

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

1 Zielsetzung	3
2 Theorie	3
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
3 Fehlerrechnung	8
4 Versuchsaufbau	9
5 Durchführung	10
6 Auswertung	11
6.1 Allgemeine Auswertung der Filmstreifen	11
6.2 Metallprobe 9	11
6.3 Salzprobe 5	14
7 Diskussion	18
Literatur	19

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 wurde 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 der Basisvektoren in jede Richtung des Raumes, kann jeder Punkt des Gitters durch eine Linearkombination \vec{l} der Basisvektoren dargestellt werden.

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

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

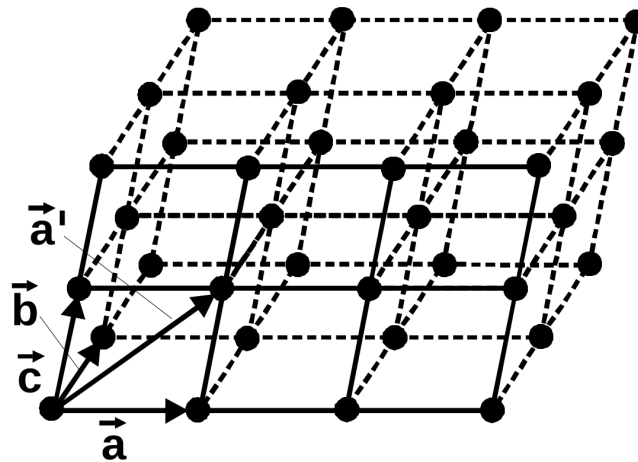


Abbildung 1: Eines Gitters mit verschiedenen Gitterpunkten und deren mögliche Verschiebung durch den Translationsvektor \vec{l} [4].

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 gleiche Atom. Das heißt die Gitterpunkte bilden gleichzeitig auch das Kristallgitter. In der Abbildung 2 ist eine kubisch primitive Einheitszelle dargestellt, um einen beliebig gewählten Eckpunkte kann eine primitive Einheitszelle festgelegt werden.

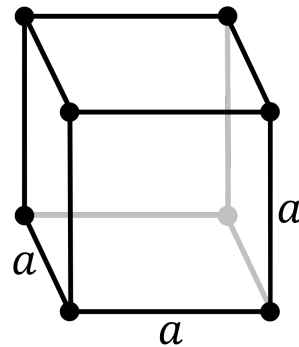


Abbildung 2: Kubisch primitives Gitter[4].

Nicht jedes Gitter kann durch primitive Einheitszellen aufgebaut werden. Ist dieses der Fall so besitzt die Einheitszellen mehreren Atomen. Ein Beispiel hierfür ist die Einheitszelle von Natriumchlorid (Na^+Cl^-), wobei die Einheitszelle aus Na^+ und Cl^- - Ionen besteht.

2.3 Kristalline Strukturen

Die mögliche Anzahl an Gitterstrukturen ist durch die 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 der Bravais-Gitter in drei verschiedene Gitterstrukturen aufgeteilt. Die verschiedenen kubischen Strukturen sind in den Abbildungen 2- 3 dargestellt.

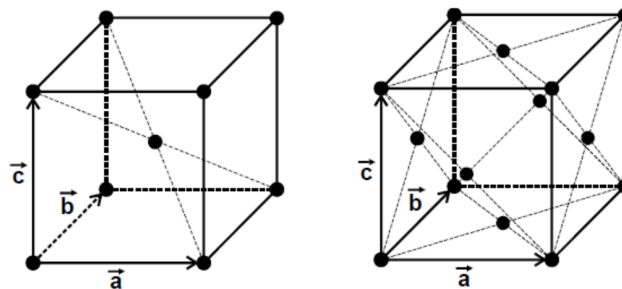


Abbildung 3: Abbildung eines bcc-Gitters (links) und eines fcc-Gitters[4].

