

Versuch V41

Debye-Scherrer-Aufnahmen

Christian Wischnewski*

Leanna Splinter**

5.5.2014

*christian.wischnewski@tu-dortmund.de

**leanna.splinter@tu-dortmund.de

Inhaltsverzeichnis

1	Theorie	3
1.1	Beschreibung von Kristallstrukturen	3
1.1.1	Elementarzellen	4
1.1.2	Kubische Kristallstrukturen	4
1.2	Millersche Indices	6
1.3	Beugung von Röntgenstrahlung an Kristallen	6
2	Versuchsaufbau	9
2.1	Systematische Fehler	10
3	Versuchsdurchführung	11
4	Auswertung	12
4.1	Vorgehensweise zur Auswertung	12
4.2	Metall 3	15
4.3	Salz 3	17
5	Diskussion	20
6	Literaturverzeichnis	20

1 Theorie

Kristalline Strukturen treten beim größten Teil der Materie, die sich im festen Aggregatzustand befindet, auf. Dabei sind die Atome aufgrund der zwischenatomaren Kräfte räumlich periodisch geordnet, dies gilt sogar für makroskopische Distanzen. Diese innere Ordnung der Materie zeigt sich in der Anisotropie bestimmter Eigenschaften, z.B. der Elastizität, Permeabilität.

Festkörper befinden sich meist in einem polykristallinen Zustand. Dieser besteht aus einer Vielzahl von Kristalliten deren Orientierung statistisch verteilt ist. Die makroskopischen Eigenschaften bei dieser Art von Festkörpern ergibt sich durch Mittelung über alle Kristallrichtung. Es ergibt sich so, dass diese Materie sich isotrop verhält.

Die eigentlichen Kristalleigenschaften können nur an Einkristallen oder einzelnen Kristalliten bestimmt werden. Die Struktur von Kristallen lässt sich am besten mit Röntgenstrahlung, langsamen Neutronen und Elektronen analysieren, da ihre räumliche Auflösung sich im Bereich der Atomabstände befindet.

In diesem Versuch wird für die Bestimmung von Kristallstrukturen die Debye-Scherrer-Methode verwendet. Sie basiert auf Beugung von Röntgenstrahlen am Raumgitter des zu analysierenden Kristalls.

1.1 Beschreibung von Kristallstrukturen

Bei einem Kristall handelt es sich um eine räumlich periodische Anordnung vom Atomen oder Atomgruppen. Diese lässt sich am besten durch ein Punktgitter veranschaulichen. Dabei sitzt an jedem Gitterpunkt ein Einzelatom oder eine Atomgruppe, die die Basis des Gitters festlegen. Die Kristallstruktur steht fest, wenn das Gitter und die Gestalt der Basis bekannt sind. Um die einzelnen Punktgitter zu unterscheiden, werden die fundamentalen Translationen \vec{a} , \vec{b} und \vec{c} eingeführt, die das komplette Gitter aufspannen.

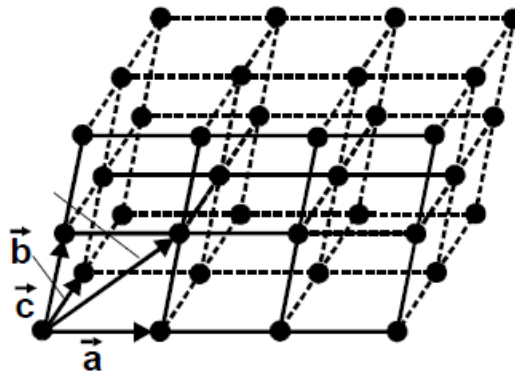


Abbildung 1: Darstellung eines Punktgitters mit Hilfe der fundamentalen Translationen [1]

Jeder Punkt, der durch den Vektor

$$\vec{t} = n_1 \vec{a} + n_2 \vec{b} + n_3 \vec{c} \quad n_1, n_2, n_3 \text{ ganzzahlig}$$

beschrieben wird, ist ein Punkt im Gitter. Wird das Gitter um den Vektor \vec{t} verschoben, wird es auf sich selbst abgebildet. Das Gitter ist also translationsinvariant.

1.1.1 Elementarzellen

Die kleinste Einheit, die eine Kristallstruktur festlegt, wird als Einheitszelle definiert. Sie entspricht dem Parallelepipед, welches von den Vektoren \vec{a} , \vec{b} und \vec{c} aufgespannt wird. Liegen nur auf den Eckpunkten der Einheitszelle Atome, handelt es sich um die primitive Einheitszelle. Diese enthält nur einen Gitterpunkt.

Nicht jede Kristallstruktur kann durch Vervielfältigung der primitiven Einheitszelle aufgebaut werden. In diesem Fall besteht die Basis aus mehreren Atomen.

Die Anzahl an Punktgittern ist unbegrenzt, da es keine Einschränkungen für die Vektorenlängen und deren eingeschlossene Winkel gibt. Jedoch gibt es endlich viele Gittertypen, die sich bezüglich ihrer Symmetrieeigenschaften unterscheiden.

In drei Dimensionen existieren 14 Gittertypen, die sogenannten Bravais-Gitter. Sie lassen sich anhand der Gestalt der Einheitszelle in sieben Gittersysteme einordnen.

1.1.2 Kubische Kristallstrukturen

Kubische Gitter kommen häufig in der Natur vor und werden deshalb hier gesondert diskutiert.

