

Versuchsprotokoll zum Versuch Nr. 41

## **Debye-Scherrer-Aufnahmen**

Johannes Kollek	Jean-Marco Alameddine
johannes.kollek@udo.edu	jean-marco.alameddine@udo.edu

Durchführung: 22.04.2017

TU Dortmund – Fakultät Physik

# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Zielsetzung</b>	<b>3</b>
<b>2</b>	<b>Theorie</b>	<b>3</b>
2.1	Grundlegende Begriffe zur Beschreibung von Kristallstrukturen . . . . .	3
2.2	Kubische Kristallstrukturen . . . . .	3
2.3	Millersche Indices und Netzebenen . . . . .	4
2.4	Beugung von Röntgenstrahlen an den Netzebenen . . . . .	5
<b>3</b>	<b>Aufbau und Durchführung</b>	<b>8</b>
3.1	Aufbau . . . . .	8
3.1.1	Aufbau der Aufnahmekamera für das Debeye-Scherrer-Verfahren . . . . .	8
3.1.2	Qualitative Beschreibung möglicher systematischer Fehler . . . . .	9
3.2	Durchführung . . . . .	10
3.2.1	Präparation der Proben und Messvorgang . . . . .	10
3.2.2	Entwicklung des Fotofilms . . . . .	10
<b>4</b>	<b>Auswertung</b>	<b>11</b>
4.1	Auswertung der Metallprobe . . . . .	11
4.2	Auswertung der Salzprobe . . . . .	16
<b>5</b>	<b>Diskussion</b>	<b>20</b>
5.1	Diskussion der Messung der Metallprobe . . . . .	20
5.2	Diskussion der Messung der Salzprobe . . . . .	20
5.3	Fazit . . . . .	21
	<b>Literatur</b>	<b>22</b>

# 1 Zielsetzung

Im folgenden Versuch soll das Kristallgitter eines Metalls und eines Salzes untersucht werden. Hierzu wird das Debye-Scherrer-Verfahren verwendet, welches auf der Beugung von Röntgenstrahlen am Raumgitter der Kristalle beruht. Das entstehende Interferenzmuster liefert somit Hinweise auf die Struktur des Gitters und die Gitterkonstante.

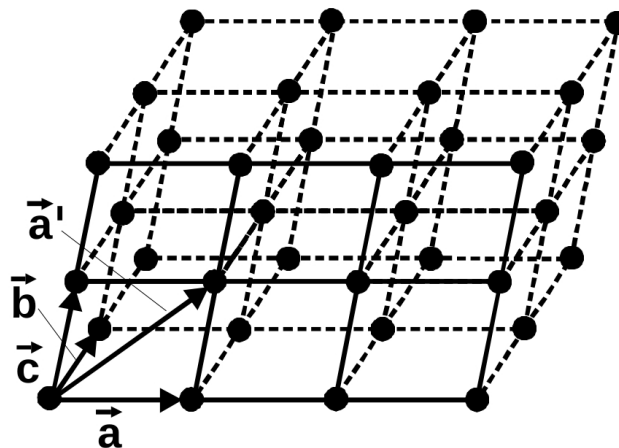
## 2 Theorie

### 2.1 Grundlegende Begriffe zur Beschreibung von Kristallstrukturen

Ein Kristall besteht aus einer periodischen Anordnung einer Basis, welche aus einzelnen Atomen oder Atomgruppen bestehen kann. Demnach ist die Kristallstruktur bekannt, wenn die Form der periodischen Anordnung, welche Gitter genannt wird, und die Basis bekannt sind. Das Gitter kann über eine Linearkombination  $\vec{t}$  der fundamentalen Translationen  $\vec{a}$ ,  $\vec{b}$ ,  $\vec{c}$

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

mit ganzzahligen  $n_1$ ,  $n_2$ ,  $n_3$  beschrieben werden. Dies ist in Abbildung 1 dargestellt. Jeder



**Abbildung 1:** Darstellung eines Punktgitters durch die fundamentalen Translationen  $\vec{a}$ ,  $\vec{b}$ ,  $\vec{c}$ .  $\vec{a}'$ ,  $\vec{b}$ ,  $\vec{c}$  wäre auch eine Möglichkeit [4].

Vektor  $\vec{t}$  überführt dabei einen Gitterpunkt in einen anderen. Das Parallelepiped, welches durch die Vektoren  $\vec{t}$  aufgespannt wird und die minimalste Anzahl an Gitterpunkten enthält, wird Einheitszelle genannt. Beinhaltet dieses nur ein Atom, so ist die Rede von einer primitiven Einheitszelle. Insgesamt lassen sich alle Gitter ihrer Symmetrie nach in 14 verschiedene Gittertypen (Bravais-Gitter) und der Form der Einheitszelle in 7 Gittertypen einordnen. In diesem Versuch werden kubische Kristallstrukturen untersucht.

### 2.2 Kubische Kristallstrukturen

Typisch für kubische Gitter ist, dass die Vektoren der fundamentalen Translationen orthogonal aufeinander stehen und diese alle dieselbe Länge besitzen, welche Gitterkonstante genannt wird. Neben dem kubisch-primitiven (SC) Gitter, welches in jeder Ecke ein Achtel eines Atoms aufweist,

existieren noch das kubisch-raumzentrierte (BCC) und das kubisch-flächenzentrierte (FCC) Gitter. Das raumzentrierte Gitter enthält im Vergleich zum primitiven noch ein Atom in der Würfelmitte. In Einheiten der Länge der fundamentalen Translationen befinden sich die Atome der Einheitszelle bei

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

Das flächenzentrierte Gitter enthält zusätzliche Atome auf den Mitten der Flächen des Würfels. Die Atome der Einheitszelle befinden sich demnach bei

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

Durch die Kombination von flächenzentrierten Gittern entstehen weitere Strukturen. Die Diamant-Struktur besteht aus zwei flächenzentrierten Gittern, welche um ein Viertel der Raumdiagonalen zueinander verschoben sind. Es ergeben sich demnach acht Atome pro Einheitszelle, welche sich auf den Positionen

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

$$B = A + \frac{1}{4}(1, 1, 1)$$

befinden. Eine weitere Struktur ist die Zinkblende-Struktur, welche aus der Diamant-Struktur hervorgeht, wenn die Atome auf den Punktgruppen  $A$  und  $B$  aus verschiedenen Atomen bestehen. Die Steinsalz-Struktur ist genauso wie die Zinkblende-Struktur, nur sind hier die Untergitter um eine halbe Raumdiagonale zueinander verschoben,

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

$$B = A + \frac{1}{2}(1, 1, 1).$$

Des Weiteren existiert noch die Fluorid-Struktur, welche ebenfalls aus zwei verschiedenen Atomarten besteht. Sie enthält jedoch drei flächenzentrierte Untergitter, welche um ein Viertel bzw. drei Viertel der Raumdiagonalen zueinander verschoben sind,