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, vgl. Abbildung 3, 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 aus 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 liegt 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 im Raum genauer zu beschreiben. Die millerschen Indices bestehen aus einem Zahlentripel (h,k,l) . Jeder dieser Indices gibt den reziproken Wert der Schnittpunkte der Netzebene mit den Achsenabschnitten an. Mit den Millerschen Indices lässt sich der Netzebenenabstand berechnen. Die Netzebenen, die parallel zu einander liegen, bilden eine Netzebenenfamilie. 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 einen 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 Dipols 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, sinkt die 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 θ , der Ordnungszahl z und der Wellenlänge λ ab, das Ziel ist 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 Δs zwischen zwei Wellen, welche an den Punkten 0 und P gestreut werden, berechnen

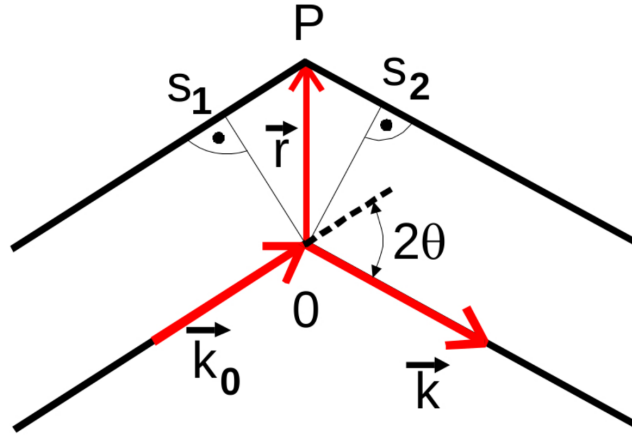


Abbildung 4: Skizze zur Berechnung der Phasendifferenz[4].

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

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 Netzebenen 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_{Lit} werden nach der Vorschrift

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

berechnet.

4 Versuchsaufbau

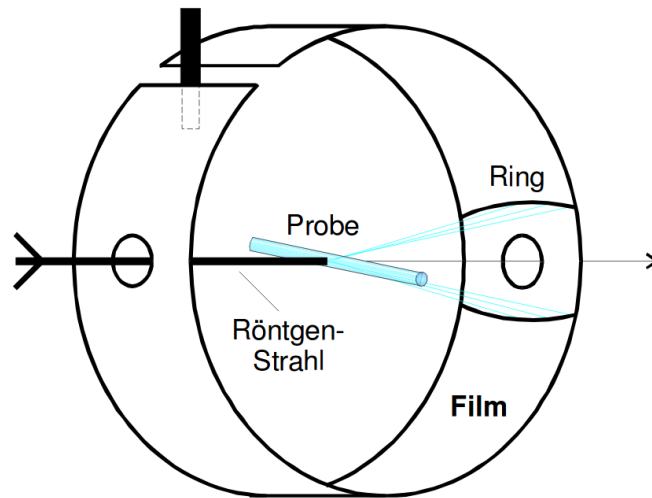


Abbildung 5: Skizzenhafter Aufbau zu Aufnahme der Filme mittels Debye-Scherrer Methode[4].

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 Netzebenenscharen h,k,l um einen Winkel θ 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*[2] durchgeführt. Fehlerrechnungen werden mit dem für *Python* geschriebenen package *Uncertainties*[3] ausgeführt.

6.1 Allgemeine Auswertung der Filmstreifen

Für die Auswertung wurden während der Durchführung die Filmstreifen durch ein einseitiges Abschneiden der Ecken markiert, sodass im Nachhinein nachzuvollziehen ist, durch welches Loch im Filmstreifen der Röntgenstrahl eingetreten und durch welches Loch wieder ausgetreten ist. Die Markierung befindet sich an der Seite an dem der Strahl eingetreten ist. Somit wird zur Auswertung der Nullpunkt in die Mitte des Loches ohne markierten Rand gelegt, 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 entstehen aus einer Ringaufspaltung.

Tabelle 1: Messdaten der Metallprobe.

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

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_α -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	$2,89 \pm 0,07$

Die Unsicherheiten der Verhältnisse der Netzebenenabstände werden mit der Gleichung

$$\Delta \frac{d_1}{d_i} = \frac{d_1}{d_i} \left(\frac{\Delta d_1}{d_1} + \frac{\Delta d_i}{d_i} \right) \quad (23)$$

berechnet.

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.

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

Des weiteren 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

$$a(\cos(\theta)) = b \cos^2(\theta) + c \quad (24)$$

systematischen Fehler korrigiert. Die resultierenden Fitparameter lauten:

