

V-41

## **Debye-Scherrer Aufnahmen**

Dag-Björn Hering  
dag.hering@udo.edu

Henning Ptaszyk  
henning.ptaszyk@udo.edu

Durchführung: 30. April 2018

Abgabe: 1. Januar 1970

TU Dortmund – Fakultät Physik

# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Theorie</b>	<b>3</b>
1.1	Zielsetzung . . . . .	3
1.2	Allgemeines . . . . .	3
1.3	Kristallgitter . . . . .	3
1.3.1	Kubische Kristallstrukturen . . . . .	3
1.4	Kristallstrukturen aus zwei Elementen . . . . .	5
1.5	Netzebenen . . . . .	6
1.6	Beugung von Röntgenstrahlung an Kristallen . . . . .	7
1.7	Debye-Scherrer Methode . . . . .	9
<b>2</b>	<b>Aufbau und Durchführung</b>	<b>10</b>
2.1	Aufbau . . . . .	10
2.2	Durchführung . . . . .	10
2.3	Systematische Fehler . . . . .	11
<b>3</b>	<b>Auswertung</b>	<b>12</b>
3.1	Metallprobe . . . . .	14
3.2	Salz-Probe . . . . .	16
<b>4</b>	<b>Diskussion</b>	<b>26</b>
	<b>Literatur</b>	<b>27</b>

# 1 Theorie

## 1.1 Zielsetzung

Ziel dieses Versuchs ist es mit Hilfe der sogenannten Debye-Scherrer-Methode die Struktur einer Kristallprobe zu bestimmen und die Gitterkonstante zu messen.

## 1.2 Allgemeines

Festkörper wie zum Beispiel einige Salze und Metalle sind aus periodischen Kristallstrukturen zusammengesetzt. Dabei sind im Allgemeinen die einzelnen Kristallite zufällig ausgerichtet. Wenn ein solcher Festkörper untersucht wird, wird nur das statistische Mittel der Kristalle beobachtet. Zur Untersuchung der eigentlichen Kristallstruktur können somit nur einzelne Kristallite bzw. Einkristalle verwendet werden.

## 1.3 Kristallgitter

Um die periodischen Atomstrukturen eines Kristalls zu beschreiben, wird ein Punktgitter verwendet. Jedem Gitterpunkt wird eine festgelegte Atomgruppierung, die sogenannte Basis, zugeordnet. Es existieren theoretisch unendlich viele solcher Punktgitter. Jedes wird durch drei sogenannte Translationsvektoren  $\vec{x}_1$ ,  $\vec{x}_2$ ,  $\vec{x}_3$  gekennzeichnet. Durch Linearkombination dieser Vektoren lässt sich jeder Gitterpunkt

$$\vec{t} = n_1\vec{x}_1 + n_2\vec{x}_2 + n_3\vec{x}_3 \quad (1)$$

beschreiben. Mit Hilfe des durch die drei Vektoren  $\vec{x}_i$  aufgespannten Parallelepipeds (siehe Abbildung 1) lässt sich die kleinstmögliche strukturbestimmende Einheit des Gitters, die sogenannte Elementarzelle, erhalten. Dabei wird zwischen primitiven und nichtprimitiven Einheitszellen unterschieden. Eine primitive Einheitszelle schließt das minimal mögliche Volumen ein und beinhaltet, unabhängig von ihrer Verschiebung, immer genau einen Punkt des Gitters. Ist dies nicht der Fall handelt es sich um eine nichtprimitive Einheitszelle. Die verschiedenen Punktgitter werden anhand ihrer Symmetrie in 14 als *Bravais-Gitter* bezeichnete Arten eingeteilt. Diese lassen sich in 7 Gruppen zusammenfassen.

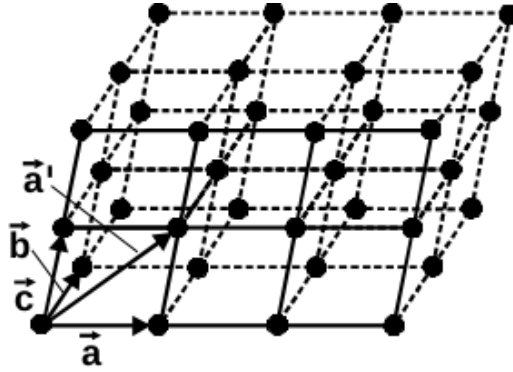
### 1.3.1 Kubische Kristallstrukturen

Die Gitterstruktur von vielen in der Natur vorkommenden Elementen, sind häufig gegeben durch die sogenannten kubischen Gitter. Bei kubischen Gittern besitzen die drei Translationsvektoren alle die selbe Länge, die Gitterkonstante  $a$ , und stehen jeweils senkrecht aufeinander.

Im Folgenden werden verschiedene kubische Strukturen vorgestellt und dabei die Positionen der Atome innerhalb der Einheitszelle angegeben. Dabei wird in Einheiten der Gitterkonstante gerechnet.

Es wird zwischen *kubisch-primitiven*, *kubisch-flächenzentrierten*(**bcc**) und *kubisch-raumzentrierten Gittern*(**fcc**) unterschieden.

Das *kubisch-primitive Gitter* kennzeichnet sich dadurch, dass die Atome der Einheitszelle



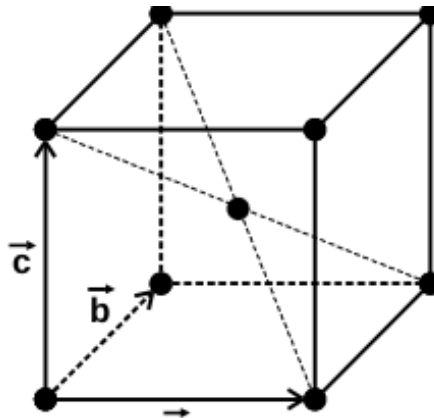
**Abbildung 1:** Durch Translationsvektoren aufgespanntes Parallelepiped.[1]

auf den Ecken eines Würfels platziert werden können.

Das *kubisch raumzentrierte Gitter* (siehe Abbildung 2) gleicht dem primitiven, allerdings befindet sich noch zusätzlich ein Atom im Mittlen des Würfels. Somit besteht in diesem Fall die Basis aus zwei Atomen. Die Atome in der Einheitszelle sind durch

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

gegeben.