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

$$B = \frac{1}{4} \{ (1, 1, 1), (3, 3, 1), (3, 1, 3), (1, 3, 3), (3, 3, 3), (1, 1, 3), (1, 3, 1), (3, 1, 1) \}.$$

Zuletzt soll noch die Cäsiumchlorid-Struktur angesprochen werden. Diese besteht aus zwei unterschiedlich besetzten kubisch-primitiven Gittern, welche um eine halbe Raumdiagonale zueinander verschoben sind,

$$A = (0, 0, 0)$$

$$B = \frac{1}{2}(1, 1, 1).$$

## 2.3 Millersche Indices und Netzebenen

Eine Netzebene in einem Kristall beschreibt eine Ebene, in der die Schwerpunkte von Atomen liegen. Die Menge äquidistanter Netzebenen wird als Netzebenenschar bezeichnet. Diese werden

durch Millersche Indices ( $hkl$ ) beschrieben, welche entstehen, wenn die Kehrwerte relativer Achsenabschnitte mit dem kleinsten gemeinsamen Nenner multipliziert werden, sodass ganze Zahlen entstehen. Wird eine Achse erst im Unendlichen geschnitten, so lautet der Miller Index 0; negative Werte werden mit einem Strich oberhalb des Index dargestellt, z.B.  $\bar{h}$ . Da die Achsen in einem Abstand zum Ursprung von

$$\begin{aligned}d_1 &= \frac{a}{h}, \\d_2 &= \frac{b}{k}, \\d_3 &= \frac{c}{l}\end{aligned}$$

geschnitten werden, ergibt sich nach einigen geometrischen Überlegungen der Abstand der Netzebenen einer Schar zu

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

und, da in einem kubischen Gitter alle Gitterkonstanten gleich lang sind,  $a = b = c$ ,

$$d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}. \quad (3)$$

## 2.4 Beugung von Röntgenstrahlen an den Netzebenen

Wird ein Probenmaterial Röntgenstrahlung ausgesetzt, so tritt die Strahlung in Wechselwirkung mit den Atomkernen und Elektronen im Material. Es handelt sich hierbei um einen Streuprozess, bei dem die geladenen Teilchen im Material zu Schwingungen angeregt werden und dementsprechend ebenfalls Strahlung emittieren. Hierbei entstehen Interferenzeffekte und folglich Auslöschung und Verstärkung der emittierten Strahlung in Abhängigkeit der räumlichen Struktur des bestrahlten Körpers. Die zu Schwingungen angeregten geladenen Teilchen können als Hertzsche Dipole aufgefasst werden. Wegen des Zusammenhangs der Intensität  $I$  der emittierten Strahlung und der Masse  $m$  des schwingenden Teilchens,

$$I \sim \frac{1}{m^2},$$

wird effektiv nur an den Elektronen in den Atomhüllen gestreut. Der naive Ansatz, dass die gesamte emittierte Strahlung eines Atoms  $I_a$  proportional zur Ordnungszahl  $z$  ist, schlägt fehl, da die Wellenlänge der Röntgenstrahlung in der Größenordnung der Ausdehnung der Elektronenhülle liegt. Daher werden die einzelnen Elektronen in der Hülle zeitversetzt zu Schwingungen angeregt. Dieser Phasenunterschied spiegelt sich in einer verminderten Intensität wider, welche materialabhängig ist und durch den Atomformfaktor  $f$  wiedergegeben wird. Es ergibt sich der Zusammenhang gegenüber der Intensität  $I_e$  durch die Streuung an einem einzelnen Elektron zu

$$f^2 \left( z, \frac{\sin \Theta}{\lambda} \right) = \frac{I_a}{I_e}. \quad (4)$$

Der Atomformfaktor hängt von der Ordnungszahl  $z$ , der Wellenlänge  $\lambda$  und dem Streuwinkel  $\Theta$ , unter dem Strahlung auf die Netzebene trifft, ab. Genauer ist  $f$  die Fouriertransformierte der Ladungsverteilung  $\rho(\vec{r})$  der Elektronenhülle im Bezug auf die Phasendifferenz  $\Delta\phi$  zweier Punkte, an denen gestreut wird,

$$f = \int e^{-i\Delta\phi} \rho(\vec{r}) d^3r. \quad (5)$$

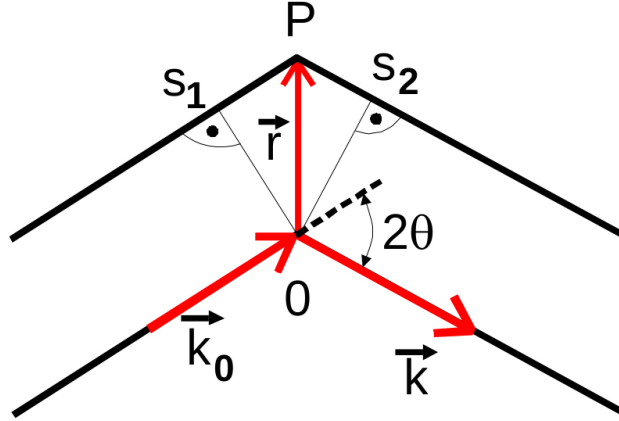
Der Phasenunterschied ergibt sich aus dem Gangunterschied  $\Delta s$  der gestreuten Wellen,

$$\Delta\phi = 2\pi \frac{\Delta s}{\lambda}. \quad (6)$$

Aus Abbildung 2 ergibt sich für den Gangunterschied die Beziehung

$$\Delta s = s_1 + s_2 = \vec{r} \cdot \left( \frac{\vec{k}}{|\vec{k}|} - \frac{\vec{k}_0}{|\vec{k}_0|} \right). \quad (7)$$

Unter der Annahme elastischer Streuung,



**Abbildung 2:** Darstellung der Streuung an zwei Punkten zur Berechnung des Gangunterschiedes  $\Delta s$  [4].

$$|\vec{k}| = |\vec{k}_0| = \frac{1}{\lambda}, \quad (8)$$

folgt letztendlich für die Phasendifferenz

$$\Delta\phi = 2\pi \vec{r} \cdot (\vec{k} - \vec{k}_0). \quad (9)$$

Außerdem folgt aus geometrischen Überlegungen

$$|\vec{k} - \vec{k}_0| = \frac{2 \sin \Theta}{\lambda}. \quad (10)$$

Die Streuamplitude  $A$  ergibt sich nun durch die Summe über alle Positionen  $\vec{r}_j$  der Atome in einer Einheitszelle,