In einem kubisch-raumzentrierten Gitter enthält die Einheitszelle zwei Atome. Das zweite Atom liegt in der Würfelmitte.

Die Koordinaten von Punkten der Basis werden in Bruchteilen der Achsenlängen $|\vec{a}|$, $|\vec{b}|$ und $|\vec{c}|$ in Richtung der jeweiligen Achse angegeben. Der Koordinatenursprung liegt in einer beliebigen Ecke der Elementarzelle.

Die Atome im kubisch-raumzentrierten Gitter liegen bei den Koordinaten

$$(0, 0, 0) \text{ und } \left(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, \frac{1}{2}\right) \quad (1.1.1)$$

vor.

Das kubisch-flächenzentrierte Gitter besitzt Atome auf den Eckpunkten der Einheitszelle und auf der Mitte jeder Würfeloberfläche. Die Basis wird demnach durch die folgenden Punkte festgelegt:

$$(0, 0, 0) \quad \left(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, 0\right) \quad \left(\frac{1}{2}, 0, \frac{1}{2}\right) \text{ und } \left(0, \frac{1}{2}, \frac{1}{2}\right). \quad (1.1.2)$$

Als Letztes soll die Fluorit-Struktur erwähnt werden. Diese tritt häufig in Verbindungen der Art AB_2 auf. Sie besteht aus drei kubisch-flächenzentrierten Gittern, die gegeneinander um $1/4$ bzw. $3/4$ der Raumdiagonalen verschoben sind. Die Einheitszelle besitzt so 12 Atome, die sich auf den folgenden Positionen befinden:

$$\begin{aligned}
 A: & (0,0,0) \quad \left(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, 0\right) \quad \left(\frac{1}{2}, 0, \frac{1}{2}\right) \quad \left(0, \frac{1}{2}, \frac{1}{2}\right) \\
 B: & \left(\frac{1}{4}, \frac{1}{4}, \frac{1}{4}\right) \quad \left(\frac{3}{4}, \frac{3}{4}, \frac{1}{4}\right) \quad \left(\frac{3}{4}, \frac{1}{4}, \frac{3}{4}\right) \quad \left(\frac{1}{4}, \frac{3}{4}, \frac{3}{4}\right) \\
 & \left(\frac{3}{4}, \frac{3}{4}, \frac{3}{4}\right) \quad \left(\frac{1}{4}, \frac{1}{4}, \frac{3}{4}\right) \quad \left(\frac{1}{4}, \frac{3}{4}, \frac{1}{4}\right) \quad \left(\frac{3}{4}, \frac{1}{4}, \frac{1}{4}\right)
 \end{aligned} \tag{1.1.6}$$

1.2 Millersche Indices

Eine Netzebene in einem Kristall bezeichnet eine Ebene, in der die Schwerpunkte von Atomen befinden. Alle Netzebenen, die zu einer vorgegebenen parallel und äquidistant liegen, werden als Netzebenen-schar definiert. Ihre Lage wird zum kristallachsenparallelen Koordinatensystem durch die Millerschen Indices gekennzeichnet. Diese werden durch ein Zahlentripel (h, k, l) dargestellt. Es beschreibt die reziproken Werte der Schnittpunkte der Netzebene mit den Achsen der Einheitszellen. Negative Achsenabschnitte werden durch einen Querstrich über der Ziffer gekennzeichnet.

Mit Hilfe der Millerschen Indices kann der Abstand d benachbarter Netzebenen berechnet werden, dabei wird jedoch eine Einschränkung auf orthogonale Kristallsysteme vorgenommen.

So ergibt sich der Netzebenenabstand zu:

$$d = \frac{1}{\sqrt{\left(\frac{h}{a}\right)^2 + \left(\frac{k}{b}\right)^2 + \left(\frac{l}{c}\right)^2}}. \tag{1.2.7}$$

Bei kubischen Systemen vereinfacht sich zu obere Formel zu:

$$d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}. \tag{1.2.8}$$

1.3 Beugung von Röntgenstrahlung an Kristallen

Röntgenstrahlung tritt mit den Elektronen und Atomkernen der Materie in Wechselwirkung. Dieses Phänomen kann als klassischer Streuprozess aufgenommen werden. Die geladenen Teilchen werden im elektromagnetischen Wechselfeld zu erzwungenen Schwingungen angeregt. In Folge ihrer Beschleunigung emittieren sie elektromagnetische Strahlung. Die Streuzentren sind aufgrund ihrer Kristallstruktur räumlich periodisch geordnet. Die gestreuten Wellen sind so in der Lage miteinander zu interferieren. Dies zeigt sich durch die Auslöschung oder Verstärkung der Streuamplitude in ausgezeichneten Richtungen. Diese sind bei jeder Kristallstruktur unterschiedlich.

Durch den resultierenden Zusammenhang zwischen der Streurichtung, die durch konstruktive Interferenz bestimmt ist, und der Lage der Streuzentren im Kristall kann eine Strukturbestimmung experimentell vorgenommen werden.

Ein Teilchen mit der Masse m und Ladung q , das unter Einfluss eines unpolarisierten elektrischen Wechselfeldes steht, kann als Hertzscher Dipol aufgefasst werden. Dieser emittiert Strahlung mit der Intensität:

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

I_0 bezeichnet die Intensität des einfallenden Strahls, r steht für den Abstand zwischen dem Auftreffpunkt der gestreuten Strahlung und dem dazugehörigen Streuzentrum,

2θ beschreibt den Winkel zwischen dem einfallendem und dem gestreuten Strahl.