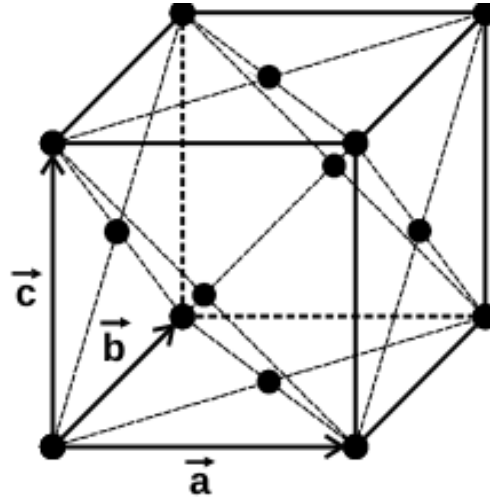


**Abbildung 2:** Einheitszelle des kubisch-raumzentrierten Gitters.[1]

Das *kubisch flächenzentrierte Gitter* gleicht dem *kubisch-primitiven*, hat allerdings zusätzlich jeweils auf den Mitten der Würfelflächen Atome. Die Atome in der Einheitszelle sind durch

$$(0, 0, 0;) \quad \left(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, 0;\right) \quad \left(\frac{1}{2}, 0, \frac{1}{2};\right) \quad \left(0, \frac{1}{2}, \frac{1}{2};\right) \quad (3)$$

gegeben.



**Abbildung 3:** Einheitszelle des kubisch-flächenzentrierten Gitters.[1]

Aus zwei *kubisch-flächenzentrierten Gittern*, die um eine viertel Raumdiagonale zu einander verschoben sind, ergibt sich die sogenannte *Diamant-Struktur*. Die zugehörigen Atome in der Einheitszelle sind gegeben durch die Vektoren des *kubisch-flächenzentrierten Gitters* und zusätzlich durch:

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

#### 1.4 Kristallstrukturen aus zwei Elementen

Die bisher diskutierten Kristallstrukturen sind alle aus nur einem Element zusammengesetzt. Im Folgenden wird auf Strukturen eingegangen, die aus zwei verschiedenen Elementen bestehen.

Die sogenannte *Zinkblende-Struktur* entsteht aus der in 1.3.1 aufgeführten Diamantstruktur, indem an den Stellen, die zum kubisch-flächenzentrierten verschiedenen Vektoren der Einheitszelle, ein anderes Element auftritt.

Bei der *Steinsalz-Struktur* sind die verschiedenen Elementen jeweils in zwei kubisch-flächenzentrierten Gittern angeordnet, die um eine halbe Raumdiagonale zueinander verschoben sind. Die Atompositionen in der Einheitszelle sind:

$$\text{Atom (1)} : (0, 0, 0) \quad \left(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, 0\right) \quad \left(\frac{1}{2}, 0, \frac{1}{2}\right) \quad \left(0, \frac{1}{2}, \frac{1}{2}\right) \quad (5)$$

$$\text{Atom (2)} : (0, 0, 0) \quad \left(1, 1, \frac{1}{2}\right) \quad \left(1, \frac{1}{2}, 1\right) \quad \left(\frac{1}{2}, 1, 1\right) \quad (6)$$

Die sogenannte *Cäsium-Chlorid-Struktur* entsteht, wenn zwei *kubisch-primitive Gitter*, mit jeweils unterschiedlichen Atomen, um eine halbe Raumdiagonale zueinander verschoben werden. Die Atompositionen in der Einheitszelle sind gegeben durch:

$$\text{Atom (1)} : (0, 0, 0) \quad (7)$$

$$\text{Atom (1)} : \left(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, \frac{1}{2}\right) \quad (8)$$

Als weitere relevante Struktur ist noch die *Fluorit-Struktur* zu nennen. Ein Element (**1**) besetzt die Plätze des *kubisch-flächenzentrierten Gitters*, das Andere (**2**) die folgenden Positionen:

$$\text{Atom (2)} : \left(\frac{1}{4}, \frac{1}{4}, \frac{1}{4}\right) \left(\frac{3}{4}, \frac{3}{4}, \frac{1}{4}\right) \left(\frac{1}{4}, \frac{3}{4}, \frac{3}{4}\right) \left(\frac{3}{4}, \frac{3}{4}, \frac{3}{4}\right) \quad (9)$$

$$\left(\frac{1}{4}, \frac{1}{4}, \frac{3}{4}\right) \left(\frac{1}{4}, \frac{3}{4}, \frac{1}{4}\right) \left(\frac{3}{4}, \frac{1}{4}, \frac{1}{4}\right) \quad (10)$$

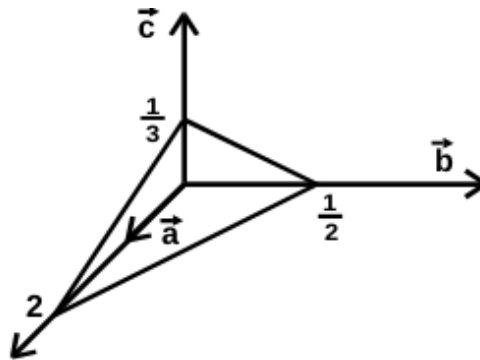
## 1.5 Netzebenen

Bei der Beugung von Röntgenstrahlung an Kristallen, auf die im folgenden Abschnitt 1.6 eingegangen wird, spielen die sogenannten *Netzebenen* eine wichtige Rolle. Dabei handelt es sich um Ebenen, die Atomschwerpunkte beinhalten.

Zu jeder Netzebene existieren, bedingt durch die Periodizität von Kristallstrukturen, weitere zueinander äquidistant verschobene Parallelebenen. Es lassen sich also Scharen von Netzebenen betrachten, deren Lage üblicherweise durch ein Zahlentripel  $(h \ k \ l)$ , den *Miller-Indizes*, charakterisiert wird.

Um die *Miller-Indizes* zu erhalten, wird die Ebene einer Ebenenschar betrachtet, welche den geringsten Abstand zum Ursprung besitzt. Die reziproken Werte der Schnittpunkte dieser Ebene mit den Achsen des Koordinatensystems der Einheitszelle ergeben im dreidimensionalen Raum das gesuchte Zahlentripel.

Um die typische Notation mit drei ganzen Zahlen zu erhalten wird das Zahlentripel noch mit einer geeigneten Zahl multipliziert. In Abbildung 4 ist die Beschreibung für die Netzebenenchar mit den Indizes  $(1 \ 4 \ 6)$  veranschaulicht. Liegt kein Schnittpunkt mit einer Achse vor, so wird der Millerindex 0 gewählt.



