuerkennen, dass die Salzprobe eine Cäsiumchloridstruktur besitzt. Zur Korrektur der systematischen Fehler wird erneut die Gitterkonstante  $a$  gegen  $\cos^2 \theta$  aufgetragen und eine lineare Ausgleichsrechnung (23) vorgenommen. Es ist anzumerken, dass der in Abbildung 9 grün markierte Messwert nicht in die lineare Ausgleichsrechnung eingeht.

Die Ergebnisse der Fitparameter lauten:

$$b = (-0,050 \pm 0,019) \text{\AA} \quad (27)$$

$$c = (4,672 \pm 0,011) \text{\AA} \quad (28)$$

Somit ist  $a = (4,672 \pm 0,011) \text{\AA}$  die experimentell bestimmte Gitterkonstante für die Salzprobe 5.

Die experimentell bestimmte Gitterkonstante  $a$  und die Cäsiumchloridstruktur weisen nach [1] auf Cäsiumiodid hin. Die Abweichung bzgl. zum Literaturwert von  $a = 4,56 \text{\AA}$  ergibt somit eine Abweichung von 2,46 %.

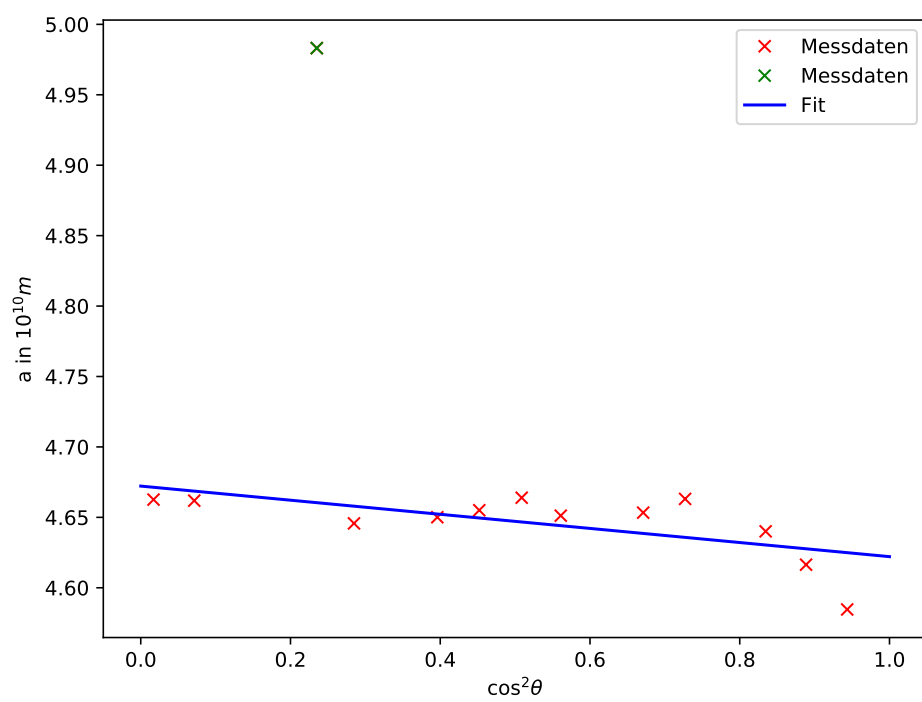
h	k	l	a1	a2	a3	a4	a5	a6	a7	a8	a9	a10	a11	a12	a13
1	1	0	4.5846	3.2643	2.6789	2.0854	1.8997	1.6444	1.6444	1.5546	1.4721	1.4021	1.2885	1.2458	1.1307
2	0	0	6.4836	4.6164	3.7886	2.9492	2.6866	2.3256	2.3256	2.1986	2.0818	1.9828	1.8222	1.7618	1.5990
2	1	1	7.9408	5.6539	4.6401	3.6120	3.2904	2.8483	2.8483	2.6927	2.5497	2.4284	2.2317	2.1578	1.9584
2	2	0	9.1692	6.5286	5.3579	4.1708	3.7994	3.2889	3.2889	3.1093	2.9441	2.8041	2.5770	2.4916	2.1980
3	1	0	10.2515	7.2992	5.9903	4.6631	4.2479	3.6771	3.6771	3.4763	3.2916	3.1351	2.8812	2.7857	2.4574
2	2	2	11.2299	7.9958	6.5620	5.1082	4.6533	4.0281	4.0281	3.8081	3.6058	3.4343	3.1561	3.0515	2.6920
3	2	1	12.1297	8.6365	7.0878	5.5174	5.0262	4.3508	4.3508	4.1132	3.8947	3.7095	3.4090	3.2960	2.9076