An der oberen Formel lässt sich erkennen, dass Streuung an Atomkernen aufgrund ihrer hohen Masse vernachlässigt werden kann. So ist nur noch die Streuung an Elektronen relevant. Ein Kristall besteht jedoch nicht aus isolierten einzelnen Elektronen, sondern aus Atomen mit einer Elektronenhülle.

Wenn die Wellenlänge der Röntgenstrahlung groß gegenüber der Ausdehnung der Elektronenhülle wäre, dann wäre das atomare Streuvermögen direkt proportional zu z , der Ordnungszahl: $I(r, \theta, z) = z^2 I_e(r, \theta)$.

Die Elektronenhülle besitzt aber eine Ausdehnung, die ungefähr der Wellenlänge der Röntgenstrahlung entspricht. Das bedeutet, dass die Elektronen, die zuerst vom einfallenden Röntgenstrahl getroffen werden, nicht mit den Elektronen, die zu einem späteren Zeitpunkt mit der Röntgenstrahlung wechselwirken, in Phase schwingen. Die damit verbundene Phasendifferenz sorgt dafür, dass die von einem Atom mit Ordnungszahl z gestreute Intensität geringer ist als die in $I(r, \theta, z)$ beschrieben.

Deshalb wird der sogenannte Atomformfaktor

$$f^2(\lambda, z, \theta) = \frac{I_a}{I_e} \quad (1.3.9)$$

eingeführt. Er beschreibt das Verhältnis der Intensitäten, die vom Atom gestreut werden und der Streuintensität eines einzelnen Elektrons. λ ist hierbei die Wellenlänge der verwendeten Röntgenstrahlung. Für große Werte von λ nähert sich f^2 dem Wert z^2 an und die ursprüngliche Formel wird wiederum gültig.

Im Fall $\theta \neq 0$ wird die Berechnung von f recht kompliziert, da die endliche Ausdehnung der Elektronen, also deren Dichteverteilung $\rho(\vec{r})$ mitberücksichtigt werden muss.

Für die Berechnung wird die Einschränkung vorgenommen, dass nur elastische Streuung betrachtet wird. Es ergibt sich, dass f die Fouriertransformierte der Ladungsverteilung $\rho(\vec{r})$ darstellt.

Im nächsten Abschnitt wird nun die Streuung am Kristallgitter erläutert.

Dabei treten ebenfalls Interferenzeffekte aufgrund der periodischen Struktur des Kristalls auf.

Für die Berechnung der Streuamplitude A , die für die komplette von einer Elementarzelle gestreute Welle gilt, muss über alle n Atome an den Orten \vec{r}_j ($1, \dots, n$) innerhalb einer Einheitszelle phasenrichtig summiert werden:

$$A = \sum_{j=1}^n f_j e^{-i\Delta\varphi_j} I_e. \quad (1.3.10)$$

$\Delta\varphi_j$ steht hierbei für die Phasendifferenz zwischen der einfallenden Strahlung mit Wellenvektor \vec{k} und der gestreuten Strahlung mit dem Wellenvektor \vec{k}_0 und hat den Wert:

$$\Delta\varphi_j = 2\pi\vec{r}_j \cdot (\vec{k} - \vec{k}_0).$$

Der Ortsvektor \vec{r}_j kann durch die Ortsvektoren \vec{a} , \vec{b} und \vec{c} ausgedrückt werden. Dann ergibt sich die Strukturamplitude der Elementarzelle:

$$S = \sum_{j=1}^n f_j e^{-2\pi i(x_j\vec{a} + y_j\vec{b} + z_j\vec{c}) \cdot (\vec{k} - \vec{k}_0)} I_e. \quad (1.3.11)$$

$|S|^2$ beschreibt damit den Quotienten aus der von einer Elementarzelle und der von einem isolierten Elektron gestreute Intensität. Die Streuung an einer Elementarzelle in einem Kristallgitter sorgt dafür, dass sich starke Einschränkungen für Ausbreitungsrichtungen mit Intensitäten $\neq 0$ ergeben.

Die Auslöschung gestreuter Wellen in bestimmte Raumrichtungen ergeben sich durch destruktive Interferenz.

Für konstruktive Interferenz muss die Braggsche Bedingung

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad n = 1, 2, \dots \quad (1.3.12)$$

erfüllt sein. d kann auch als Vektor \vec{d} aufgefasst werden, der senkrecht auf der Netzebene steht. \vec{d} ist dabei ein Vektor des reziproken Gitters. Die reziproken Gittervektoren lassen sich aus den fundamentalen Translationen wie folgt berechnen:

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

V steht für das Spatprodukt der fundamentalen Translationen. Der Gittervektor der Netzebenenchar mit den Millerschen Indices hat die Form: $\vec{g} = h\vec{A} + k\vec{B} + l\vec{C}$.

Der Wellenvektor kann auch durch einen reziproken Gittervektor ausgedrückt werden. Somit ergibt sich letztendlich für die Strukturamplitude aus Formel 1.3.11:

$$S(hkl) = \sum_{j=1}^n f_j e^{-2\pi i(x_j h + y_j k + z_j l)}. \quad (1.3.13)$$

So kann ausgerechnet werden, welche Ebenen Reflexe bei bestimmten Gittern erzeugen. Die Strukturamplitude kann durchaus 0 ergeben, obwohl die Braggsche Bedingung erfüllt ist, d.h. sie ist eine notwendige, aber keine hinreichende Bedingung für einen Reflex.