$$b = (-0,125 \pm 0,016) \text{ \AA} \quad (25)$$

$$c = (3,3221 \pm 0,0084) \text{ \AA} \quad (26)$$

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

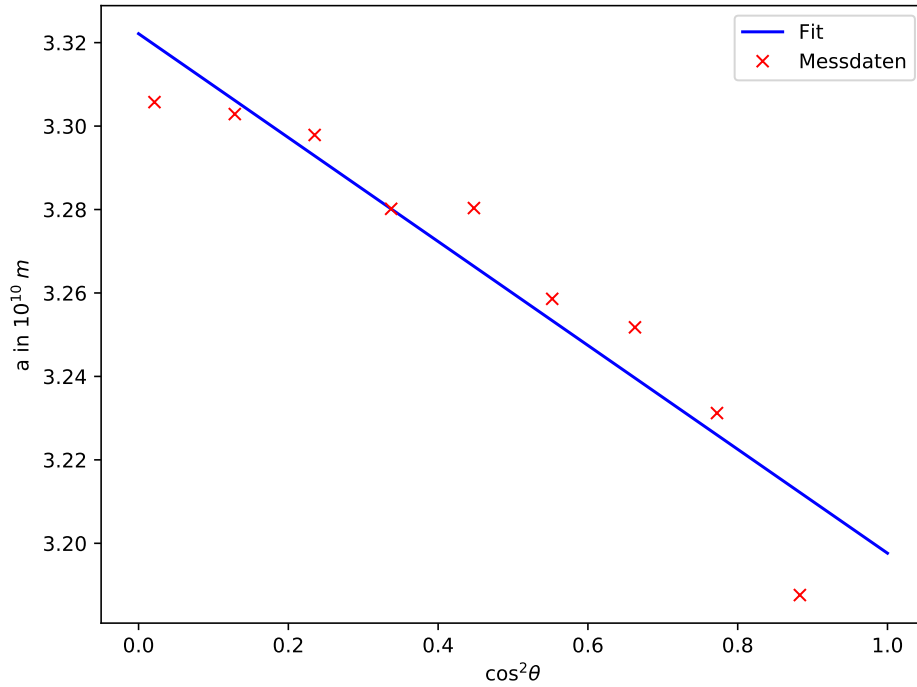


Abbildung 6: Messdaten und Fitergebnis.

Die Gitterkonstante und die vorliegende bcc-Struktur weist nach [1] 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 Elementen besteht. Nach [4] 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. Somit kann nur durch starke bzw. schwache Reflexe zwischen den Gitterstrukturen unterschieden werden. In Tabelle 4 sind die im Folgenden verwendeten Auswahlregeln zusammengefasst.

Tabelle 4: Auswahlregeln für verschiedene Gitterstrukturen mit Stärke der Intensität

Gittertyp	Braggreflexe
Steinsalz	alle h,k,l gerade (hohe Intensität) oder ungerade (niedrige Intensität)
Fluorit	alle h,k,l gerade (hohe Intensität) oder ungerade (niedrige Intensität)
Cäsiumchlorid	$h + k + l$ gerade (hohe Intensität) oder ungerade (niedrige Intensität)

Für die nicht aufgeführte Zinkblendenstruktur bestehe keine Auswahlregeln, weshalb die Intensitäten der zuvor bestimmten Reflexe rein rechnerisch ermittelt wird.

Zur Identifizierung der Gitterstruktur werden wie in Kapitel 6.2 die theoretischen und die experimentell bestimmten Werte über das Verhältnis in Gleichung 22 verglichen. Die hierfür benötigten Reflexe auf dem Filmstreifen, die sich daraus ergebenen Winkel θ und die Netzebenenabstände sind in Tabelle 5 aufgelistet.

Tabelle 5: Messdaten der Salzprobe.

s / cm	θ	$d / \text{\AA}$
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

Da die Reflexe auf dem Filmstreifen nicht exakt zu den schwachen oder den starken Reflexen zugeordnet werden können, wird das Verhältnis $\frac{m_i}{m_1}$ auf zwei verschiedene Reflexe normiert. Dabei wird zu einen der erste starke Reflexe und zum anderen der erste schwache Reflex verwendet. Die Ergebnisse der unterschiedlichen Normierungen, sowie die Markierung der starken und schwachen Reflexe sind in Abbildung 9 - 14 aufgelistet. Der schlussendliche Vergleich mit den experimentell

bestimmen Werten zeigt, dass die geringste Abweichung bei den Strukturen Steinsalz/Fluorit und Cäsiumchlorid zu verzeichnen ist (auf den starken Reflex normiert). Zum genaueren Vergleich sind die Verhältnisse mit den absoluten Abweichungen bzgl. der gemessenen Werte in Tabelle 6 zusammengefasst.

Tabelle 6: Vergleich der Verhältnisse.