**Abbildung 4:** Veranschaulichung einer Netzebene mit Miller-Indizes  $(1 \ 4 \ 6)$ . [1]

Wie bereits erwähnt, haben benachbarte Netzebenen immer den selben Abstand. Dieser Netzebenenabstand  $d$  wird bei der Strukturanalyse benötigt. In Abbildung 5 wird die Berechnung von  $d$  veranschaulicht. Der Vektor, dessen Betrag  $d$  ergibt, muss einerseits orthogonal auf der eingezeichneten Netzebene und andererseits orthogonal auf einer Benachbarten stehen. Aus Überlegungen zu den in Abbildung 5 eingezeichneten

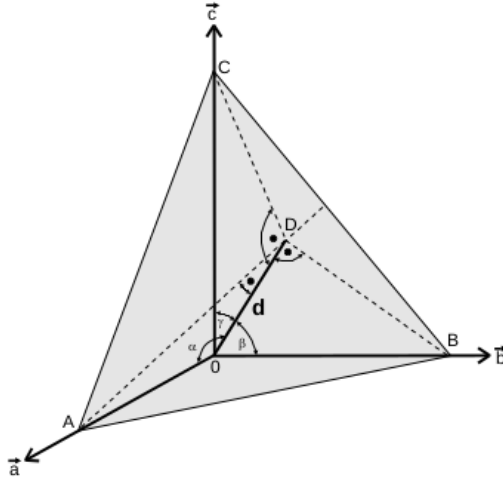
rechtwinkligen Dreiecken unter der Bedingung

$$\cos^2 \alpha + \cos^2 \beta + \cos^2 \gamma = 1 \quad (11)$$

lässt sich für kubische Kristallstrukturen der Netzebenenabstand durch

$$d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (12)$$

berechnen.



**Abbildung 5:** Skizze zur Veranschaulichung der Berechnung des Netzebenenabstands.[1]

## 1.6 Beugung von Röntgenstrahlung an Kristallen

Kristallstrukturen können mit Hilfe von Beugung elektromagnetischer Wellen an Elektron und Atomkernen untersucht werden. Dabei eignet sich Röntgenstrahlung für die Untersuchung, da diese Wellenlängen besitzt, die in der Größenordnung der Gitterkonstanten liegen. Für die theoretische Beschreibung werden Elektron und Atomkernen als Hertzsche-Dipole betrachtet, die durch die Röntgenstrahlung in Schwingung versetzt werden und deshalb selbst Strahlung emittieren. Für die Intensität eines punktförmiges Streuzentrum mit Ladung  $ze_0$  ergibt sich

$$I(r, \theta, z) = I_0 \left( \frac{\mu_0 (ze_0)^2}{4\pi z m_0} \right)^2 \frac{1}{r^2} \frac{1 + \cos^2 2\theta}{2} = z^2 I_e. \quad (13)$$

Da die Intensität invers quadratisch zu der Masse  $m_0$  des Streuzentrums ist, wird im folgenden die Atomkerne vernachlässigt und nur die Elektronenhülle des Atoms betrachtet. Durch die endliche Ausdehnung der Elektronenhülle, müssen jedoch Phasenunterschiede

$$\Delta\phi = 2\pi \frac{\Delta s}{\lambda} = 2\pi \vec{r} \cdot (\vec{k} - \vec{k}_0)$$

zwischen den gebeugten Strahlen berücksichtigt werden und es wird der Atomformfaktor  $f$  als Quotient von am Atom gestreuter Intensität  $I_a$  und  $I_e$  der Intensität eines Einzelelektrons

$$f^2 = \frac{I_a}{I_e} \quad (14)$$

eingeführt.

Ebenfalls kann der Atomformfaktor  $f$  als Fourier-Transformierte der Ladungsverteilung  $\rho(\vec{r})$

$$f = \int_{\text{Hülle}} e^{-i\pi\Delta\phi} \rho(\vec{r}) d^3r = \int_{\text{Hülle}} e^{-2\pi i(\vec{k}-\vec{k}_0)} \rho(\vec{r}) d^3r \quad (15)$$

angesehen werden. Somit ergibt sich die Streuamplitude

$$I_a = f^2 \left( z, \frac{\sin \theta}{\lambda} \right) I_e(r, \theta) \quad (16)$$

eines Atome. Die Streuamplitude  $S$  einer Elementarzelle resultiert aus phasenrichtiger Aufsummation der einzelnen Atomstreuamplituden, wobei unterschiedliche Atome an den Orten  $\vec{r}_j$  andere Formfaktoren  $f_j$  besitzen. Somit folgt für die Streuamplitude oder auch Strukturamplitude genannt

$$S = \sum_j e^{-2\pi i \vec{r}_j(\vec{k}-\vec{k}_0)} I_e. \quad (17)$$

Die Streuung findet nicht nur an einer Elementarzelle statt, sondern an Ebenenscharen im Kristall statt. Wird dies berücksichtigt, ergibt sich die Braggsche Bedingung

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad n = 1, 2, \dots \quad (18)$$

mit dem Ebenenabstand  $d$  und Ein- und Ausfallwinkel  $\theta$ . Jeder auftretende Reflex erfüllt diese Bedingung. Durch die dazu äquivalente Form

$$\vec{k} - \vec{k}_0 = \frac{n}{|\vec{d}|} = \vec{g} \quad (19)$$

mit dem reziproken Gittervektor<sup>1</sup>

$$\vec{g}(hkl) = h\vec{A} + k\vec{B} + l\vec{C} \quad (20)$$

folgt für die Streuamplitude der  $(hkl)$ -Ebene

$$S = \sum_j e^{-2\pi i(x_j h + y_j k + z_j l)} I_e. \quad (21)$$

Sind sowohl die Atomformfaktor  $f_j$  und die Positionen  $\vec{r}_j$  der Basis bekannt, ist durch diese Gleichung festgelegt, ob ein Reflex für die  $(hkl)$ -Ebene beobachtet wird  $S \neq 0$  oder nicht  $S = 0$ .



## 1.7 Debye-Scherrer Methode

Um die Kristallstruktur eines Probenmaterials zu ermitteln, wird bei der Debye-Scherrer Methode das Probenmaterial mit monochromatischer Röntgenstrahlung bestrahlt. Hierbei ist die Probe kein Einkristall, sondern eine kristalline, fein pulverisierte Probe in der die Mikrokristallorientierungen statistisch über den ganzen Raumwinkel verteilt sind. Dies erhöht die Wahrscheinlichkeit, dass einige Mikrokristalle in Reflexionsstellung befinden und ein Bragg-Reflex beobachtet wird. Mit Hilfe eines Zählrohr-Goniometers oder eines Filmstreifens wird der Beugungswinkel  $\theta$  bestimmt. Durch systematisches Probieren wird jedem Beugungswinkel  $\theta$  eine Netzebenenschar ( $hkl$ ) zugeordnet und somit versucht eine zu den Reflexen passende Kristallstruktur und die Gitterkonstante  $a$  zu ermitteln.

## 2 Aufbau und Durchführung

Hier soll die Filmstreifenmethode verwendet werden, um zwei Strukturbestimmungen sowohl von einem Metall als auch von einem Salz durchzuführen.

