

V 41

Debye-Scherrer Versuch

Marius Hötting
Marius.Hoetting@udo.edu

Hubertus Kaiser
Hubertus.Kaiser@udo.edu

Durchführung: 14.05.2018

Abgabe: Sorry vergessen

TU Dortmund – Fakultät Physik

Inhaltsverzeichnis

| | |
|--|-----------|
| 1 Zielsetzung | 3 |
| 2 Theorie | 3 |
| 2.1 Grundlagen zur Kristallstrukturen | 3 |
| 2.2 Elementarzelle | 4 |
| 3 Fehlerrechnung | 5 |
| 4 Versuchsaufbau | 6 |
| 5 Durchführung | 7 |
| 6 Auswertung | 8 |
| 6.1 Allgemeine Auswertung der Filmstreifen | 8 |
| 6.2 Metallprobe | 8 |
| 7 Diskussion | 10 |
| Literatur | 11 |

1 Zielsetzung

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

2 Theorie

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

2.1 Grundlagen zur Kristallstrukturen

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

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

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

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

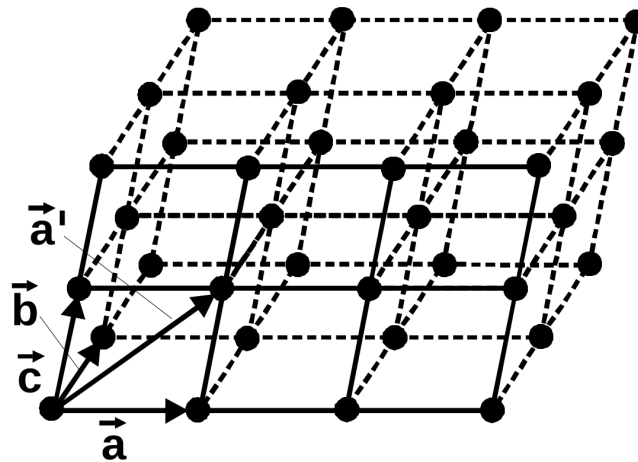


Abbildung 1: Eines Gitters mit verschiedenen Gitterpunkten und deren mögliche Verschiebung durch den Translationsvektor \vec{l} .

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

2.2 Elementarzelle

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

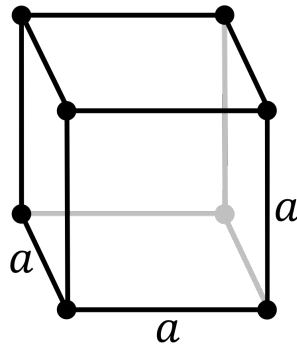


Abbildung 2: Eines Gitters mit verschiedenen Gitterpunkten und deren mögliche Verschiebung durch den Translationsvektor \vec{l} .

Bei Einheitszellen mit mehreren Atomen wie z.B. NaCl besteht die Einheitszelle aus Na^+ und Cl^- Ionen.

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

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

Der Mittelwert ist

$$\bar{X} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n X_i \quad (2)$$

Der Fehler des Mittelwertes ist

$$\Delta \bar{X} = \sqrt{\frac{1}{n(n-1)} \sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2} . \quad (3)$$

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

$$\Delta f = \sqrt{\sum_{i=1}^n \left(\frac{\partial f}{\partial X_i} \right)^2 \cdot (\Delta X_i)^2} \quad (4)$$

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

$$m = \frac{\overline{xy} - \bar{x} \cdot \bar{y}}{\overline{x^2} - \bar{x}^2} \quad b = \bar{y} - m\bar{x} . \quad (5)$$

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

$$\sigma_m^2 = \frac{\sigma^2}{n(\overline{x^2} - \bar{x}^2)} \quad \sigma_b^2 = \frac{\sigma^2 \bar{x}^2}{n(\overline{x^2} - \bar{x}^2)} . \quad (6)$$

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

$$R_x = \frac{x - x_{\text{Lit}}}{x_{\text{Lit}}} \quad (7)$$

berechnet.

4 Versuchsaufbau

5 Durchführung

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

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

$$\theta = \frac{s}{2R} \quad (8)$$

in den Beugungswinkel überführt. Dabei beschreibt s den Abstand des auftretenden Reflex zum Nullpunkt und R den Radius der verwendeten Kamera. Aufgrund der Fehleranfälligkeit die beim ablesen besteht, wird auf jeden Reflex ein Unsicherheit von einem Millimeter angenommen. Der Netzebenenabstand d wird darauf hin, unter Verwendung der Bragg-Bedingung XXX, bestimmt.

6.2 Metallprobe

Die im vorherigen Kapitel beschriebenen Messgrößen sind in Tabelle für die verwendete Metallprobe 9 zusammengefasst. Zur Bestimmung der Kristallstruktur wird das Verhältnis

Tabelle 1: Messdaten der Metallprobe.

| s / cm | θ / cm | $d / \text{\AA}$ |
|-----------------|----------------------|-------------------|
| $4,0 \pm 0,1$ | $0,349 \pm 0,009$ | $2,25 \pm 0,05$ |
| $5,7 \pm 0,1$ | $0,497 \pm 0,009$ | $1,61 \pm 0,03$ |
| $7,1 \pm 0,1$ | $0,620 \pm 0,009$ | $1,33 \pm 0,02$ |
| $8,4 \pm 0,1$ | $0,733 \pm 0,009$ | $1,15 \pm 0,01$ |
| $9,6 \pm 0,1$ | $0,838 \pm 0,009$ | $1,037 \pm 0,008$ |
| $10,9 \pm 0,1$ | $0,951 \pm 0,009$ | $0,946 \pm 0,006$ |
| $12,2 \pm 0,1$ | $1,065 \pm 0,009$ | $0,881 \pm 0,004$ |
| $13,8 \pm 0,1$ | $1,204 \pm 0,009$ | $0,825 \pm 0,003$ |
| $16,4 \pm 0,1$ | $1,431 \pm 0,009$ | $0,778 \pm 0,001$ |