4	0	0	12.9672	9.2328	7.5772	5.8984	5.3732	4.6512	4.6512	4.3972	4.1636	3.9656	3.6444	3.5236	3.1084
3	3	0	13.7538	9.7929	8.0368	6.2562	5.6991	4.9333	4.9333	4.6639	4.4162	4.2062	3.8655	3.7373	3.2970
4	1	1	13.7538	9.7929	8.0368	6.2562	5.6991	4.9333	4.9333	4.6639	4.4162	4.2062	3.8655	3.7373	3.2970
4	2	0	14.4978	10.3226	8.4716	6.5946	6.0074	5.2002	5.2002	4.9162	4.6550	4.4337	4.0746	3.9395	3.4753
3	3	2	15.2054	10.8264	8.8851	6.9165	6.3006	5.4540	5.4540	5.1562	4.8823	4.6501	4.2734	4.1318	3.6449
4	2	2	15.8815	11.3078	9.2801	7.2240	6.5808	5.6965	5.6965	5.3854	5.0993	4.8568	4.4635	4.3155	3.8070
5	1	0	16.5300	11.7696	9.6591	7.5190	6.8495	5.9291	5.9291	5.6054	5.3076	5.0552	4.6457	4.4917	3.9624
4	4	0	18.3384	13.0572	10.7158	8.3416	7.5989	6.5778	6.5778	6.2186	5.8882	5.6082	5.1540	4.9831	4.3959
5	3	0	18.9028	13.4590	11.0456	8.5983	7.8327	6.7802	6.7802	6.4100	6.0694	5.7808	5.3126	5.1365	4.5312
4	4	2	19.4508	13.8492	11.3658	8.8476	8.0598	6.9768	6.9768	6.5958	6.2454	5.9484	5.4666	5.2854	4.6626
5	3	2	19.9838	14.2287	11.6772	9.0900	8.2807	7.1680	7.1680	6.7765	6.4165	6.1114	5.6164	5.4302	4.7904
5	4	1	21.0093	14.9588	12.2765	9.5565	8.7056	7.5358	7.5358	7.1243	6.7458	6.4250	5.9046	5.7089	5.0362
4	4	4	22.4598	15.9917	13.1241	10.2163	9.3067	8.0561	8.0561	7.6162	7.2116	6.8686	6.3123	6.1031	5.3839
5	4	3	22.9230	16.3214	13.3947	10.4270	9.4986	8.2222	8.2222	7.7732	7.3603	7.0103	6.4424	6.2289	5.4949
5	5	2	23.8223	16.9617	13.9202	10.8361	9.8712	8.5448	8.5448	8.0782	7.6490	7.2853	6.6952	6.4733	5.7105
5	5	4	26.3365	18.7519	15.3894	11.9797	10.9130	9.4466	9.4466	8.9308	8.4563	8.0542	7.4018	7.1565	6.3132
4	2	2	15.8815	11.3078	9.2801	7.2240	6.5808	5.6965	5.6965	5.3854	5.0993	4.8568	4.4635	4.3155	3.8070