2 Versuchsaufbau

Um die Struktur eines Kristalls experimentell zu ermitteln, wird in diesem Versuch das Debye-Scherrer-Verfahren verwendet.

Dabei wird eine pulverisierte, kristalline Probe in einer zylindrischen Gestalt von monochromatischem Röntgenlicht bestrahlt.

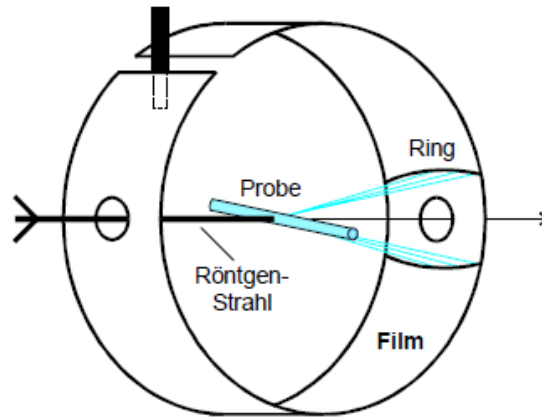


Abbildung 3: Schematischer Versuchsaufbau [1]

Da die Probe in Pulverform vorliegt, ist die Orientierung der Mikrokristalle statistisch über den gesamten Raumwinkel verteilt. So liegen mit sehr hoher Wahrscheinlichkeit bei der festgelegten Einstrahlungsrichtung einige Kristalle in Reflexionsstellung.

Die gebeugte Röntgenstrahlung wird mit Hilfe eines Filmstreifens nachgewiesen.

Die gebündelte Röntgenstrahlung trifft auf die zylindrische Probe und wird durch verschiedene Netzebenenscharen $\{h, k, l\}$ um den Winkel 2θ abgelenkt. Aufgrund der bereits erwähnten Verteilung der Kristalle, liegt die abgebeugte Strahlung auf einem Kegelman- tel mit einem Öffnungswinkel von 2θ .

Während der Belichtung wird die Probe mit Hilfe eines Motors um ihre Längsachse gedreht, um so eine bessere Mittelung aller Reflexionen zu erhalten.

2.1 Systematische Fehler

Bei diesem Versuchsaufbau liegt eine Abhängigkeit zwischen der Gitterkonstante a und dem Beugungswinkel θ vor. Dies hat zwei Ursachen:

1. Die Strahlung wird von der Probe fast vollständig absorbiert. Deshalb findet die Beugung nur an einem schmalen Streifen des Probenzylinders statt. Dies sorgt dafür, dass der Winkel 4θ generell zu groß gemessen wird. Besonders bei kleinen Winkel ist diese Änderung ausschlaggebend. Deshalb muss eine Korrektur Δa_A an der Gitterkonstanten vorgenommen werden, die sich wie folgt zusammensetzt:

$$\frac{\Delta a_A}{a} = \frac{\rho}{2R} \left(1 - \frac{R}{F}\right) \frac{\cos^2 \theta}{\theta}. \quad (2.1.14)$$

Hierbei bedeuten die Variablen Folgendes:

$$\begin{aligned} \rho &\hat{=} \text{ Probenradius} \\ R &\hat{=} \text{ Kameraradius (57,3 mm)} \\ F &\hat{=} \text{ Abstand Fokus-Probe (130 mm)}. \end{aligned}$$

2. Eine weitere Fehlerquelle liegt darin, dass die Probenachse nicht mit der Achse des Filmzylinders zusammenfällt. Abhängig von der relativen Lage zwischen den beiden Achsen ergeben sich hier negative oder positive Korrekturen. Die Korrektur Δa_V ist in diesem Fall gegeben durch:

$$\frac{\Delta a_V}{a} = \frac{v}{R} \cos^2 \theta. \quad (2.1.15)$$

v steht für die Verschiebung der beiden Achsen.

Es zeigt sich, dass die Korrektur Δa_A bedeutend kleiner ist als Δa_V ist und so davon ausgegangen werden kann, dass sich die vollständige Korrektur $\Delta a_{ges} = \Delta a_A + \Delta a_V$ proportional zu $\cos^2 \theta$ verhält.

Die verwendete Röntgenstrahlung ist in diesem Versuch charakteristische Röntgenstrahlung. Hierzu ist es notwendig, dass die beschleunigten Elektronen eine höhere Energie als die der K_α -Linie des Anodenmaterials besitzen. Die entstehende K_β -Linie wird mit Hilfe eines β -Filters absorbiert. Der Stoff, aus dem der Filter besteht liegt im Periodensystem genau vor dem Anodenmaterial. So liegt seine Absorptionskante genau zwischen den Wellenlängen der K_α - und K_β -Strahlung. Die verbleibenden K_{α_1} - und K_{α_2} -Linien lassen sich so jedoch nicht trennen. Deren geringer Unterschied hat bei niedrigen θ -Werten kaum einen Einfluss. Da die Dispersion mit $\tan \theta$ steigt kann in der Nähe von $\theta = 90^\circ$ eine Ringaufspaltung:

$$\Delta \theta_{1,2} = \frac{\lambda_1 - \lambda_2}{\bar{\lambda}} \tan \theta \quad (2.1.16)$$

wahrgenommen werden, die bei der Auswertung möglicherweise berücksichtigt werden muss.