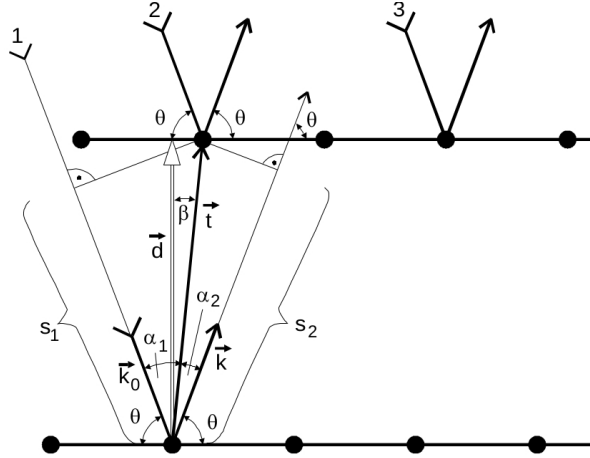
$$A = \sum_j f_j e^{-2\pi i \vec{r}_j \cdot (\vec{k} - \vec{k}_0)} I_e = \sum_j f_j e^{-2\pi i (x_j \vec{a} + y_j \vec{b} + z_j \vec{c}) \cdot (\vec{k} - \vec{k}_0)} I_e. \quad (11)$$

Diese hängt nun wegen des Zusammenhangs (10) vom Einfallswinkel  $\Theta$  zur Netzebene ab. Zur Veranschaulichung wird Abbildung 3 hinzugezogen. Konstruktive Interferenz kann hierbei nur auftreten, wenn die beiden Strahlen 1 und 2, welche von zwei unterschiedlichen Netzebenen einer Schar reflektiert werden, einen Gangunterschied besitzen, welcher ganzzahlige Vielfache der Wellenlänge  $\lambda$  beträgt. Mithilfe der geometrischen Überlegungen

$$\alpha_1 + \alpha_2 = \pi - 2\Theta, \quad (12)$$

$$\alpha_2 + \beta = \frac{\pi}{2} - \Theta, \quad (13)$$

$$\Delta s = s_1 + s_2 = t(\cos \alpha_1 + \cos \alpha_2) = 2t \cos \beta \sin \Theta \quad (14)$$



**Abbildung 3:** Abbildung zur Herleitung der Braggschen Bedingung im Bezug auf zwei einfallende Strahlen mit den Ziffern 1 und 2 zur Kennzeichnung [4].

ergibt sich die Braggsche Bedingung

$$n\lambda = 2d \sin \Theta, \quad n \in \mathbb{N}. \quad (15)$$

Diese kann ebenfalls mithilfe des reziproken Gitters

$$\vec{g} = \vec{k} - \vec{k}_0 = h\vec{A} + k\vec{B} + l\vec{C} \quad (16)$$

mit

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

ausgedrückt werden. Für die Strukturamplitude  $S$  pro Intensität eines einzelnen Elektrons ergibt sich somit

$$S(hkl) = \sum_j f_j e^{-2\pi i \vec{r}_j \cdot (\vec{k} - \vec{k}_0)} = \sum_j f_j e^{-2\pi i (hx_j + ky_j + lz_j)}. \quad (17)$$

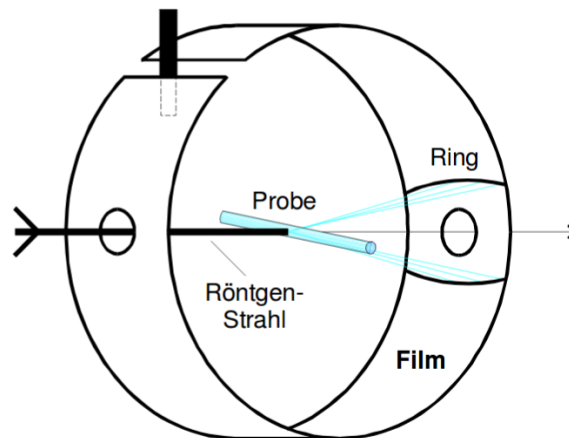
Falls  $S(hkl)$  für eine bestimmte Netzebene verschwindet, können also keine Reflexe durch diese Netzebene im Hinblick auf die Kristallstruktur berücksichtigt durch  $\vec{r}_j = (x_j, y_j, z_j)$  auftreten. Formel (17) liefert demnach ein wichtiges Kriterium in der Strukturbestimmung eines Kristalls. [4]

## 3 Aufbau und Durchführung

### 3.1 Aufbau

#### 3.1.1 Aufbau der Aufnahmekamera für das Debye-Scherrer-Verfahren

Im vorliegenden Versuchsaufbau wird die Kristallstrukturbestimmung mithilfe des Debye-Scherrer-Verfahrens durchgeführt. Hierzu wird eine kristalline Probe mit einem monochromatischen Röntgenstrahl bestrahlt. Dabei befindet sich die Probe in einer zylindrischen Aufnahmekamera, wie es in Abbildung 4 dargestellt ist.



**Abbildung 4:** Skizze der zylindrischen Aufnahmekamera zur Durchführung der Debye-Scherrer-Aufnahmen [4].

Der Röntgenstrahl wird durch ein Kollimatorrohr so gebündelt, dass er auf die Probe innerhalb der Aufnahmekamera fokussiert wird.

Damit die Streuung an einer Netzebene möglich ist, muss unter anderem die Braggbedingung (15) für Einfallswinkel und Ausfallswinkel erfüllt sein. Um die Wahrscheinlichkeit, eine Interferenz zu beobachten, zu erhöhen, befindet sich die Probe in polykristalliner Form. Dazu wird das Präparat, ggf. mit einem Mörser zerkleinert, auf einem kleinen Glaszylinder in einer dünnen Pulverschicht aufgetragen. Hierdurch ist die Position der Netzebenen zur Strahlachse statistisch verteilt sodass die Braggbedingung mit größerer Wahrscheinlichkeit erfüllt wird.

Durch die Streuung der Röntgenstrahlen an den einzelnen Netzebenen entstehen Interferenzkegel. Diese können mit einem am Rand der Aufnahmekamera angebrachten Film beobachtet und somit vermessen werden.

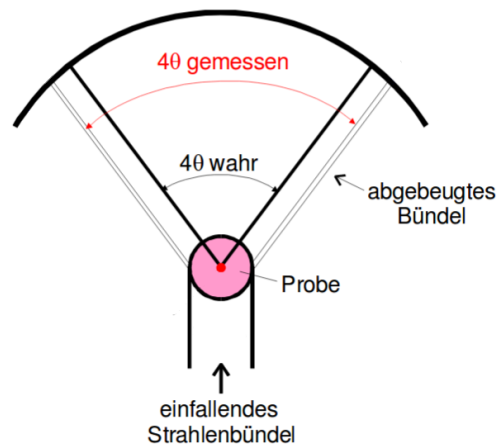
Das Auftreten und insbesondere Verschwinden von bestimmten Interferenzen lässt dann auf die Struktur des Kristalls schließen.

Um eine möglichst gleichmäßige Belichtung des Films zu ermöglichen und die Wahrscheinlichkeit für eine Reflexion weiter zu erhöhen wird die Probe während der Aufnahme mit einem Motor um die eigene Achse gedreht.