### 2.1 Aufbau

Die Apparatur für die Filmstreifenmethode besteht aus einem hohlen flachen Metallzylinder, der eine Öffnung besitzt in der ein Kollimatorrohr eingebaut ist. Somit fallen gebündelte Röntgenstrahlen auf die Probe, die sich in der Mitte des Metallzylinders befindet. Die zu bestimmende Probe wird dabei auf ein zylindrischen Glasstab als kristallines Pulver aufgetragen und in der Mitte an einer drehbaren Achse befestigt. Unter Rotlicht wird ein Filmstreifen an die Innenseite des Zylinders befestigt und der Zylinder verschlossen. Mit Hilfe einer Röntgenröhre wird Röntgenstrahlung erzeugt wobei durch ein  $\beta$ -Filter die zusätzliche  $K_\beta$ -Strahlung absorbiert wird. Die verbleibende nicht trennbare  $K_{\alpha_1}$ - und  $K_{\alpha_2}$ -Strahlung fällt durch das Kollimatorrohr auf die sich im Zylinder befindende Probe. Die Röntgenstrahlen werden in der Probe an bestimmten Ebenenscharen gebeugt. Für bestimmte Winkel  $\theta$  treten somit Reflexe auf, die als Kegelmantel mit einem Öffnungswinkel von  $2\theta$  vorliegen. In der Abbildung 6 ist ein schematischer Aufbau des Versuches dargestellt.

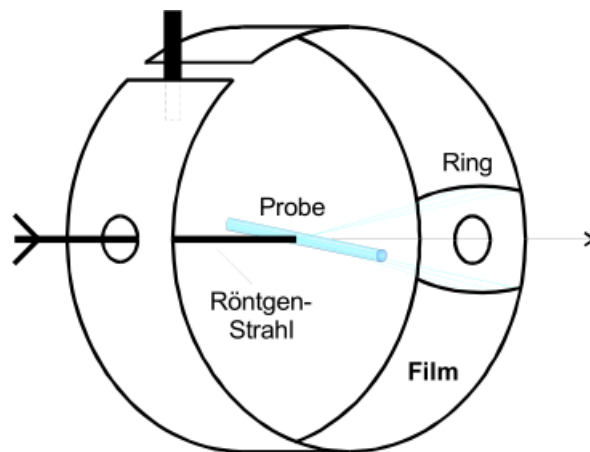


Abbildung 6: Schematischer Aufbau des Versuches.[1]

### 2.2 Durchführung

Nach der Einstrahlungszeit, die für die Metallprobe 2 h und für Salzprobe 4 h beträgt, wird der Filmstreifen unter Rotlicht aus dem Zylinder entnommen und entwickelt. Dabei wird wie folgt vorgegangen. Zu Beginn wird der Film im Entwickler 15 min geschwenkt, danach unter Wasser 1 min abgespült. Nachdem der Film 1 min im Unterbrecher gebadet wird, wird der Film wieder 1 min unter Wasser abgespült. Final wird der Film 5 min im

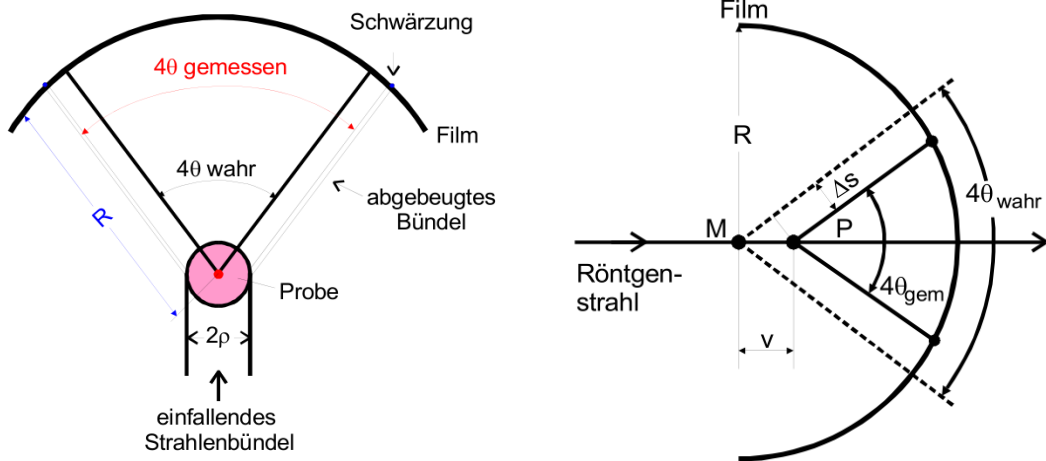
Fixierer geschwenkt und 5-10 min in Wasser gebadet. Danach wird der Film 30 min im Trockenschrank getrocknet.

### 2.3 Systematische Fehler

Bei der Messung des Winkels  $\theta$  treten durch den Aufbau bedingte zwei systematische Fehler auf. Zu einem wird der  $\theta$ -Winkel grundsätzlich zu groß gemessen. Durch überwiegende Absorption von Röntgenstrahlung in der Probe findet die Beugung an der Oberfläche des Probenzylinders statt. In Abbildung 7a wird der Fehler grafisch dargestellt und nach Bradley und Jay ergibt sich für die Korrektur  $\Delta a_A$  zu Gitterkonstante  $a$

$$\frac{\Delta a_A}{a} = \frac{\rho}{2R} \left(1 - \frac{R}{F}\right) \frac{\cos^2 \theta}{\theta}. \quad (22)$$

Dabei entspricht  $\rho$  dem Radius der Probe,  $R$  dem Kameraradius und  $F$  dem Abstand Fokus-Probe.



(a) Systematischer Fehler bei der Messung von  $\theta$  durch Absorption an der Oberfläche der Probe.[1] (b) Systematischer Fehler bei der Messung von  $\theta$ , da die Probenachse  $P$  und Filmstreifenachse  $M$  nicht übereinander liegen.[1]

Zum andern fallen die Zylinderachsen von Probe und Filmstreifen nur bedingt ineinander, wie in Abbildung 7b dargestellt.