$Miller_S$	$\left(\frac{m_i}{m_1}\right)_S$	$ Abw_S / \%$	$Miller_C$	$\left(\frac{m_i}{m_1}\right)_C$	$ Abw_C / \%$	$\frac{d_1}{d_i}$
200,00	1,00	0,00	110,00	1,00	0,00	1,00
220,00	1,41	0,70	200,00	1,41	0,69	1,40
222,00	1,73	1,22	211,00	1,73	1,22	1,71
331,00	2,18	0,86	310,00	2,24	1,72	2,20
422,00	2,45	1,50	222,00	2,45	1,50	2,41
440,00	2,83	1,46	400,00	2,83	1,46	2,79
511,00	2,96	0,31	410,00	2,92	1,13	2,95
620,00	3,16	1,54	420,00	3,16	1,54	3,11
533,00	3,28	0,28	421,00	3,24	0,90	3,27
551,00	3,57	0,35	430,00	3,54	0,64	3,56
642,00	3,74	1,68	511,00	3,67	0,15	3,68
644,00	4,12	1,69	522,00	4,06	0,19	4,05
660,00	4,24	1,71	531,00	4,18	0,28	4,17

Da die Abweichungen in ähnlich kleinen Intervallen liegen, ist für eine genaue Aussage in Tabelle 6 der Mittelwert der absoluten Abweichungen sowie die Standardabweichung dargestellt. Auf Grundlage dieser Ergebnisse wird vorerst angenommen, dass die Probe eine Cäsiumchlorid-Struktur besitzt.

Tabelle 7: Vergleich der Mittelwerte und Standardabweichungen.

Strukturen	Mittelwert / %	Standardabweichung / %
Steinsalz/Fluorit	1,02	0,61
Cäsiumchlorid	0,88	0,57

Wie in Kapitel 6.2 wird die Gitterkonstante a mit Hilfe von Gleichung (5) bestimmt und in Abbildung 7 aufgetragen. Die Fitparameter der verwendeten Ausgleichsfunktion (siehe 24) lauten:

$$b = (0,057 \pm 0,042) \text{ \AA} \quad (27)$$

$$c = (4,579 \pm 0,025) \text{ \AA} \quad (28)$$

Der nicht lineare Verlauf der Messdaten lässt auf einen Irrtum in der Zuweisung der Struktur schließen. Wird die Gitterkonstante a mit der Annahme bestimmt, dass eine Steinsalz/Fluorit-Struktur vorliegt, besteht wie in Abbildung 8 zu sehen der erwartete linearer Zusammenhang. Die dazugehörigen Fitparameter lauten:

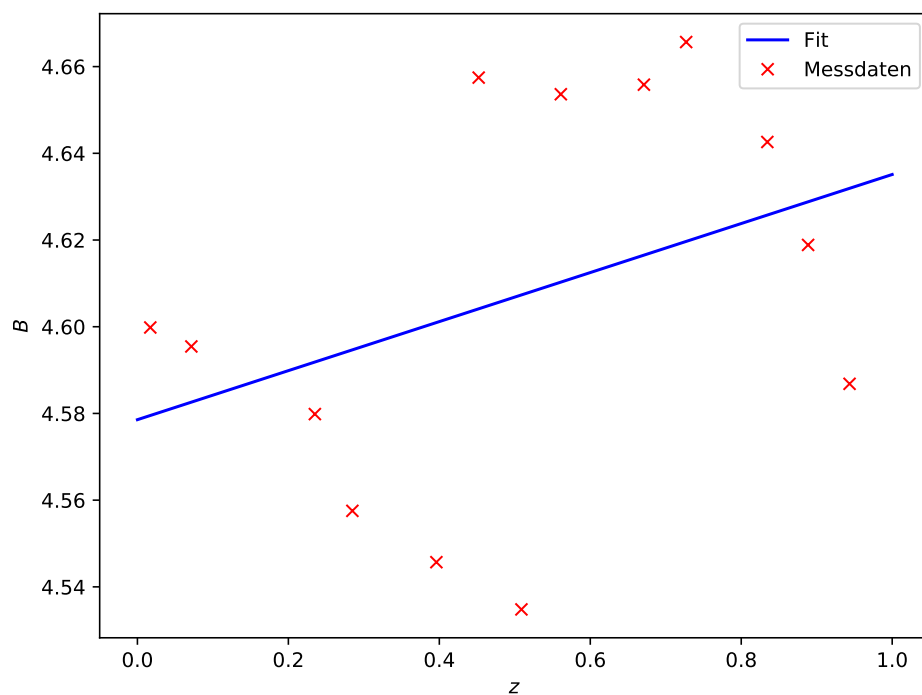


Abbildung 7: Messdaten und Fitergebnis unter der Annahme einer Cäsiumchlorid-Struktur.