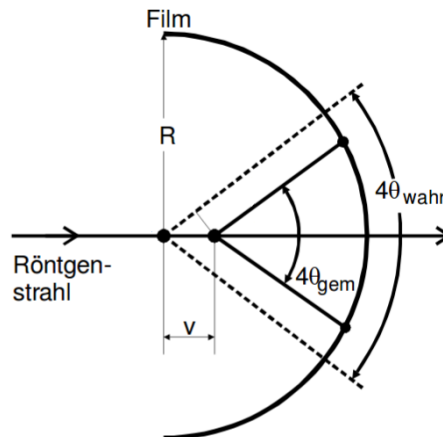
### 3.1.2 Qualitative Beschreibung möglicher systematischer Fehler

Bei der Messung mit der oben beschriebenen Methode können insbesondere zwei systematische Fehler auftreten. Zunächst ist zu beachten, dass die Probe auf einem Zylinder endlicher Größe aufgetragen ist und die Reflexion effektiv nur am Rand der Probenschicht stattfindet (ansonsten tritt Absorption auf). Dies führt dazu, dass der gemessene Winkel des Interferenzkegels als zu groß gemessen wird, wie in Abbildung 5 dargestellt ist.



**Abbildung 5:** Systematischer Fehler bei der Messung des Winkels des Interferenzkegels durch die endliche Breite der Probe [4].

Der zweite systematische Fehler kann entstehen, falls die Achse der Probe nicht mit der Achse der Aufnahmekamera zusammenfällt, sondern in Strahlrichtung verschoben ist. Auch dies führt zu einem fehlerhaft gemessenen Winkel, wie in Abbildung 6 dargestellt ist.



**Abbildung 6:** Systematischer Fehler bei der Messung des Winkels des Interferenzkegels durch eine mögliche Verschiebung der Achsen der Aufnahmekamera und der Probe [4]. Der Abstand der Achsen in Strahlrichtung ist in der Skizze mit  $v$  bezeichnet.

## 3.2 Durchführung

### 3.2.1 Präparation der Proben und Messvorgang

Vor der jeweiligen Messung wird die Aufnahmekamera präpariert. Im ersten Versuchsteil wird die Probe mit der Aufschrift *Probe 4*, im zweiten Versuchsteil die Probe mit der Aufschrift *Salz 1* verwendet. Zunächst wird die Probe mit einem Mörser zerkleinert und danach in einer dünnen Schicht mit Vaseline auf einem Glaszylinder befestigt. Dieser wird in die Mitte der Aufnahmekamera befestigt. Mithilfe einer Justierschraube und einer Lampe wird sichergestellt, dass die Probe mittig in der Aufnahmekamera und somit im Strahlengang liegt. Anschließend wird der Film unter Rotlicht auf der Innenseite der Aufnahmekamera befestigt und die Kamera verschlossen. Die erste Probe wird für 2 Stunden, die zweite Probe für 4 Stunden mit einem monochromatischen Röntgenstrahl bestrahlt.

Die verwendete Röntgenröhre besitzt eine Kupferanode. Dessen  $K_\beta$ -Linie wird mithilfe eines  $\beta$ -Filters gefiltert, sodass lediglich die  $K_\alpha$ -Strahlung mit den Wellenlängen

$$\lambda_{\alpha,1} = 1,540\,93\,\text{\AA}$$

$$\lambda_{\alpha,2} = 1,544\,89\,\text{\AA}$$

die Probe erreicht.

### 3.2.2 Entwicklung des Fotofilms

Der belichtete Fotofilm muss um ausgewertet werden zu können entwickelt werden. Hierfür werden mehrere Flüssigkeiten verwendet. Zunächst wird der Film mit Fotoentwickler in Kontakt gebracht, danach mit einem Unterbrecher und zum Schluss mit einem Fixierer. Zwischen dem Kontakt mit diesen Chemikalien wird der Film jeweils mit Wasser abgespült. Anschließend wird der fertig entwickelte Film getrocknet.

## 4 Auswertung

### 4.1 Auswertung der Metallprobe

Um zu untersuchen, um welches Metall es sich bei *Probe 4* handelt, müssen zunächst die Netzebenen bekannt sein, für die die Strukturamplitude (17) nicht verschwindet. Für verschiedene Gitter sind einige dieser Netzebenen, in aufsteigender Ordnung, in Tabelle 1 aufgetragen.

**Tabelle 1:** Mögliche Netzebenen an denen Reflexe auftreten können für verschiedene Gitterstrukturen. Es sind nur niedrige Ordnungen aufgetragen.

FCC	BCC	SC	DIA
(111)	(110)	(100)	(111)
(200)	(200)	(110)	(220)
(220)	(211)	(111)	(311)
(311)	(220)	(200)	(400)
(222)	(310)	(210)	(331)
(400)	(222)	(211)	(422)
(331)	(321)	(220)	(333)
(420)	(400)	(221)	(440)
(422)	(330)	(310)	(531)
(333)	(420)	(311)	(620)
(440)	(332)	(222)	(533)
(531)	(422)	(320)	(444)
(442)	(431)	(321)	(551)
(620)	(521)	(400)	(642)
(533)	(440)	(322)	(553)
(622)	(433)	(330)	(800)
(444)		(331)	(733)
(551)		(420)	(660)
(640)		(421)	(555)
(642)		(332)	(840)
(553)		(422)	(753)
		(430)	
		(431)	
		(333)	

Aus den gemessenen Radien  $R_{\text{gem}}$  der entstehenden Ringe kann der Winkel  $\Theta$  der Reflexe im Bogenmaß nach der Formel

$$\Theta = \frac{R_{\text{gem}}}{2R_{\text{Kamera}}} \quad (18)$$

mit dem Kameraradius [4]

$$R_{\text{Kamera}} = 57,3 \text{ mm}$$

berechnet werden. Der Netzebenenabstand  $d$  kann nun über die Braggbedingung (15) berechnet werden, wobei hier die Annahme getroffen wird, dass alle Reflexe in erster Ordnung zu sehen sind. Die Formel (3), welche hier umparametrisiert wird,

$$d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} := \frac{a}{m} \quad (19)$$

stellt den Zusammenhang vom Netzebenenabstand zur Netzebene her. Unter der Annahme, dass der größte gemessene Netzebenenabstand (d.h. der kleinste beobachtete Winkel  $\Theta$ ) zur Netzebenenchar mit dem kleinsten möglichen  $m$  gehört, kann nun der Quotient zu anderen Netzebenenabständen gebildet werden, um eine Strukturanalyse zu gewährleisten, welche unabhängig von der Gitterkonstante  $a$  ist. In dem verwendeten Algorithmus zur Bestimmung der Gitterstruktur wird für alle möglichen Strukturen das Verhältnis der gemessenen Netzebenenabstände zum größten Netzebenenabstand ( $d_1/d_i$ ) mit allen möglichen Verhältnissen des Wertes  $m$  zum kleinsten Wert von  $m$  ( $m_i/m_1$ ) verglichen. Die Netzebenenchar mit der kleinsten relativen Abweichung wird als Herkunft des Reflexes identifiziert. Der Grund, weshalb die beobachteten Reflexe nicht direkt den  $m$  in aufsteigender Reihenfolge zugeordnet werden liegt daran, dass möglicherweise Reflexe übersehen werden, da diese eine zu geringe Intensität aufweisen. Als Maß zur Übereinstimmung wird das Mittel der relativen Fehler der Verhältnisse verwendet. Da es bei dieser Methode möglich ist, dass einer Netzebene mehrere Reflexe zugeordnet werden können, gilt auch die Eindeutigkeit der Zuordnung als Qualitätsmaß der Bestimmung. Die Ergebnisse für verschiedene mögliche Gitterstrukturen sind in den Tabellen 2, 3, 4 und 5 dargestellt.