3 Versuchsdurchführung

Bei diesem Versuch ist es wichtig die Probe bestmöglich zu justieren.

Der zylindrische Stab wird gleichmäßig mit Vaseline bestrichen und mit der pulverisierten Probe bedeckt. Dabei wird darauf geachtet, möglichst viel der Probe ebenmäßig zu verteilen.

Als nächstes muss der Stab in die Versuchsanordnung so justiert werden, dass die Probe möglichst mittig von der Röntgenstrahlung getroffen wird. Danach wird unter Rotlicht ein Filmstreifen in die Apparatur eingelegt und befestigt, nachdem zwei Löcher in ihn gestanzt wurden. Danach wird die Probe für mindestens zwei bis drei Stunden mit monochromatischer Röntgenstrahlung belichtet.

Anschließend wird der Filmstreifen fachgerecht entwickelt.

Als Proben werden ein unbekanntes Metall und ein Salz untersucht.

4 Auswertung

4.1 Vorgehensweise zur Auswertung

Die auftretenden bzw. nicht auftretenden Beugungsreflexe lassen auf die Kristallstruktur der Probe schließen. Dazu muss zuerst mit Hilfe von Formel 1.3.13 und den Positionen der Gitteratome aus Kapitel 1.1.2 für die verschiedenen Kristallstrukturen berechnet werden, welche Netzebenen überhaupt einen Reflex erzeugen können.

Die dazugehörigen Daten stehen in Tabelle 1.

Um den Zusammenhang zwischen den Netzebenen und den erzeugten Reflexen zu ermitteln, werden zuerst Formel 1.2.8 und Formel 1.3.12 miteinander kombiniert:

$$\lambda = 2 \frac{a \cdot \sin \theta}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}. \quad (4.1.17)$$

Hierbei wird die Einschränkung gemacht, dass nur kubische Gitter und nur die erste Ordnung der Braggschen Bedingung in Betracht gezogen werden.

Durch Umformen ergibt sich:

$$\left(\frac{2 \sin \theta}{\lambda} \right)^2 = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} = \frac{N^2}{a^2}. \quad (4.1.18)$$

Werden die auftretenden Reflexe auf den ersten normiert, ergibt sich der gewünschte Zusammenhang:

$$\left(\frac{\sin \theta}{\sin \theta_1} \right)^2 = \left(\frac{N}{N_1} \right)^2. \quad (4.1.19)$$

Das experimentell bestimmte Verhältnis $\left(\frac{\sin \theta}{\sin \theta_1} \right)^2$ kann so mit den theoretisch berechneten Verhältnissen $\left(\frac{N}{N_1} \right)^2$ der einzelnen Kristallstrukturen verglichen werden. So kann entschieden werden, um welche Struktur es sich handelt und welche Netzebene für welchen Reflex verantwortlich ist, siehe Tabelle 2.

So kann letztendlich für jeden Winkel eine Gitterkonstante bestimmt werden. Dies geschieht durch Umformen von Formel 4.1.18:

$$a = \frac{N}{\left(\frac{2 \sin \theta}{\lambda} \right)}. \quad (4.1.20)$$

Wie bereits in Kapitel 2.1 erwähnt wurde, liegt eine scheinbare Abhängigkeit zwischen dem Beugungswinkel θ und der Gitterkonstante a vor. Um diesen systematischen Fehler auszugleichen, werden abschließend die Wertepaare $\{\cos^2 \theta, a\}$ gegeneinander aufgetragen und gefittet. Der Schnittpunkt der Ausgleichsgeraden mit der a -Achse liefert dabei den genauesten Werte für die Gitterkonstanten.

bcc	fcc	Dia.	Zb./St./Fl.
110	111	111	111
200	200	220	200
211	220	311	220
220	311	400	311
310	222	331	222
222	400	422	400
321	331	333	331
400	420	440	420
330	422	531	422
411	333	602	333
420	511	533	511
332	440	...	440
422	531		531
...	442		533
	600		442
	620		602
	533		...
	622		
	444		
	711		
	642		
	731		
	733		

Tabelle 1: Auflistung der Netzebenen, die bei den zugehörigen Netzebenen Reflexe erzeugen können. bcc=kubisch-raumzentriert, fcc=kubisch-flächenzentriert, Dia. = Diamant, Zb.=Zinkblende, St.=Steinsalz und Fl.=Fluorit. Nicht alle Netzebenen sind zur Auswertung verwendet worden.

bcc	fcc	Dia.	Zb./St./Fl.
1,00	1,00	1,00	1,00
2,00	1,33	2,67	1,33
3,00	2,67	3,67	2,67
4,00	3,67	5,33	3,67
5,00	4,00	6,33	4,00
6,00	5,33	8,00	5,33
7,00	6,33	9,00	6,33
8,00	6,67	10,67	6,67
9,00	8,00	11,67	8,00
10,00	9,00	13,33	9,00
...	9,00	14,33	9,00
	10,67	...	10,67
	11,67		11,67
	12,00		12,00
	12,00		12,00
	13,33		13,33
	14,33		14,33
	14,67		...
	16,00		
	17,00		
	18,67		
	19,67		
	22,33		

Tabelle 2: Auflistung der Verhältnisse $\frac{N^2}{N_1^2}$ der einzelnen Kristallstrukturen.

Nicht alle Werte sind zur Auswertung benötigt worden.