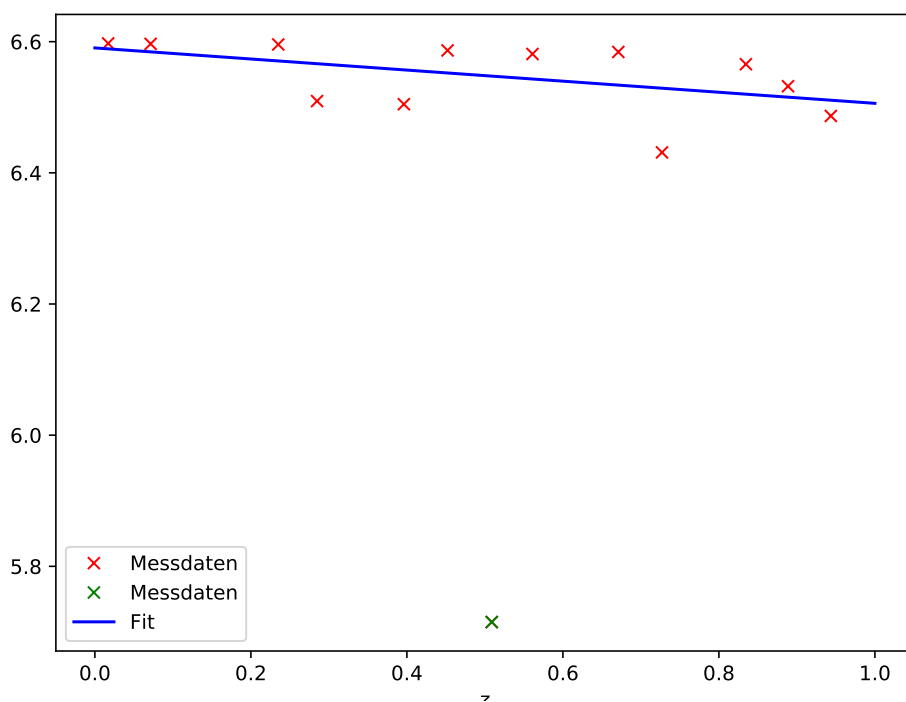


Abbildung 8: Messdaten und Fitergebnis unter der Annahme einer Steinsalz/Fluorit-Struktur.

$$b = (-0,085 \pm 0,047) \text{ \AA} \quad (29)$$

$$c = (6,590 \pm 0,028) \text{ \AA} \quad (30)$$

Der in der Abbildung grün markierte Messpunkt wird als zufälliger Ausreißer behandelt und geht somit nicht in die lineare Ausgleichsrechnung mit ein.

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. Bei der Analyse der Salzprobe konnte kein signifikanter Unterschied zwischen der Steinsalz/Fluorit- und der Cäsiumchlorid-Struktur festgestellt werden. Beim auftragen der Gitterkonstante a gegen $\cos(\theta)$ zeigte sich nicht der erwartete lineare Verlauf. Somit ist anzunehmen, dass die Metallprobe 9 eine Steinsalz/Fluorit-Struktur besitzt.

Literatur

- [1] *Gitterkonstanten*. https://www.tf.uni-kiel.de/matwis/amat/mw1_ge/kap_3/illustr/t3_1_1.html. Mai 2018.
- [2] 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/>.
- [3] Eric O. Lebigot. *Uncertainties: a Python package for calculations with uncertainties*. Version 2.4.6.1. URL: <http://pythonhosted.org/uncertainties/>.
- [4] *TU Dortmund - Fachbereich Physik : Fortgeschrittenenpraktikum Anleitung zu Versuch Nr. 23*. http://129.217.224.2/HOMEPAGE/Anleitung_FPBSc.html. Mai 2017.