**Tabelle 2:** Gemessene Reflexe  $\Theta$  und die daraus berechneten Netzebenenabstände  $d$  im Vergleich zur BCC-Gitterstruktur.

$\Theta$ / rad	$d$ / Å	$d_1/d_i$	$m_i/m_1$	Netzebene	$a$ / Å
1,36	0,79	2,53	2,45	(222)	2,73
1,26	0,81	2,46	2,45	(222)	2,80
1,05	0,89	2,25	2,24	(310)	2,81
0,87	1,01	1,97	2,00	(220)	2,86
0,40	1,99	1,00	1,00	(110)	2,82
0,46	1,74	1,14	1,00	(110)	2,46
0,67	1,24	1,61	1,73	(211)	3,03
0,81	1,06	1,88	2,00	(220)	3,01

**Tabelle 3:** Gemessene Reflexe  $\Theta$  und die daraus berechneten Netzebenenabstände  $d$  im Vergleich zu der SC-Gitterstruktur.

$\Theta$ / rad	$d$ / Å	$d_1/d_i$	$m_i/m_1$	Netzebene	$a$ / Å
1,36	0,79	2,53	2,45	(211)	1,93
1,26	0,81	2,46	2,45	(211)	1,98
1,05	0,89	2,25	2,24	(210)	1,99
0,87	1,01	1,97	2,00	(200)	2,02
0,40	1,99	1,00	1,00	(100)	1,99
0,46	1,74	1,14	1,00	(100)	1,74
0,67	1,24	1,61	1,73	(111)	2,14
0,81	1,06	1,88	2,00	(200)	2,13

Die gemittelten relativen Fehler der gemessenen zu den theoretischen Verhältnissen lauten hierbei

$$\begin{aligned}
\delta f_{\text{BCC}} &= 4,02 \%, \\
\delta f_{\text{SC}} &= 4,02 \%, \\
\delta f_{\text{DIA}} &= 7,08 \%, \\
\delta f_{\text{FCC}} &= 1,41 \%.
\end{aligned}$$

**Tabelle 4:** Gemessene Reflexe  $\Theta$  und die daraus berechneten Netzebenenabstände  $d$  im Vergleich zur Diamant-Gitterstruktur.

$\Theta$ / rad	$d$ / Å	$d_1/d_i$	$m_i/m_1$	Netzebene	$a$ / Å
1,36	0,79	2,53	2,52	(331)	3,44
1,26	0,81	2,46	2,52	(331)	3,53
1,05	0,89	2,25	2,31	(400)	3,55
0,87	1,01	1,97	1,91	(311)	3,35
0,40	1,99	1,00	1,00	(111)	3,45
0,46	1,74	1,14	1,00	(111)	3,02
0,67	1,24	1,61	1,63	(220)	3,50
0,81	1,06	1,88	1,91	(311)	3,52

**Tabelle 5:** Gemessene Reflexe  $\Theta$  und die daraus berechneten Netzebenenabstände  $d$  im Vergleich zu der FCC-Gitterstruktur.

$\Theta$ / rad	$d$ / Å	$d_1/d_i$	$m_i/m_1$	Netzebene	$a$ / Å
1,36	0,79	2,53	2,52	(331)	3,44
1,26	0,81	2,46	2,52	(331)	3,62
1,05	0,89	2,25	2,31	(400)	3,55
0,87	1,01	1,97	2,00	(222)	3,50
0,40	1,99	1,00	1,00	(111)	3,45
0,46	1,74	1,14	1,15	(200)	3,49
0,67	1,24	1,61	1,63	(220)	3,50
0,81	1,06	1,88	1,91	(311)	3,52

Dabei sind dies die besten Zuordnungen, welche die kleinsten Abweichungen liefern. Bei der FCC-Struktur ergibt sich dabei die kleinste Abweichung. Zusätzlich wird nur eine Ebene doppelt besetzt und ein Vergleich mit Tabelle 1 zeigt, dass keiner der ersten sieben theoretisch erwarteten Reflexe fehlt. Somit besteht für das FCC-Gitter die beste Übereinstimmung. Ein genauerer Blick auf die Zuordnungen der ersten beiden Reflexe des FCC-Gitters, genauer auf die relativen Abweichungen der Zuordnungen, zeigt, dass die erste Zuordnung eine relative Abweichung von

$$\delta f_1 = 0,4 \%$$

liefert, wohingegen die zweite eine Abweichung von

$$\delta f_2 = 2,2 \%$$

besitzt. Daher passt der erste Reflex besser zur (3 3 1)-Ebene. Die nächstbeste Ebene für den zweiten Reflex ist die (4 2 0)-Ebene mit einer Abweichung von

$$\delta f_{2,\text{alternativ}} = 4,8 \%.$$

Somit ergibt sich, unter Vermeidung doppelter Zuordnungen, insgesamt eine relative Abweichung von

$$\delta f_{\text{FCC,neu}} = 1,74 \%,$$

welches immer noch, im Vergleich mit den anderen Gitterstrukturen mit doppelten Zuordnungen, die beste Lösung liefert. Die Gitterkonstante für die neue Zuordnung im Bezug auf die (4 2 0)-Ebene liefert einen Wert von

$$a_2 = 3,62 \text{ \AA}.$$

Um die wahre Gitterkonstante  $a$  zu bestimmen, müssen die systematischen Fehler mit einbezogen werden, auf welche in Kapitel 3.1.2 qualitativ eingegangen wird. Der dominierende systematische Fehler ist hierbei die Verschiebung der Achse der Probe gegen die Kameraachse. Sie äußert sich in einem systematischen Fehler in  $a$  von