Der Abstand  $v$  der zwei Zylinderachsen in der Röntgenstrahl-Ebene verändert somit den gemessenen Winkel  $\theta$ . Für die Korrektur  $\Delta a_V$  an der Gitterkonstante  $a$  aus diesem systematischen Fehler ergibt sich somit

$$\frac{\Delta a_V}{a} = \frac{v}{R} \cos^2 \theta. \quad (23)$$

### 3 Auswertung

Um mit Hilfe der Filmstreifenmethode die Struktur der Probe zu bestimmen, werden die Radien der "Debye-Ringe", die sich durch die Bestrahlung auf dem Filmstreifen bilden, vermessen. Durch die Proportionalität

$$\theta = \frac{360^\circ \cdot r}{4\pi R} \quad (24)$$

zwischen den Radien  $r$  und den Beugungswinkeln  $\theta$  mit dem Kameraradius  $R$  wird der Beugungswinkel  $\theta$  berechnet. Die Tabelle 1 enthält die gemessenen Radien  $r$  und die nach (24) berechneten Winkel für die Metallprobe und die Tabelle 4 die für die Salzprobe. Es wird davon ausgegangen, dass die "Debye-Ringe" immer zu der ersten Ordnung gehören und dass nur kubische Gitterstrukturen beobachtet werden. Somit lässt sich die Gleichung 18 für auftretenden Reflexe durch (12) zu

$$a = \frac{\lambda \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}{2 \sin \theta} \quad (25)$$

umformen. Um aus den berechneten Beugungswinkeln  $\theta$  die Gitterkonstante  $a$  zu bestimmen, muss somit auch die zum Reflex gehörige Millerindize-Summe

$$m_{\text{sum}} = h^2 + k^2 + l^2$$

der Netzebenenschar  $hkl$  bekannt sein. Die Information für welche Werte von  $hkl$  Reflexe auftreten enthält die Strukturamplitude  $S$  nach Gleichung (21). Die Gleichung (21) wiederum benötigt die Basisvektoren der Elementarzelle. Da die der Proben unbekannt sind, werden Basisvektoren von bekannten Gitterstrukturen verwendet und die Ergebnisse untereinander verglichen. Metalle können typischerweise in bcc-, fcc- und Diamant-Struktur vorliegen und Salz in Fluorit-, Zinkblende-, Steinsalz-, Cäsiumchlorid-Struktur. Durch die entsprechenden Basisvektoren werden Werte für  $hkl$  bestimmt, wo die Strukturamplitude  $S \neq 0$  und somit ein Reflex auftritt. Durch die zweiatomige Basis bei den Salzstrukturen ist es nötig zwischen zwei Fällen zu differenzieren, da der Atomformfaktor  $f$  in Gleichung (21) nicht ausgeklammert werden kann.

$$\text{Fall1} : f_1 \approx f_2$$

$$\text{Fall2} : f_1 \neq f_2.$$

Bei Fall 1 verschwinden dadurch im Vergleich zu Fall 2 manche Reflexe. Die zu einem Reflex führenden Werte von  $hkl$  wurden hier mit Hilfe von *Python3* berechnet. Dabei ist nur  $m_{\text{sum}}$  entscheidend und von mehreren Ebenenscharen mit identischen  $m_{\text{sum}}$  wird nur eine verwendet, da alle den gleichen Beugungswinkel  $\theta$  besitzen. Es wird angenommen, dass alle möglichen Reflexe bei der Messung auftreten. Somit wird jedem Beugungswinkel ein  $m_{\text{sum}}$  zugewiesen. Wobei der kleinste Beugungswinkel durch Beugung an der Ebenenschar mit dem niedrigsten  $m_{\text{sum}}$  entsteht und so weiter. Die Tabelle 1 enthält bsw. die Zuordnung für eine bcc-Struktur. Aus der Zuordnung von  $m_{\text{sum}}$  und  $\theta$  wird für jedem Messwert nach (25) eine Gitterkonstante bestimmt. Der Fehler  $\Delta a$  auf die Gitterkonstante wird nach den

Gleichungen (22) und (23) berechnet. Die berechneten Gitterkonstanten werden gegen  $\cos^2(\theta)$  aufgetragen und es wird ein Fit der Datenpunkte an die Funktion

$$f(x) = mx + b \quad (26)$$

mit Hilfe von *Python3* durchgeführt. Die beste Gitterkonstante entspricht dann  $a(90^\circ)$  also dem y-Achsenabschnitt der ermittelten Geraden, somit dem Fitparameter  $b$ . Die verwendeten Geräte besitzen folgende Maße:

$$\rho = \text{Probenradius} = 1 \text{ mm}$$

$$R = \text{Kameraradius} = 57,3 \text{ mm}$$

$$F = \text{Abstand Fokus-Probe} = 130 \text{ mm.}$$

Die Wellenlängen der  $K_{\alpha_1}$ - und  $K_{\alpha_2}$ -Strahlung werden für die Berechnungen gemittelt. Für eine Cu-Anode ergibt sich somit

$$\bar{\lambda}_{K_\alpha} = 1,5417 \text{ \AA}.$$

Für größere Streuwinkel  $\theta$  in der Nähe von  $90^\circ$  führt dies zu einer Aufspaltung der Debye-Ringe, die durch Mittelung der zwei Radien Berücksichtigung findet. Zusätzlich wird dem Streuwinkel der Fehler

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

mit

$$\lambda_1 = 1,54093 \text{ \AA}$$

$$\lambda_2 = 1,54478 \text{ \AA}$$

zugefügt. Dieser wird nicht in den Tabellen aufgeführt und wird nur in den Plots berücksichtigt, da dieser für kleine Winkel gering ist. Um die systematischen Fehlern aus 2.3 zu berücksichtigen, wird der Radius der Probe zu

$$\rho = 1 \text{ mm}$$

bestimmt und der mögliche Abstand  $v$  der zwei Zylinderachsen mit

$$v = 2 \text{ mm}$$

abgeschätzt.

### 3.1 Metallprobe

Die Metallprobe wird sowohl unter der Annahme einer bcc-Struktur, siehe Tabelle 1 und Abbildung 8a, einer fcc-Struktur, siehe Tabelle 2 und Abbildung 8b, als auch einer Diamant-Struktur, siehe Tabelle 3 und Abbildung 8c untersucht.

**Tabelle 1:** Tabelle der Messwerte für die Kreisradien  $r$  und die daraus nach 24 resultierenden Winkel  $\theta$  und die von bcc zugeordneten Reflexe durch die Millerindizes  $hkl$  und deren Quadratsumme  $m_{\text{sum}}$ . Ebenfalls aufgetragen sind die aus Gleichung (25) berechneten Gitterkonstanten  $a$ .