4.2 Metall 3

Die entwickelten Filmstreifen werden für die Auswertung mit höchstmöglicher Auflösung eingescannt. Um die Beugungsringe optisch besser hervorzuheben, werden der Kontrast und die Helligkeit der Streifen geändert bis die Ringe bestmöglich ablesbar sind.

In diesem Fall wird der mittlere Bereich des Filmstreifens zwischen den beiden eingestanzten Löchern zum Ablesen der Ringe verwendet. Dort sind die Ringe besser sichtbar. Der Abstand der beiden Löcher entspricht einem Winkel von $\theta = \pi$.

Aufbauend auf diesem Wissen werden nun von dem linken Loch aus die Abstände zu den Beugungsringen in Pixel abgelesen und in den dazugehörigen Winkel umgerechnet. Danach wird wie in Kapitel 4.1 erklärt wurde, mit der Berechnung für die Gitterkonstante vorgegangen.

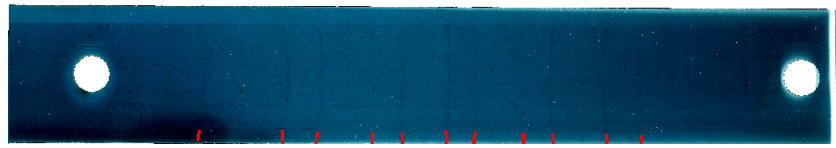


Abbildung 4: Bearbeiteter Filmstreifen für Metall 3

Die nachfolgende Tabelle zeigt die wichtigen Daten für diese Rechnung.

Die Verhältnisse aus der zweiten Spalte passen am besten zu den Daten der Diamantstruktur, siehe Tabelle 2.

θ	$\frac{\sin^2 \theta}{\sin^2 \theta_1}$	$\frac{N^2}{N_1^2}$ v. Dia.	Netzebene	a [Å]	$\cos^2 \theta$
0,25	1,00	1,00	111	5,39	0,94
0,43	2,87	2,67	220	5,20	0,82
0,51	3,91	3,67	311	5,22	0,76
0,62	5,56	5,33	400	5,28	0,66
0,69	6,57	6,33	331	5,29	0,60
0,79	8,20	8,00	422	5,33	0,50
0,85	9,20	9,00	333	5,33	0,44
0,95	10,77	10,67	440	5,36	0,34
1,01	11,75	11,67	531	5,37	0,28
1,13	13,32	13,33	602	5,39	0,18
1,21	14,27	14,33	533	5,40	0,13

Tabelle 3: Auflistung der relevanten Daten zur Auswertung von Metall 3

Die lineare Ausgleichsrechnung der Wertepaare $\{\cos^2 \theta, a\}$ ergibt:

$$a = (-0,29 \pm 0,02) \text{ \AA} \cdot \cos^2 \theta + (5,45 \pm 0,01) \text{ \AA}$$

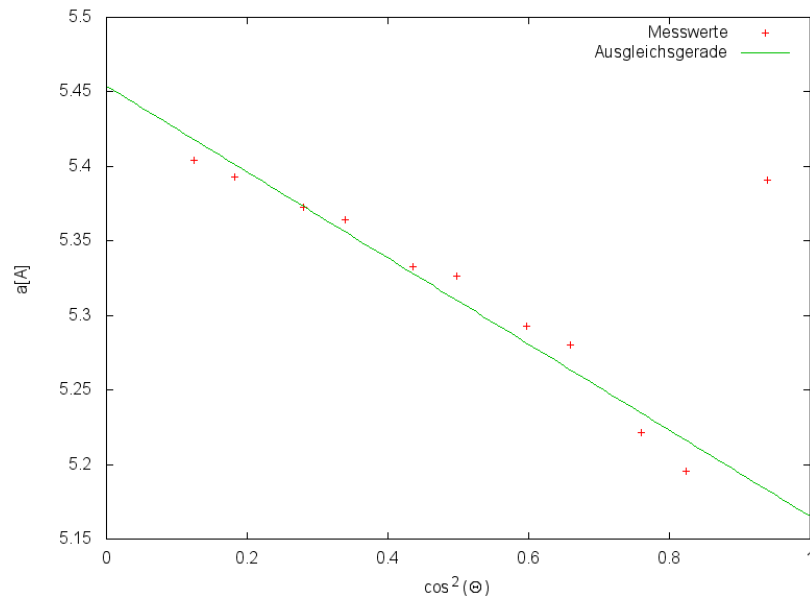


Abbildung 5: Graphische Darstellung der Messwerte und dazugehöriger Ausgleichsgeraden

Der gesuchte Wert der Gitterkonstante entspricht somit:

$$a = (5,45 \pm 0,01) \text{ \AA}.$$

Der angegebene Fehler entsteht durch die Ausgleichsrechnung und nicht aus den Ablesefehlern, siehe Kapitel 5.

4.3 Salz 3

Die Auswertung des Salzfilmstreifens erfolgt analog zu der des Metallfilmstreifens in vorherigen Kapitel. In diesem Fall hat es sich als besser erwiesen, an den Rändern des Filmstreifens die Ringe abzulesen. Beim Auswerten wird darauf geachtet, dass das linke Loch die Nullmarke markiert. Die Ringe oberhalb des linken Loches definieren die Winkel von 0 bis $\frac{\pi}{2}$. Das rechte Loch definiert den Winkel π .

Die Ringe oberhalb dieses Loches stehen somit für die Winkel π bis $\frac{\pi}{2}$.