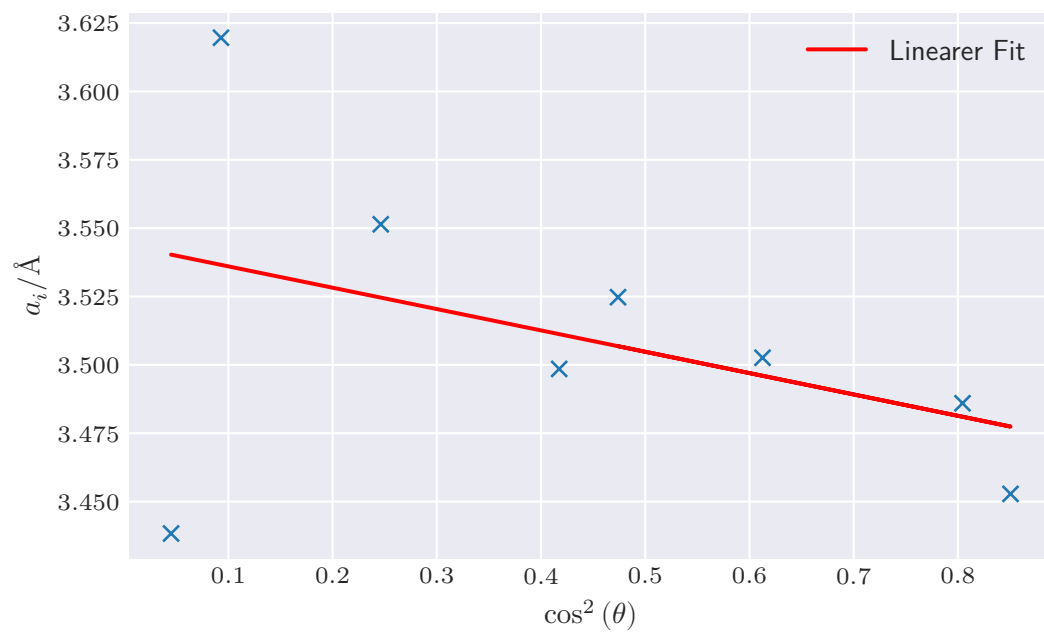
$$\Delta a = c \cos^2(\Theta)$$

mit einer vom Aufbau und von der Probe abhängigen Konstante  $c$  [4]. Es bildet sich somit eine lineare Abhängigkeit der Gitterkonstante von  $\cos^2(\Theta)$  aus. Es wird nun eine lineare Funktion der Form

$$F(\cos^2(\Theta)) = m \cos^2(\Theta) + b$$

an die berechneten Gitterkonstanten für verschiedene Winkel  $\Theta$  des FCC-Gitter gefittet. Hierzu wird in Python [1] ein Fit mit der Funktion *curve\_fit* aus *SciPy* 0.19.0 durchgeführt. Dies ist in Abbildung 7 einzusehen. Der  $y$ -Achsenabschnitt liefert dabei den wahren Wert der Gitterkonstante  $a$ , welcher unabhängig vom Winkel  $\Theta$  ist. Dieser lautet

$$a = b = (3,54 \pm 0,04) \text{ \AA}.$$



**Abbildung 7:** Der Fit einer linearen Funktion an die berechneten Gitterkonstanten aus 5 mit dem ersetzten zweiten Wert.

## 4.2 Auswertung der Salzprobe

Zur Identifizierung von *Salz 1* müssen zunächst die möglichen Reflexe der verschiedenen Gitterarten bekannt sein. Hierzu werden wieder Werte der Strukturamplitude (17) berechnet, wobei darauf geachtet werden muss, dass verschiedene Atome unterschiedliche Atomformfaktoren  $f_j$  besitzen. Da es sich dabei um unabhängige Werte handelt, müssen sich bei der Amplitude die Untersummen mit gleichem  $f_j$  aufheben. Für verschiedene Gitter sind einige dieser Netzebenen, in aufsteigender Ordnung, in Tabelle 6 aufgetragen.

**Tabelle 6:** Mögliche Netzebenen an denen Reflexe auftreten können für verschiedene Gitterstrukturen. Es sind nur die Reflexe mit maximalem  $(h\ k\ l)$  von 5 aufgetragen. Die Reflexe sind nach aufsteigendem  $m$  sortiert. Steinsalz, Fluorit und Zinkblende weisen dieselben Reflexe auf und lassen sich anhand der Reflexe nicht unterscheiden.

Caesium-Chlorid	St/Fl/Zb
(011)	(111)
(002)	(002)
(112)	(022)
(022)	(113)
(013)	(222)
(222)	(004)
(123)	(133)
(004)	(024)
(033)	(224)
(114)	(115)
(024)	(333)
(233)	(044)
(224)	(135)
(015)	(244)
(134)	(335)
(125)	(444)
(044)	(155)
(035)	(355)
(334)	(555)
(244)	
(235)	
(145)	
(444)	
(055)	
(345)	
(255)	
(455)	

Das Vorgehen der Auswertung läuft analog zur Zuordnung bei der Metallprobe im vorherigen Unterkapitel. Die Zuordnungen für die beiden Gitter sind in den Tabellen 7 und 8 dargestellt.

Die gemittelten relativen Abweichungen lauten

$$\begin{aligned}\delta f_{\text{St/Fl/Zb}} &= 3,13\%, \\ \delta f_{\text{CC}} &= 2,81\%.\end{aligned}$$



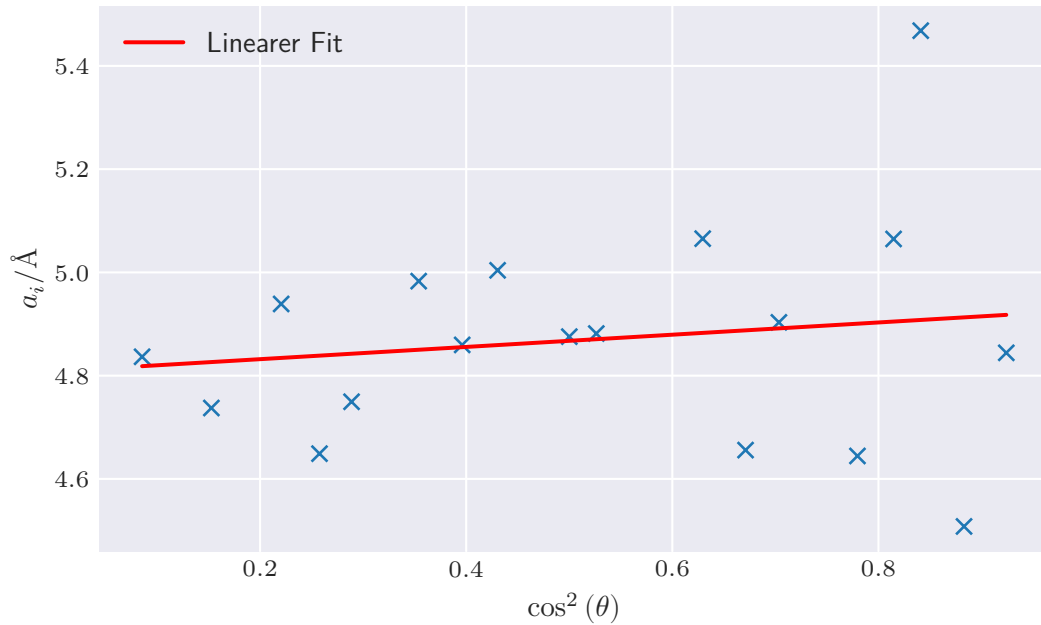
**Tabelle 7:** Gemessene Reflexe  $\Theta$  und die daraus berechneten Netzebenenabstände  $d$  im Vergleich zur Zink-Blende-, Fluorit- und Steinsalz-Gitterstruktur.