Miller			m	m/m ₀	m/m ₀
1	0	0	1	0,577350269	0,5
1	1	0	1,414213562	0,816496581	0,707106781
1	1	1	1,732050808	1	0,866025404
2	0	0	2	1,154700538	1
2	1	0	2,236067977	1,290994449	1,118033989
2	1	1	2,449489743	1,414213562	1,224744871
2	2	0	2,828427125	1,632993162	1,414213562
2	2	1	3	1,732050808	1,5
2	2	2	3,464101615	2	1,732050808
3	0	0	3	1,732050808	1,5
3	1	0	3,16227766	1,825741858	1,58113883
3	1	1	3,31662479	1,914854216	1,658312395
3	2	0	3,605551275	2,081665999	1,802775638
3	2	1	3,741657387	2,160246899	1,870828693
3	2	2	4,123105626	2,380476143	2,061552813
3	3	0	4,242640687	2,449489743	2,121320344
3	3	1	4,358898944	2,516611478	2,179449472
3	3	2	4,69041576	2,708012802	2,34520788
3	3	3	5,196152423	3	2,598076211
4	0	0	4	2,309401077	2
4	1	0	4,123105626	2,380476143	2,061552813
4	1	1	4,242640687	2,449489743	2,121320344
4	2	0	4,472135955	2,581988897	2,236067977
4	2	1	4,582575695	2,645751311	2,291287847
4	2	2	4,898979486	2,828427125	2,449489743
4	3	0	5	2,886751346	2,5
4	3	1	5,099019514	2,943920289	2,549509757
4	3	2	5,385164807	3,109126351	2,692582404
4	3	3	5,830951895	3,366501646	2,915475947
4	4	0	5,656854249	3,265986324	2,828427125
4	4	1	5,744562647	3,31662479	2,872281323
4	4	2	6	3,464101615	3
4	4	3	6,403124237	3,696845502	3,201562119
4	4	4	6,92820323	4	3,464101615
5	0	0	5	2,886751346	2,5
5	1	0	5,099019514	2,943920289	2,549509757
5	1	1	5,196152423	3	2,598076211
5	2	0	5,385164807	3,109126351	2,692582404
5	2	1	5,477225575	3,16227766	2,738612788
5	2	2	5,744562647	3,31662479	2,872281323
5	3	0	5,830951895	3,366501646	2,915475947
5	3	1	5,916079783	3,415650255	2,958039892
5	3	2	6,164414003	3,559026084	3,082207001
5	3	3	6,557438524	3,785938897	3,278719262
5	4	0	6,403124237	3,696845502	3,201562119
5	4	1	6,480740698	3,741657387	3,240370349
5	4	2	6,708203932	3,872983346	3,354101966
5	4	3	7,071067812	4,082482905	3,535533906

Abbildung 9: Millerindizes und das theoretische Verhältnis nach 22 für die Steinsalz/Fluorit-Struktur (a). Die grün hinterlegten Felder stellen schwache und die rot hinterlegten Felder starke Reflexe dar.

Miller			m	m/m_0	m/m_0
1	0	0	1	0,577350269	0,5
1	1	0	1,414213562	0,816496581	0,707106781
1	1	1	1,732050808	1	0,866025404
2	0	0	2	1,154700538	1
2	1	0	2,236067977	1,290994449	1,118033989
2	1	1	2,449489743	1,414213562	1,224744871
2	2	0	2,828427125	1,632993162	1,414213562
2	2	1	3	1,732050808	1,5
2	2	2	3,464101615	2	1,732050808
3	0	0	3	1,732050808	1,5
3	1	0	3,16227766	1,825741858	1,58113883
3	1	1	3,31662479	1,914854216	1,658312395
3	2	0	3,605551275	2,081665999	1,802775638
3	2	1	3,741657387	2,160246899	1,870828693
3	2	2	4,123105626	2,380476143	2,061552813
3	3	0	4,242640687	2,449489743	2,121320344
3	3	1	4,358898944	2,516611478	2,179449472
3	3	2	4,69041576	2,708012802	2,34520788
3	3	3	5,196152423	3	2,598076211
4	0	0	4	2,309401077	2
4	1	0	4,123105626	2,380476143	2,061552813
4	1	1	4,242640687	2,449489743	2,121320344
4	2	0	4,472135955	2,581988897	2,236067977
4	2	1	4,582575695	2,645751311	2,291287847
4	2	2	4,898979486	2,828427125	2,449489743
4	3	0	5	2,886751346	2,5
4	3	1	5,099019514	2,943920289	2,549509757
4	3	2	5,385164807	3,109126351	2,692582404
4	3	3	5,830951895	3,366501646	2,915475947
4	4	0	5,656854249	3,265986324	2,828427125
4	4	1	5,744562647	3,31662479	2,872281323
4	4	2	6	3,464101615	3
4	4	3	6,403124237	3,696845502	3,201562119
4	4	4	6,92820323	4	3,464101615
5	0	0	5	2,886751346	2,5
5	1	0	5,099019514	2,943920289	2,549509757
5	1	1	5,196152423	3	2,598076211
5	2	0	5,385164807	3,109126351	2,692582404
5	2	1	5,477225575	3,16227766	2,738612788
5	2	2	5,744562647	3,31662479	2,872281323
5	3	0	5,830951895	3,366501646	2,915475947
5	3	1	5,916079783	3,415650255	2,958039892
5	3	2	6,164414003	3,559026084	3,082207001
5	3	3	6,557438524	3,785938897	3,278719262
5	4	0	6,403124237	3,696845502	3,201562119
5	4	1	6,480740698	3,741657387	3,240370349
5	4	2	6,708203932	3,872983346	3,354101966
5	4	3	7,071067812	4,082482905	3,535533906

Abbildung 10: Millerindizes für die Steinsalz/Fluorit-Struktur (b).