Abbildung 7: Messdaten und Fitergebnis.

h	k	l	a1	a2	a3	a4	a5	a6	a7	a8	a9	a10	a11	a12	a13
1	1	1	5,6150	3,9979	3,2810	2,5541	2,3267	2,0140	1,9040	1,8029	1,7172	1,5781	1,5258	1,3848	1,3460
2	0	0	6,4836	4,6164	3,7886	2,9492	2,6866	2,3256	2,1986	2,0818	1,9828	1,8222	1,7618	1,5990	1,5542
2	2	0	9,1692	6,5286	5,3579	4,1708	3,7994	3,2889	3,1093	2,9441	2,8041	2,5770	2,4916	2,2613	2,1980
1	1	3	10,7518	7,6554	6,2827	4,8907	4,4552	3,8566	3,6460	3,4523	3,2881	3,0218	2,9216	2,6516	2,5773
2	2	2	11,2299	7,9958	6,5620	5,1082	4,6533	4,0281	3,8081	3,6058	3,4343	3,1561	3,0515	2,7695	2,6920
4	0	0	12,9672	9,2328	7,5772	5,8984	5,3732	4,6512	4,3972	4,1636	3,9656	3,6444	3,5236	3,1980	3,1084
1	3	3	14,1307	10,0612	8,2571	6,4276	5,8553	5,0685	4,7917	4,5372	4,3214	3,9714	3,8398	3,4849	3,3873
4	2	0	14,4978	10,3226	8,4716	6,5946	6,0074	5,2002	4,9162	4,6550	4,4337	4,0746	3,9395	3,5755	3,4753
4	2	2	15,8815	11,3078	9,2801	7,2240	6,5808	5,6965	5,3854	5,0993	4,8568	4,4635	4,3155	3,9167	3,8070
3	3	3	16,8449	11,9938	9,8431	7,6622	6,9800	6,0421	5,7121	5,4087	5,1515	4,7342	4,5773	4,1543	4,0379
4	4	0	18,3384	13,0572	10,7158	8,3416	7,5989	6,5778	6,2186	5,8882	5,6082	5,1540	4,9831	4,5227	4,3959
5	3	1	19,1787	13,6555	11,2068	8,7239	7,9471	6,8792	6,5035	6,1580	5,8652	5,3901	5,2115	4,7299	4,5974
4	4	2	19,4508	13,8492	11,3658	8,8476	8,0598	6,9768	6,5958	6,2454	5,9484	5,4666	5,2854	4,7970	4,6626
6	2	0	20,5029	14,5983	11,9806	9,3262	8,4958	7,3542	6,9526	6,5832	6,2702	5,7623	5,5713	5,0565	4,9148
5	3	3	21,2579	15,1359	12,4218	9,6696	8,8086	7,6250	7,2086	6,8256	6,5010	5,9745	5,7764	5,2427	5,0958
6	2	2	21,5037	15,3109	12,5654	9,7814	8,9104	7,7131	7,2919	6,9045	6,5762	6,0436	5,8432	5,3033	5,1547
4	4	4	22,4598	15,9917	13,1241	10,2163	9,3067	8,0561	7,6162	7,2116	6,8686	6,3123	6,1031	5,5391	5,3839
7	1	1	23,1511	16,4838	13,5280	10,5308	9,5931	8,3041	7,8506	7,4335	7,0800	6,5066	6,2909	5,7096	5,5496
6	4	2	24,2594	17,2730	14,1756	11,0349	10,0523	8,7016	8,2264	7,7894	7,4190	6,8180	6,5921	5,9829	5,8153
7	3	1	24,9007	17,7296	14,5504	11,3266	10,3181	8,9316	8,4439	7,9953	7,6151	6,9983	6,7663	6,1411	5,9690
7	3	3	26,5353	18,8934	15,5055	12,0701	10,9954	9,5179	8,9982	8,5201	8,1150	7,4577	7,2105	6,5442	6,3608
6	4	4	26,7326	19,0339	15,6208	12,1599	11,0771	9,5887	9,0651	8,5835	8,1753	7,5131	7,2641	6,5928	6,4081
6	6	0	27,5076	19,5857	16,0737	12,5124	11,3983	9,8667	9,3779	8,8323	8,4123	7,7309	7,4747	6,7840	6,5939
5	5	5	28,0748	19,9896	16,4051	12,7704	11,6333	10,0701	9,5202	9,0145	8,5858	7,8904	7,6288	6,9239	6,7299

Abbildung 8: Messdaten und Fitergebnis.





**Abbildung 9:** Messdaten und Fitergebnis.

## 7 Diskussion

Bei diesem Versuch gibt es einige Fehlerquelle. Zum einen die systematischen Fehler, die durch eine lineare Ausgleichsrechnung behoben werden und zum anderen systematische Fehler die bei der Durchführung auftreten können. Beispielweise ist es unklar, ob die Entwicklung der Filme optimal durchgeführt wurde. Bei der Salzprobe war der Film sehr stark belichtet, sodass die Reflexe nur schwer abgelesen werden konnten. Außerdem wurde ein Geodreieck zu Vermessung verwendet, wodurch eine Unsicherheit auf die abgelesenen Werte angenommen werden musste.

Trotzdem konnte der Metallprobe 9 mit einer Abweichung von  $(1,038 \pm 0,005) \%$  zum Literaturwert der Gitterkonstante  $a$ , dem Element Niob zugeordnet werden. Obwohl für die Zuordnung der Gitterstruktur bei der Salzprobe ein anderes Verfahren benutzt wurde, konnte auch hier mit einer Abweichung von  $2,46 \%$  zum Literaturwert, das Salz CsJ (Caesiumiodid) identifiziert werden.

## Literatur

- [1] *Binäre Verbindungen*. [https://books.google.de/books?id0ow5kTB0icAC&dqCsBrgitterkonstante&hlde&sourcebs\\_\\_navlinks\\_\\_s](https://books.google.de/books?id0ow5kTB0icAC&dqCsBrgitterkonstante&hlde&sourcebs__navlinks__s). Mai 2018.
- [2] *Gitterkonstanten*. [https://www.tf.uni-kiel.de/matwis/amat/mw1\\_ge/kap\\_3/illustr/t3\\_1\\_1.html](https://www.tf.uni-kiel.de/matwis/amat/mw1_ge/kap_3/illustr/t3_1_1.html). Mai 2018.
- [3] 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/>.
- [4] Eric O. Lebigot. *Uncertainties: a Python package for calculations with uncertainties*. Version 2.4.6.1. URL: <http://pythonhosted.org/uncertainties/>.
- [5] *TU Dortmund - Fachbereich Physik : Fortgeschrittenenpraktikum Anleitung zu Versuch Nr. 23*. [http://129.217.224.2/HOMEPAGE/Anleitung\\_FPBSc.html](http://129.217.224.2/HOMEPAGE/Anleitung_FPBSc.html). Mai 2017.