$\Theta$ / rad	$d$ / Å	$d_1/d_i$	$m_i/m_1$	Netzebene	$a$ / Å
1,27	0,81	3,47	3,46	(244)	4,84
1,17	0,84	3,34	3,27	(044)	4,74
1,08	0,87	3,20	3,27	(044)	4,94
1,04	0,89	3,13	3,00	(115)	4,65
1,00	0,91	3,06	3,00	(115)	4,75
0,93	0,96	2,92	3,00	(115)	4,98
0,89	0,99	2,82	2,83	(224)	4,86
0,86	1,02	2,74	2,83	(224)	5,00
0,79	1,09	2,57	2,58	(024)	4,88
0,76	1,12	2,50	2,52	(133)	4,88
0,65	1,27	2,21	2,31	(004)	5,07
0,61	1,34	2,08	2,00	(222)	4,66
0,58	1,42	1,98	2,00	(222)	4,90
0,49	1,64	1,70	1,63	(022)	4,64
0,45	1,79	1,56	1,63	(022)	5,06
0,41	1,93	1,45	1,63	(022)	5,47
0,35	2,25	1,24	1,15	(002)	4,51
0,28	2,80	1,00	1,00	(111)	4,84

**Tabelle 8:** Gemessene Reflexe  $\Theta$  und die daraus berechneten Netzebenenabstände  $d$  im Vergleich zur Caesium-Chlorid-Gitterstruktur.

$\Theta$ / rad	$d$ / Å	$d_1/d_i$	$m_i/m_1$	Netzebene	$a$ / Å
1,27	0,81	3,47	3,46	(224)	3,95
1,17	0,84	3,34	3,32	(233)	3,93
1,08	0,87	3,20	3,16	(024)	3,90
1,04	0,89	3,13	3,16	(024)	4,00
1,00	0,91	3,06	3,00	(033)	3,88
0,93	0,96	2,92	3,00	(033)	4,07
0,89	0,99	2,82	2,83	(004)	3,97
0,86	1,02	2,74	2,83	(004)	4,09
0,79	1,09	2,57	2,65	(123)	4,08
0,76	1,12	2,50	2,45	(222)	3,88
0,65	1,27	2,21	2,24	(013)	4,00
0,61	1,34	2,08	2,00	(022)	3,80
0,58	1,42	1,98	2,00	(022)	4,00
0,49	1,64	1,70	1,73	(112)	4,02
0,45	1,79	1,56	1,41	(002)	3,58
0,41	1,93	1,45	1,41	(002)	3,87
0,35	2,25	1,24	1,41	(002)	4,51
0,28	2,80	1,00	1,00	(011)	3,96

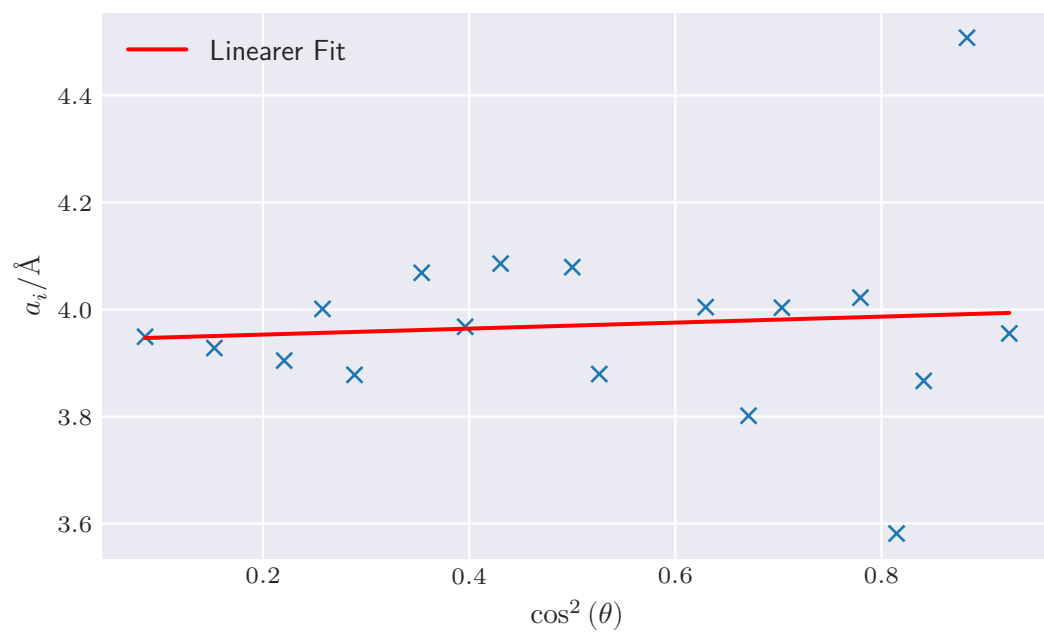
Bei beiden Tabellen ist auffällig, dass im Durchschnitt einer Netzebene jeweils zwei Linien zugeordnet werden. Dies kann darin begründet liegen, dass die  $K_{\alpha,1}$ - und  $K_{\alpha,2}$ -Linien eine Aufspaltung aufweisen. Die linearen Regressionen zur Bestimmung der Gitterkonstante sind in den Abbildungen 8 und 9 dargestellt. An der Anordnung der Messwerte im Fit ist auch



**Abbildung 8:** Der Fit einer linearen Funktion an die berechneten Gitterkonstanten aus 7 (St/F1/Zb).

erkennbar, dass eine mehrfache Besetzung der Netzebenen durch die Aufspaltung aufgetreten ist. Aufgrund der geringeren Abweichung scheint die Zuordnung der Struktur von *Salz 1* zur Caesium-Chlorid-Struktur am wahrscheinlichsten. Ein weiterer Hinweis auf die Korrektheit dieser Zuordnung bildet die Tatsache dass, im Vergleich mit Tabelle 6, bei der Caesium-Chlorid-Struktur die ersten 13 Reflexe zugeordnet werden konnten und lediglich der 10. Reflex fehlt. Bei der alternativen Gitterstruktur fehlt bereits der 4. Reflex und zusätzlich der 11. Reflex. Der ermittelte  $y$ -Achsenabschnitt bzw. die ermittelte Gitterkonstante lautet, unter Nutzung des Caesium-Chlorid-Ergebnisses,

$$a = (3,9 \pm 0,1) \text{\AA}.$$



**Abbildung 9:** Der Fit einer linearen Funktion an die berechneten Gitterkonstanten aus 8 (Caesium-Chlorid).

## 5 Diskussion

### 5.1 Diskussion der Messung der Metallprobe

Bei den Metallen wurde *Probe 4* untersucht. Die relativen Fehler zu der Gitter zu den gemessenen Werten lauten

$$\begin{aligned}\delta f_{\text{BCC,best}} &= 4,02 \%, \\ \delta f_{\text{SC,best}} &= 4,02 \%, \\ \delta f_{\text{DIA,best}} &= 7,08 \%, \\ \delta f_{\text{FCC,korrigiert}} &= 1,74 \%.\end{aligned}$$