Miller			m	m/m_0	m/m_0
1	0	0	1	0,707106781	1
1	1	0	1,414213562	1	1,414213562
1	1	1	1,732050808	1,224744871	1,732050808
2	0	0	2	1,414213562	2
2	1	0	2,236067977	1,58113883	2,236067977
2	1	1	2,449489743	1,732050808	2,449489743
2	2	0	2,828427125	2	2,828427125
2	2	1	3	2,121320344	3
2	2	2	3,464101615	2,449489743	3,464101615
3	0	0	3	2,121320344	3
3	1	0	3,16227766	2,236067977	3,16227766
3	1	1	3,31662479	2,34520788	3,31662479
3	2	0	3,605551275	2,549509757	3,605551275
3	2	1	3,741657387	2,645751311	3,741657387
3	2	2	4,123105626	2,915475947	4,123105626
3	3	0	4,242640687	3	4,242640687
3	3	1	4,358898944	3,082207001	4,358898944
3	3	2	4,69041576	3,31662479	4,69041576
3	3	3	5,196152423	3,674234614	5,196152423
4	0	0	4	2,828427125	4
4	1	0	4,123105626	2,915475947	4,123105626
4	1	1	4,242640687	3	4,242640687
4	2	0	4,472135955	3,16227766	4,472135955
4	2	1	4,582575695	3,240370349	4,582575695
4	2	2	4,898979486	3,464101615	4,898979486
4	3	0	5	3,535533906	5
4	3	1	5,099019514	3,605551275	5,099019514
4	3	2	5,385164807	3,807886553	5,385164807
4	3	3	5,830951895	4,123105626	5,830951895
4	4	0	5,656854249	4	5,656854249
4	4	1	5,744562647	4,062019202	5,744562647
4	4	2	6	4,242640687	6
4	4	3	6,403124237	4,527692569	6,403124237
4	4	4	6,92820323	4,898979486	6,92820323
5	0	0	5	3,535533906	5
5	1	0	5,099019514	3,605551275	5,099019514
5	1	1	5,196152423	3,674234614	5,196152423
5	2	0	5,385164807	3,807886553	5,385164807
5	2	1	5,477225575	3,872983346	5,477225575
5	2	2	5,744562647	4,062019202	5,744562647
5	3	0	5,830951895	4,123105626	5,830951895
5	3	1	5,916079783	4,183300133	5,916079783
5	3	2	6,164414003	4,358898944	6,164414003
5	3	3	6,557438524	4,636809248	6,557438524
5	4	0	6,403124237	4,527692569	6,403124237
5	4	1	6,480740698	4,582575695	6,480740698
5	4	2	6,708203932	4,74341649	6,708203932
5	4	3	7,071067812	5	7,071067812

Abbildung 11: Millerindizes und das theoretische Verhältnis nach 22 für die Caesium-Struktur (a). Die grün hinterlegten Felder stellen schwache und die rot hinterlegten Felder starke Reflexe dar. 22

5	4	4	7,549834435	5,338539126	7,549834435
5	5	1	7,141428429	5,049752469	7,141428429
5	5	2	7,348469228	5,196152423	7,348469228
5	5	3	7,681145748	5,431390246	7,681145748
5	5	4	8,124038405	5,744562647	8,124038405
5	5	5	8,660254038	6,123724357	8,660254038

Abbildung 12: Millerindizes für die Caesium-Struktur (b).