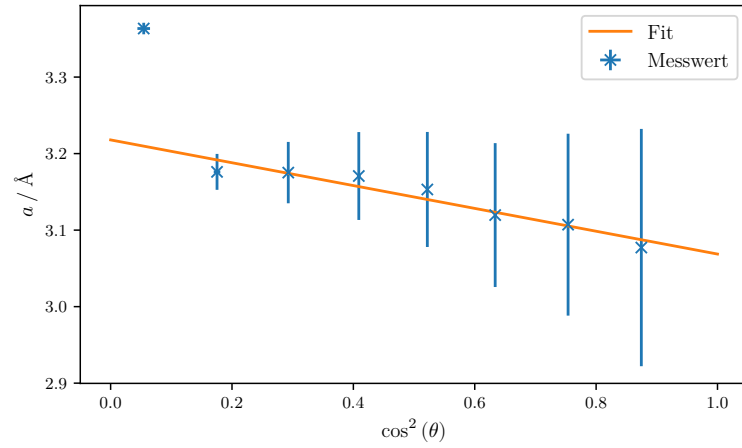
$r/\text{mm}$	$\theta/^\circ$	$h$	$k$	$l$	$m_{\text{sum}}$	$a/\text{\AA}$	$\cos^2(\theta)$
4,2	20,75	0	1	1	2	$3,08 \pm 0,16$	0,874
6,0	29,75	0	0	2	4	$3,11 \pm 0,12$	0,754
7,4	37,25	1	1	2	6	$3,12 \pm 0,09$	0,634
8,8	43,75	0	2	2	8	$3,15 \pm 0,08$	0,522
10,0	50,25	0	1	3	10	$3,17 \pm 0,06$	0,409
11,4	57,25	2	2	2	12	$3,18 \pm 0,04$	0,293
13,0	65,25	1	2	3	14	$3,18 \pm 0,02$	0,175
15,3	76,49	1	1	4	18	$3,36 \pm 0,01$	0,055

**Tabelle 2:** Tabelle der Messwerte für die Kreisradien  $r$  und die daraus nach 24 resultierenden Winkel  $\theta$  und die von fcc zugeordneten Reflexe durch die Millerindizes  $hkl$  und deren Quadratsumme  $m_{\text{sum}}$ . Ebenfalls aufgetragen sind die aus Gleichung (25) berechneten Gitterkonstanten  $a$ .

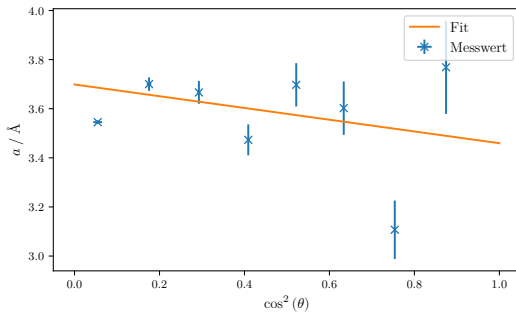
$r/\text{mm}$	$\theta/^\circ$	$h$	$k$	$l$	$m_{\text{sum}}$	$a/\text{\AA}$	$\cos^2(\theta)$
4,2	20,75	1	1	1	3	$3,77 \pm 0,19$	0,874
6,0	29,75	0	0	2	4	$3,11 \pm 0,12$	0,754
7,4	37,25	0	2	2	8	$3,60 \pm 0,11$	0,634
8,8	43,75	1	1	3	11	$3,70 \pm 0,09$	0,522
10,0	50,25	2	2	2	12	$3,47 \pm 0,06$	0,409
11,4	57,25	0	0	4	16	$3,67 \pm 0,05$	0,293
13,0	65,25	1	3	3	19	$3,70 \pm 0,03$	0,175
15,3	76,49	0	2	4	20	$3,55 \pm 0,01$	0,055

**Tabelle 3:** Tabelle der Messwerte für die Kreisradien  $r$  und die daraus nach 24 resultierenden Winkel  $\theta$  und die von bcc zugeordneten Reflexe durch die Millerindizes  $hkl$  und deren Quadratsumme  $m_{\text{sum}}$ . Ebenfalls aufgetragen sind die aus Gleichung (25) berechneten Gitterkonstanten  $a$ .

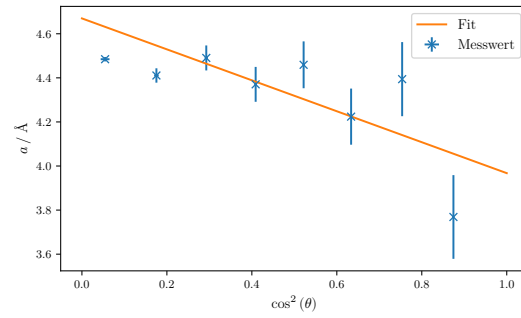
$r/\text{mm}$	$\theta/^\circ$	$h$	$k$	$l$	$m_{\text{sum}}$	$a/\text{\AA}$	$\cos^2(\theta)$
4,2	20,75	1	1	1	3	$3,77 \pm 0,19$	0,874
6,0	29,75	0	2	2	8	$4,39 \pm 0,17$	0,754
7,4	37,25	1	1	3	11	$4,22 \pm 0,13$	0,634
8,8	43,75	0	0	4	16	$4,46 \pm 0,11$	0,522
10,0	50,25	1	3	3	19	$4,37 \pm 0,08$	0,409
11,4	57,25	2	2	4	24	$4,49 \pm 0,06$	0,293
13,0	65,25	3	3	3	27	$4,41 \pm 0,03$	0,175
15,3	76,49	4	4	0	32	$4,48 \pm 0,01$	0,055



(a) bcc-Struktur



(b) fcc-Struktur



(c) Diamant-Struktur

**Abbildung 8:** Die bestimmten Gitterkonstanten  $a$  für verschiedene angenommene Strukturen gegen  $\cos^2 \theta$  aufgetragen.

Für die unterschiedlichen Strukturen für die metallische Probe ergeben sich folgende Gitterkonstanten  $a$  aus dem Fitparameter  $b$ :

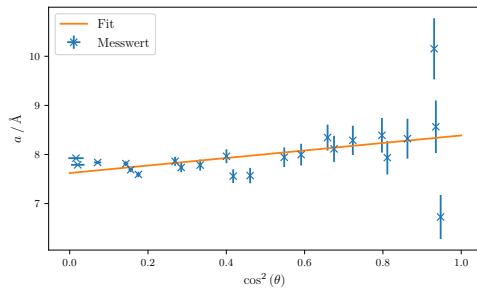
$$a_{\text{bcc}} = (3,22 \pm 0,01) \text{ \AA}$$

$$a_{\text{fcc}} = (3,7 \pm 0,2) \text{ \AA}$$

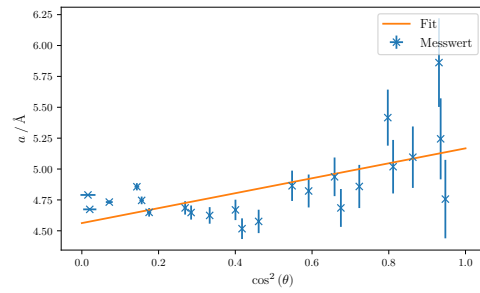
$$a_{\text{dia}} = (4,7 \pm 0,2) \text{ \AA}$$