Da die Abweichung beim FCC-Gitter am geringsten ist und, mit lediglich minimaler Änderung der Abweichung, die niedrigsten zu erwartenden Reflexe alle vorhanden sind, handelt es sich bei *Probe 4* wahrscheinlich um eine Probe mit FCC-Struktur. Die errechnete Gitterkonstante lautet

$$a_{\text{gem}} = (3,54 \pm 0,04) \text{ \AA},$$

welche am besten zu Nickel [2]

$$a_{\text{Nickel}} = 3,52 \text{ \AA}$$

mit einer relativen Abweichung von

$$\delta a = 0,6 \%$$

passt. Die Ablesefehler wurden bei der Bestimmung nicht berücksichtigt, da der verwendete Algorithmus zur Zuordnung des Gitters diesen nicht benötigt und der Fehler für  $a$  aus der linearen Regression folgt.

### 5.2 Diskussion der Messung der Salzprobe

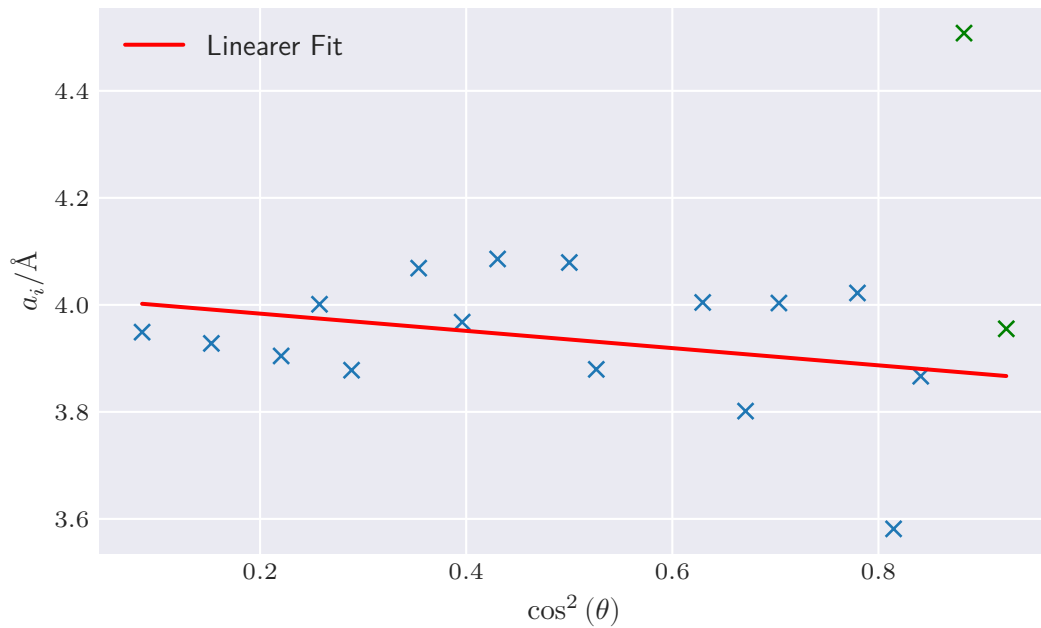
Bei den Salzen wurde *Probe 1* untersucht. Die gemittelten relativen Abweichungen lauten

$$\begin{aligned}\delta f_{\text{St/Fl/Zb}} &= 3,13 \%, \\ \delta f_{\text{CC}} &= 2,81 \%.\end{aligned}$$

Aufgrund der geringeren Abweichung und der besseren Übereinstimmung der zu erwartenden Reflexe kann auf eine Caesium-Chlorid-Struktur der Probe geschlossen werden. Es ergibt sich eine Gitterkonstante von

$$a_{\text{gem}} = (3,9 \pm 0,1) \text{ \AA}.$$

Zur Diskussion steht offen, ob es sich bei dem vorletzten Wert der Gitterkonstanten um einen Ausreißer handelt und ob dieser Wert in die Berechnung eingehen sollte. Ohne die letzten beiden Werte (beide werden ausgelassen, da es sich auch hier wieder um die Aufspaltung wegen der beiden Wellenlängen handeln könnte) ergibt sich die Abbildung 10. Daraus ergibt sich eine



**Abbildung 10:** Der Fit einer linearen Funktion an die berechneten Gitterkonstanten (blau) aus 8 (Caesium-Chlorid) ohne die letzten beiden Werte (grün).

Gitterkonstante von

$$a_{\text{gem,alternativ}} = (4,02 \pm 0,07) \text{ \AA}.$$

Diese lässt sich mit der Gitterkonstante von Caesium-Chlorid [3],

$$a_{\text{CsCl}} = 4,1 \text{ \AA},$$

identifizieren. Es ergibt sich eine relative Abweichung von

$$\delta a = 2,5 \text{ \%}.$$

### 5.3 Fazit

Bei der Bestimmung von *Probe 4* ergaben sich wenig Probleme, die Reflexe waren gut auf dem Film sichtbar und jedem Reflex konnte eine Netzebene zugeordnet werden. Die Bestimmung von *Probe 1* erwies sich als problematischer. Hierbei musste der Versuch zweimal durchgeführt werden, da sich der Film zu sehr schwärzte, was dazu führte, dass sich die entstehenden Reflexe auf dem Film nicht so intensiv hervorhoben. Der zweite Versuch mit identischer Belichtungsdauer lieferte jedoch ein noch schlechteres Ergebnis. Es kann daher sein, dass aufgrund des geringen Kontrastes Reflexe übersehen oder nicht gut genug lokalisiert worden sind. Eine geringere Belichtungszeit hätte den Kontrast eventuell verbessern können. Zudem ist an der Methodik der Auswertung problematisch, dass die Annahme getroffen werden muss, dass der Reflex mit kleinstem  $m$  gemessen wurde. Falls dies nicht erfüllt ist, besitzt die gesamte Auswertung keine Aussagekraft. Ob diese Annahme jedoch erfüllt ist kann im Rahmen des Versuches nicht überprüft werden.

## Literatur

- [1] Eric Jones, Travis Oliphant, Pearu Peterson u. a. *SciPy: Open source scientific tools for Python*. 2001–. URL: <http://www.scipy.org/>.
- [2] *Lattice Constants of the elements*. <http://periodictable.com/Properties/A/LatticeConstants.an.wt.html>. Mai 2018.
- [3] *Structure World: The Cesium Chloride Structure*. <http://www.ilpi.com/inorganic/structures/cscl/index.html>. Mai 2018.
- [4] *TU Dortmund - Fachbereich Physik : Fortgeschrittenenpraktikum Anleitung zu Versuch Nr. 41*. <http://129.217.224.2/HOMEPAGE/PHYSIKER/MASTER/SKRIPT/V41.pdf>. Mai 2018.