Miller			m	m/m_0	m/m_0
1	0	0	1	0,577350269	0,5
1	1	0	1,414213562	0,816496581	0,707106781
1	1	1	1,732050808	1	0,866025404
2	0	0	2	1,154700538	1
2	1	0	2,236067977	1,290994449	1,118033989
2	1	1	2,449489743	1,414213562	1,224744871
2	2	0	2,828427125	1,632993162	1,414213562
2	2	1	3	1,732050808	1,5
2	2	2	3,464101615	2	1,732050808
3	0	0	3	1,732050808	1,5
3	1	0	3,16227766	1,825741858	1,58113883
3	1	1	3,31662479	1,914854216	1,658312395
3	2	0	3,605551275	2,081665999	1,802775638
3	2	1	3,741657387	2,160246899	1,870828693
3	2	2	4,123105626	2,380476143	2,061552813
3	3	0	4,242640687	2,449489743	2,121320344
3	3	1	4,358898944	2,516611478	2,179449472
3	3	2	4,69041576	2,708012802	2,34520788
3	3	3	5,196152423	3	2,598076211
4	0	0	4	2,309401077	2
4	1	0	4,123105626	2,380476143	2,061552813
4	1	1	4,242640687	2,449489743	2,121320344
4	2	0	4,472135955	2,581988897	2,236067977
4	2	1	4,582575695	2,645751311	2,291287847
4	2	2	4,898979486	2,828427125	2,449489743
4	3	0	5	2,886751346	2,5
4	3	1	5,099019514	2,943920289	2,549509757
4	3	2	5,385164807	3,109126351	2,692582404
4	3	3	5,830951895	3,366501646	2,915475947
4	4	0	5,656854249	3,265986324	2,828427125
4	4	1	5,744562647	3,31662479	2,872281323
4	4	2	6	3,464101615	3
4	4	3	6,403124237	3,696845502	3,201562119
4	4	4	6,92820323	4	3,464101615
5	0	0	5	2,886751346	2,5
5	1	0	5,099019514	2,943920289	2,549509757
5	1	1	5,196152423	3	2,598076211
5	2	0	5,385164807	3,109126351	2,692582404
5	2	1	5,477225575	3,16227766	2,738612788
5	2	2	5,744562647	3,31662479	2,872281323
5	3	0	5,830951895	3,366501646	2,915475947
5	3	1	5,916079783	3,415650255	2,958039892
5	3	2	6,164414003	3,559026084	3,082207001
5	3	3	6,557438524	3,785938897	3,278719262
5	4	0	6,403124237	3,696845502	3,201562119
5	4	1	6,480740698	3,741657387	3,240370349
5	4	2	6,708203932	3,872983346	3,354101966
5	4	3	7,071067812	4,082482905	3,535533906

Abbildung 13: Millerindizes und das theoretische Verhältnis nach 22 für die Zinkblende-Struktur (a). Die grün hinterlegten Felder stellen schwache und die rot hinterlegten Felder starke Reflexe dar.

5	4	4	7,549834435	4,358898944	3,774917218
5	5	1	7,141428429	4,123105626	3,570714214
5	5	2	7,348469228	4,242640687	3,674234614
5	5	3	7,681145748	4,434711565	3,840572874
5	5	4	8,124038405	4,69041576	4,062019202
5	5	5	8,660254038	5	4,330127019
6	0	0	6	3,464101615	3
6	1	0	6,08276253	3,511884584	3,041381265
6	1	1	6,164414003	3,559026084	3,082207001
6	2	0	6,32455532	3,651483717	3,16227766
6	2	1	6,403124237	3,696845502	3,201562119
6	2	2	6,633249581	3,829708431	3,31662479
6	3	0	6,708203932	3,872983346	3,354101966
6	3	1	6,782329983	3,915780041	3,391164992
6	3	2	7	4,041451884	3,5
6	3	3	7,348469228	4,242640687	3,674234614
6	4	0	7,211102551	4,163331999	3,605551275
6	4	1	7,280109889	4,203173404	3,640054945
6	4	2	7,483314774	4,320493799	3,741657387
6	4	3	7,810249676	4,509249753	3,905124838
6	4	4	8,246211251	4,760952286	4,123105626
6	5	0	7,810249676	4,509249753	3,905124838
6	5	1	7,874007874	4,546060566	3,937003937
6	5	2	8,062257748	4,654746681	4,031128874
6	5	3	8,366600265	4,830458915	4,183300133
6	5	4	8,774964387	5,066228051	4,387482194
6	5	5	9,273618495	5,354126135	4,636809248
6	6	0	8,485281374	4,898979486	4,242640687
6	6	1	8,544003745	4,932882862	4,272001873
6	6	2	8,717797887	5,033222957	4,358898944
6	6	3	9	5,196152423	4,5
6	6	4	9,38083152	5,416025603	4,69041576
6	6	5	9,848857802	5,686240703	4,924428901
6	6	6	10,39230485	6	5,196152423

Abbildung 14: Millerindizes für die Zinblenden-Struktur (b).