### 3.2 Salz-Probe

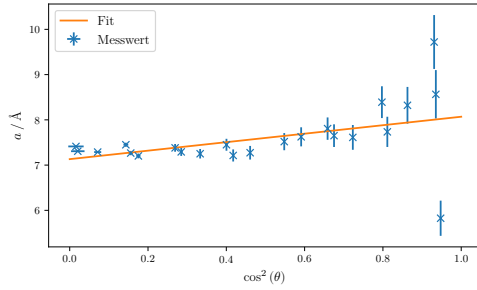
Die Salz-Probe wird sowohl unter der Annahme  $f_1 \approx f_2$  als auch ( $f_1 \neq f_2$ ) untersucht. Dabei wird die Salz-Probe auf Steinsalz-Struktur, siehe Tabelle 4(8) und Abbildung 9a (10a), Fluorit-Struktur, siehe Tabelle 5(9) und Abbildung 9b (10b), Zinkblende-Struktur, siehe Tabelle 6(10) und Abbildung 9c (10c) und Cäsiumchlorid-Struktur, siehe Tabelle 7(11) und Abbildung 9d (10d) überprüft.



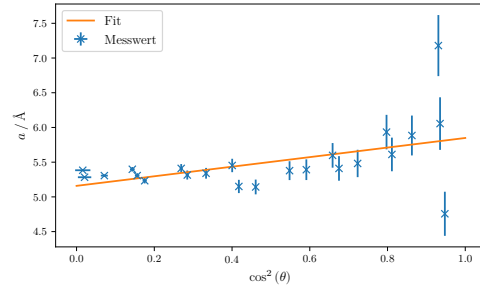
(a) Steinsalz-Struktur



(b) Fluorit-Struktur



(c) Zinkblende-Struktur



(d) Cäsiumchlorid-Struktur

**Abbildung 9:** Die bestimmten Gitterkonstanten  $a$  für verschiedene angenommene Strukturen gegen  $\cos^2 \theta$  aufgetragen, wobei  $f_1 \approx f_2$  angenommen wird.



**Tabelle 4:** Tabelle der Messwerte für die Kreisradien  $r$  und die daraus nach 24 resultierenden Winkel  $\theta$  und die von der Steinsalz-Struktur für  $f_1 \approx f_2$  zugeordneten Reflexe durch die Millerindizes hkl und deren Quadratsumme  $m_{\text{sum}}$ . Ebenfalls aufgetragen sind die aus Gleichung (25) berechneten Gitterkonstanten  $a$ .

$r/\text{mm}$	$\theta/^\circ$	$h$	$k$	$l$	$m_{\text{sum}}$	$a/\text{\AA}$	$\cos^2(\theta)$
2,7	13,25	0	0	2	4	$6,73 \pm 0,45$	0,947
3,0	14,75	0	2	2	8	$8,56 \pm 0,54$	0,935
3,1	15,25	2	2	2	12	$10,15 \pm 0,62$	0,931
4,4	21,75	0	0	4	16	$8,32 \pm 0,41$	0,863
5,2	25,75	0	2	4	20	$7,94 \pm 0,34$	0,811
5,4	26,75	2	2	4	24	$8,39 \pm 0,35$	0,797
6,4	31,75	0	4	4	32	$8,29 \pm 0,30$	0,723
7,0	34,75	2	4	4	36	$8,11 \pm 0,27$	0,675
7,2	35,75	0	2	6	40	$8,35 \pm 0,26$	0,659
8,0	39,75	2	2	6	44	$8,00 \pm 0,22$	0,591
8,4	42,25	4	4	4	48	$7,94 \pm 0,20$	0,548
9,4	47,25	0	4	6	52	$7,57 \pm 0,16$	0,461
10,0	49,75	2	4	6	56	$7,56 \pm 0,14$	0,418
10,1	50,75	0	0	8	64	$7,96 \pm 0,14$	0,400
11,0	54,75	0	2	8	68	$7,78 \pm 0,11$	0,333
11,5	57,75	2	2	8	72	$7,73 \pm 0,09$	0,285
11,8	58,75	2	6	6	76	$7,86 \pm 0,09$	0,269
13,0	65,25	0	4	8	80	$7,59 \pm 0,06$	0,175
13,4	66,75	2	4	8	84	$7,69 \pm 0,05$	0,156
13,6	67,75	4	6	6	88	$7,81 \pm 0,05$	0,143
14,9	74,49	4	4	8	96	$7,84 \pm 0,02$	0,071
16,4	81,74	0	6	8	100	$7,79 \pm 0,01$	0,021
16,6	82,74	0	2	10	104	$7,92 \pm 0,01$	0,016

**Tabelle 5:** Tabelle der Messwerte für die Kreisradien  $r$  und die daraus nach 24 resultierenden Winkel  $\theta$  und die von der Fluorit-Struktur für  $f_1 \approx f_2$  zugeordneten Reflexe durch die Millerindizes  $hkl$  und deren Quadratsumme  $m_{\text{sum}}$ . Ebenfalls aufgetragen sind die aus Gleichung (25) berechneten Gitterkonstanten  $a$ .

$r/\text{mm}$	$\theta/^\circ$	$h$	$k$	$l$	$m_{\text{sum}}$	$a/\text{\AA}$	$\cos^2(\theta)$
2,7	13,25	0	1	1	2	$4,76 \pm 0,32$	0,947
3,0	14,75	1	1	1	3	$5,24 \pm 0,33$	0,935
3,1	15,25	0	0	2	4	$5,86 \pm 0,36$	0,931
4,4	21,75	1	1	2	6	$5,10 \pm 0,25$	0,863
5,2	25,75	0	2	2	8	$5,02 \pm 0,22$	0,811
5,4	26,75	0	1	3	10	$5,42 \pm 0,23$	0,797
6,4	31,75	1	1	3	11	$4,86 \pm 0,17$	0,723
7,0	34,75	2	2	2	12	$4,69 \pm 0,15$	0,675
7,2	35,75	1	2	3	14	$4,94 \pm 0,16$	0,659
8,0	39,75	0	0	4	16	$4,82 \pm 0,13$	0,591
8,4	42,25	1	1	4	18	$4,86 \pm 0,12$	0,548
9,4	47,25	1	3	3	19	$4,58 \pm 0,09$	0,461
10,0	49,75	0	2	4	20	$4,52 \pm 0,08$	0,418
10,1	50,75	2	3	3	22	$4,67 \pm 0,08$	0,400
11,0	54,75	2	2	4	24	$4,62 \pm 0,07$	0,333
11,5	57,75	1	3	4	26	$4,65 \pm 0,06$	0,285
11,8	58,75	3	3	3	27	$4,69 \pm 0,05$	0,269
13,0	65,25	1	2	5	30	$4,65 \pm 0,03$	0,175
13,4	66,75	0	4	4	32	$4,75 \pm 0,03$	0,156
13,6	67,75	0	3	5	34	$4,86 \pm 0,03$	0,143
14,9	74,49	1	3	5	35	$4,73 \pm 0,01$	0,071
16,4	81,74	2	4	4	36	$4,67 \pm 0,00$	0,021
16,6	82,74	2	3	5	38	$4,79 \pm 0,00$	0,016

**Tabelle 6:** Tabelle der Messwerte für die Kreisradien  $r$  und die daraus nach 24 resultierenden Winkel  $\theta$  und die von der Zinkblende-Struktur für  $f_1 \approx f_2$  zugeordneten Reflexe durch die Millerindizes  $hkl$  und deren Quadratsumme  $m_{\text{sum}}$ . Ebenfalls aufgetragen sind die aus Gleichung (25) berechneten Gitterkonstanten  $a$ .