$$\frac{d_1}{d_i} = \frac{m_i}{m_1} \quad (9)$$

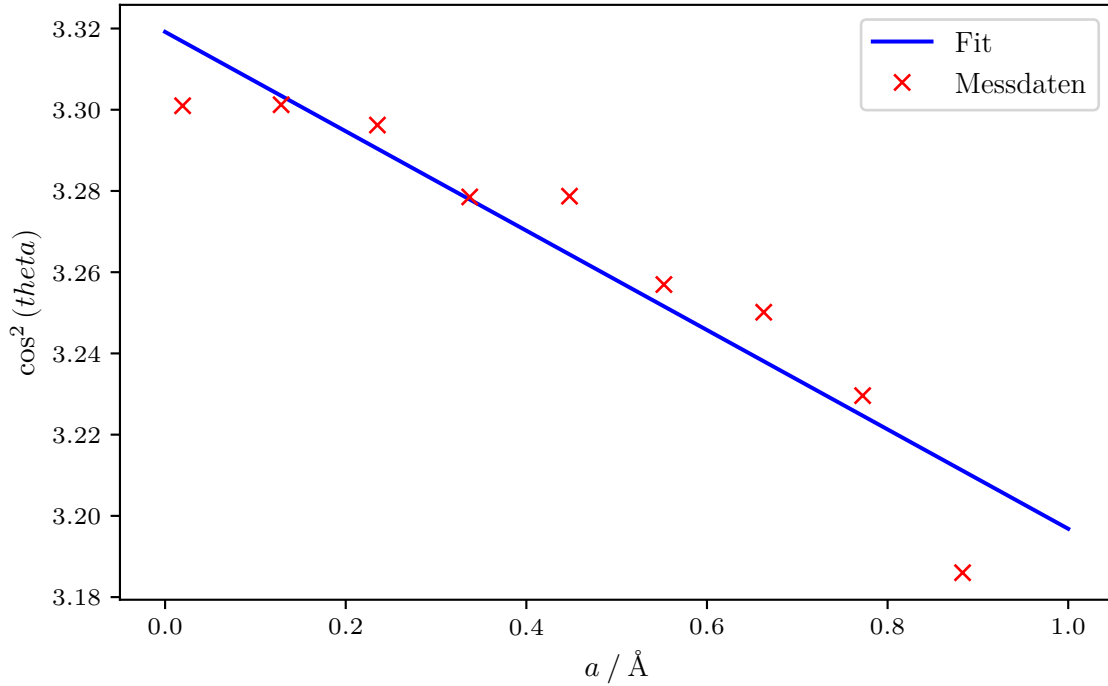
verwendet, wobei gilt $m = \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$. In Tabelle sind die ersten neun Reflexe der Kristallstrukturen simple-cubic (sc), body centered cubic (bbc), face centered cubic (fcc) und Diamant aufgelistet, zudem wird das in Gleichung beschriebene Verhältnis gebildet, um diese mit der Probe zu vergleichen.

Tabelle 2: Messdaten der 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 | 1,73 | 110 | 1,00 | 111 | 1,00 | 111 | 1,00 | $1,0 \pm 0$ |
| 110 | 2,83 | 200 | 1,41 | 200 | 1,15 | 220 | 1,63 | $1,40 \pm 0,04$ |
| 111 | 3,32 | 211 | 1,73 | 220 | 1,63 | 311 | 1,91 | $1,70 \pm 0,05$ |
| 200 | 4,00 | 220 | 2,00 | 311 | 1,91 | 400 | 2,31 | $1,96 \pm 0,05$ |
| 210 | 4,36 | 310 | 2,24 | 222 | 2,00 | 331 | 2,52 | $2,17 \pm 0,05$ |
| 211 | 4,90 | 222 | 2,45 | 400 | 2,31 | 422 | 2,83 | $2,38 \pm 0,06$ |
| 220 | 5,20 | 321 | 2,65 | 331 | 2,52 | 333 | 3,00 | $2,56 \pm 0,06$ |
| 221 | 5,66 | 400 | 2,83 | 420 | 2,58 | 440 | 3,27 | $2,73 \pm 0,07$ |
| 310 | 5,92 | 330 | 3,00 | 422 | 2,83 | 531 | 3,42 | $2,90 \pm 0,07$ |

Der Vergleich mit allen Strukturen zeigt, dass die Probe eine bcc-Struktur besitzt. Desweiteren ist die Gitterkonstante a der Probe zu bestimmen. Diese wird nach Gleichung XXX berechnet und in Abbildung 3 gegen $\cos^2(\theta)$ aufgetragen. Durch die verwendete lineare Ausgleichsrechnung

$$a(\cos(\theta)) = b \cos^2(\theta) + c \quad (10)$$

**Abbildung 3:** Messdaten und Fitergebnis.

werden die in Kapitel XXX angesprochenen systematischen Fehler korrigiert. Die resultierenden Fitparamter lauten:

$$b = (-0,122 \pm 0,017) \text{\AA} \quad (11)$$

$$c = (3,3192 \pm 0,0087) \text{\AA} \quad (12)$$

Die Gitterkonstante und die vorliegende bcc-Struktur weist nach [1] auf Niob hin. Die Abweichung zur in der Literatur angegebenen Gitterkonstante $a = 3,30 \text{\AA}$ beträgt $(1,037 \pm 0,005) \%$.

7 Diskussion

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/>.