Die nachfolgende Abbildung zeigt den bearbeiteten Filmstreifen des Salz mit Markierungen der Ringe.

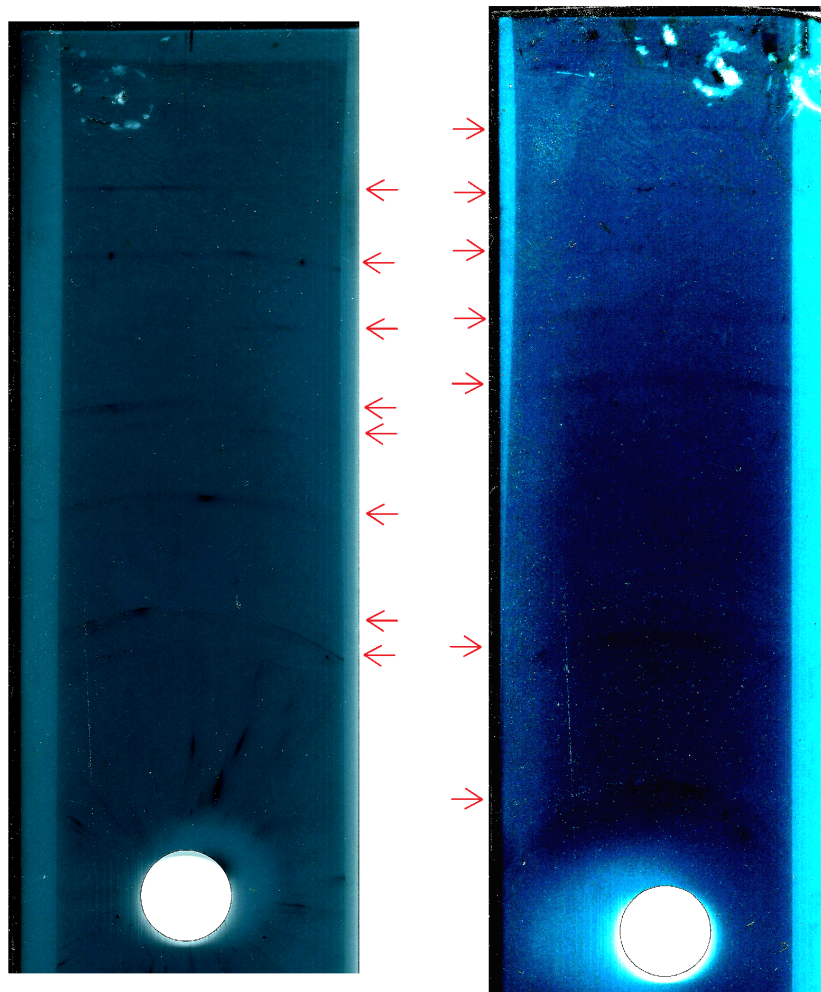


Abbildung 6: Bearbeiteter Filmstreifen für Salz 3

Die nachfolgende Tabelle stellt die relevanten Daten zur Auswertung dar. Die Verhältnisse $\frac{\sin^2 \theta}{\sin^2 \theta_1}$ passen am besten zu den Daten der Zinkblenden- bzw. Steinsalz- und Fluorit-Struktur, siehe Tabelle 2. Die Zinkblenden-Struktur besitzt bei denselben Netzebenen Reflexe wie die Steinsalz- und Fluorit-Struktur. Um zwischen diesen Strukturen spezifischer zu unterscheiden, ist es notwendig die Intensitäten der Reflexe untereinander zu vergleichen. Bei den erstellten Filmstreifen ist dies aufgrund der geringen Intensität nicht möglich. Deswegen kann die Struktur des Salzes nicht näher bestimmt werden, jedoch erscheint die Steinsalzstruktur am wahrscheinlichsten, s.h. Kap.5.

θ	$\frac{\sin^2 \theta}{\sin^2 \theta_1}$	$\frac{N^2}{N_1^2}$ v. Zb.	Netzebene	a [Å]	$\cos^2 \theta$
0,22	1,00	1,00	111	6,24	0,95
0,25	1,28	1,33	200	6,35	0,94
0,35	2,53	2,67	220	6,40	0,88
0,41	3,48	3,67	311	6,40	0,84
0,43	3,76	4,00	222	6,44	0,83
0,50	4,93	5,33	400	6,49	0,77
0,56	6,14	6,33	331	6,33	0,72
0,62	7,33	8,00	422	6,52	0,66
0,87	12,77	13,33	620	6,38	0,42
0,92	13,86	14,33	533	6,34	0,37
0,98	14,99	14,67	622	6,17	0,31
1,03	16,07	16,00	444	6,22	0,26
1,09	17,17	17,00	711	6,21	0,21
1,31	20,43	19,67	731	6,12	0,06
1,44	21,48	22,33	733	6,36	0,02

Tabelle 4: Auflistung der relevanten Daten zur Auswertung von Salz 3

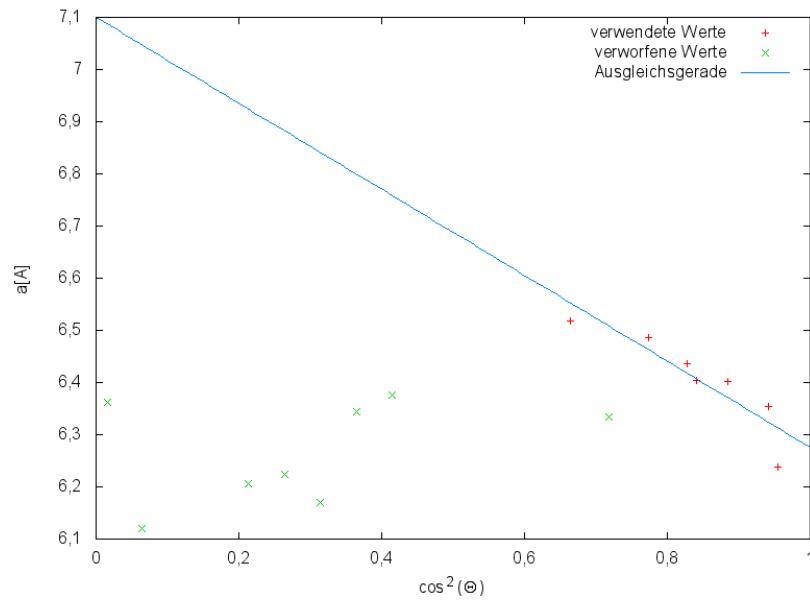


Abbildung 7: Graphische Darstellung der Messwerte und dazugehöriger Ausgleichsgeraden

Um einen besseren Wert für die Gitterkonstante zu erhalten, werden nur die Messwerte zur Ausgleichsrechnung miteinbezogen, die einen annähernd linearen Zusammenhang aufzeigen.

Die lineare Ausgleichsrechnung der verwendeten Wertepaare $\{\cos^2 \theta, a\}$ ergibt:

$$a = (-0,8 \pm 0,2) \text{ \AA} \cdot \cos^2 \theta + (7,1 \pm 0,1) \text{ \AA}$$

Der gesuchte Wert der Gitterkonstante entspricht demnach:

$$a = (7,1 \pm 0,1) \text{ \AA}.$$

Der angegebene Fehler entsteht durch die Ausgleichsrechnung und nicht aus den Ablesfehlern, siehe Kapitel 5.

5 Diskussion

Bei diesem Versuch trat ein Problem auf, dass sich stark auf die Auswertung der Ergebnisse auswirkte. Die Belichtung der Filmstreifen war aus ungeklärter Ursache sehr schwach ausgefallen, obwohl die Belichtungszeit bereits länger war als vorgesehen (drei statt zwei Stunden bei der Metallprobe und vier statt drei Stunden bei der Salzprobe). Die Konsequenz daraus ist, dass viele Beugungsringe nur äußerst schwach zu erkennen sind und selbst mit intensiver digitaler Nachbearbeitung (Manipulation der Helligkeits- und Kontrastwerte) nur halbwegs sicher zu identifizieren sind, wodurch auch schwache Ringe gesehen werden können (s.u.).

Am deutlichsten macht sich diese Problematik bei der Salzprobe bemerkbar. Der Filmstreifen wurde durch diese Probe derart schwach belichtet, sodass im Mittelteil zwischen den Löchern nur sehr wenig zu erkennen ist. Daher musste auf das oberste und unterste Viertel des Streifens ausgewichen werden, wo nach intensiver Bearbeitung etwas mehr zu erkennen war. Diese beiden Teilstücke haben jedoch das Problem, dass die Informationen im Übergangsbereich verloren gingen, primär durch Überbelichtung an den Randstücken. Dies zeigt sich daran, dass die Werte für $\frac{\sin^2 \theta}{\sin^2 \theta_1}$ in Tabelle 4 von 8,00 auf 13,33 springen. Die schwache Intensität sorgt zudem für einige Unsicherheit beim Ausmessen der Abstände der Ringe. Trotz all dieser Probleme zeigt sich auch beim Salz noch eine recht gute Übereinstimmung mit der Steinsalz-Struktur.

Im Gegensatz zum Salz ergab sich bei der Metallprobe eine sehr gute Übereinstimmung mit der Diamantstruktur.

Die Fehler der Gitterkonstanten resultieren nur aus der linearen Regression und enthalten keinerlei Information über die Ablesefehler. Deshalb sind diese Fehler nur stark eingeschränkt aussagekräftig.

Bei beiden Proben kann eine Identifizierung vorgenommen werden.

Die Gitterkonstante des Metalls, 5,45 Å, passt sehr gut zur Gitterkonstante von Silizium mit $a_{\text{Silizium}} = 5,43 \text{ Å}$ [2].

Die Gitterkonstante des Salzes, 7,1 Å, passt zur Gitterkonstanten von Kaliumiodid mit $a_{\text{Kaliumiodid}} = 7,07 \text{ Å}$ [2]. Die Gitterkonstante von BaTe mit $a_{\text{BaTe}} = 6,99 \text{ Å}$ liegt ebenfalls im Fehlerbereich.

Beide Salze verfügen über eine Steinsalzstruktur, was sich mit den Messergebnissen deckt. Es ist jedoch zu betonen, dass die Zuordnung des Salzes nicht sicher ist, da bei der Berechnung der Gitterkonstanten nahezu die Hälfte der Messwerte ausgelassen wurden.

6 Literaturverzeichnis

1. Anleitung zum Versuch 41:
<http://129.217.224.2/HOMEPAGE/PHYSIKER/MASTER/SKRIPT/V41.pdf>
(abgerufen am 04.05.2014)
2. N. Ashcroft, D. Mermin, Festkörperphysik, 3. Auflage, 2007, Oldenbourg Verlag