$r/\text{mm}$	$\theta/^\circ$	$h$	$k$	$l$	$m_{\text{sum}}$	$a/\text{\AA}$	$\cos^2(\theta)$
2,7	13,25	1	1	1	3	$5,83 \pm 0,39$	0,947
3,0	14,75	0	2	2	8	$8,56 \pm 0,54$	0,935
3,1	15,25	1	1	3	11	$9,72 \pm 0,60$	0,931
4,4	21,75	0	0	4	16	$8,32 \pm 0,41$	0,863
5,2	25,75	1	3	3	19	$7,73 \pm 0,33$	0,811
5,4	26,75	2	2	4	24	$8,39 \pm 0,35$	0,797
6,4	31,75	3	3	3	27	$7,61 \pm 0,27$	0,723
7,0	34,75	0	4	4	32	$7,65 \pm 0,25$	0,675
7,2	35,75	1	3	5	35	$7,81 \pm 0,25$	0,659
8,0	39,75	0	2	6	40	$7,62 \pm 0,21$	0,591
8,4	42,25	3	3	5	43	$7,52 \pm 0,19$	0,548
9,4	47,25	4	4	4	48	$7,27 \pm 0,15$	0,461
10,0	49,75	1	1	7	51	$7,21 \pm 0,13$	0,418
10,1	50,75	2	4	6	56	$7,45 \pm 0,13$	0,400
11,0	54,75	1	3	7	59	$7,25 \pm 0,11$	0,333
11,5	57,75	0	0	8	64	$7,29 \pm 0,09$	0,285
11,8	58,75	3	3	7	67	$7,38 \pm 0,09$	0,269
13,0	65,25	2	2	8	72	$7,20 \pm 0,05$	0,175
13,4	66,75	5	5	5	75	$7,27 \pm 0,05$	0,156
13,6	67,75	0	4	8	80	$7,45 \pm 0,04$	0,143
14,9	74,49	1	1	9	83	$7,29 \pm 0,02$	0,071
16,4	81,74	4	6	6	88	$7,31 \pm 0,01$	0,021
16,6	82,74	1	3	9	91	$7,41 \pm 0,00$	0,016

**Tabelle 7:** Tabelle der Messwerte für die Kreisradien  $r$  und die daraus nach 24 resultierenden Winkel  $\theta$  und die von der Cäsiumchlorid-Struktur für  $f_1 \approx f_2$  zugeordneten Reflexe durch die Millerindizes  $hkl$  und deren Quadratsumme  $m_{\text{sum}}$ . Ebenfalls aufgetragen sind die aus Gleichung (25) berechneten Gitterkonstanten  $a$ .

$r/\text{mm}$	$\theta/^\circ$	$h$	$k$	$l$	$m_{\text{sum}}$	$a/\text{\AA}$	$\cos^2(\theta)$
2,7	13,25	0	1	1	2	$4,76 \pm 0,32$	0,947
3,0	14,75	0	0	2	4	$6,06 \pm 0,38$	0,935
3,1	15,25	1	1	2	6	$7,18 \pm 0,44$	0,931
4,4	21,75	0	2	2	8	$5,88 \pm 0,29$	0,863
5,2	25,75	0	1	3	10	$5,61 \pm 0,24$	0,811
5,4	26,75	2	2	2	12	$5,93 \pm 0,25$	0,797
6,4	31,75	1	2	3	14	$5,48 \pm 0,20$	0,723
7,0	34,75	0	0	4	16	$5,41 \pm 0,18$	0,675
7,2	35,75	1	1	4	18	$5,60 \pm 0,18$	0,659
8,0	39,75	0	2	4	20	$5,39 \pm 0,15$	0,591
8,4	42,25	2	3	3	22	$5,38 \pm 0,14$	0,548
9,4	47,25	2	2	4	24	$5,14 \pm 0,11$	0,461
10,0	49,75	1	3	4	26	$5,15 \pm 0,10$	0,418
10,1	50,75	1	2	5	30	$5,45 \pm 0,10$	0,400
11,0	54,75	0	4	4	32	$5,34 \pm 0,08$	0,333
11,5	57,75	0	3	5	34	$5,31 \pm 0,07$	0,285
11,8	58,75	2	4	4	36	$5,41 \pm 0,06$	0,269
13,0	65,25	2	3	5	38	$5,23 \pm 0,04$	0,175
13,4	66,75	0	2	6	40	$5,31 \pm 0,03$	0,156
13,6	67,75	1	4	5	42	$5,40 \pm 0,03$	0,143
14,9	74,49	2	2	6	44	$5,31 \pm 0,02$	0,071
16,4	81,74	1	3	6	46	$5,28 \pm 0,00$	0,021
16,6	82,74	4	4	4	48	$5,38 \pm 0,00$	0,016

**Tabelle 8:** Tabelle der Messwerte für die Kreisradien  $r$  und die daraus nach 24 resultierenden Winkel  $\theta$  und die von der Steinsalz-Struktur für  $f_1 \neq f_2$  zugeordneten Reflexe durch die Millerindizes  $hkl$  und deren Quadratsumme  $m_{\text{sum}}$ . Ebenfalls aufgetragen sind die aus Gleichung (25) berechneten Gitterkonstanten  $a$ .

$r/\text{mm}$	$\theta/^\circ$	$h$	$k$	$l$	$m_{\text{sum}}$	$a/\text{\AA}$	$\cos^2(\theta)$
2,7	13,25	1	1	1	3	$5,83 \pm 0,39$	0,947
3,0	14,75	0	0	2	4	$6,06 \pm 0,38$	0,935
3,1	15,25	0	2	2	8	$8,29 \pm 0,51$	0,931
4,4	21,75	1	1	3	11	$6,90 \pm 0,34$	0,863
5,2	25,75	2	2	2	12	$6,15 \pm 0,27$	0,811
5,4	26,75	0	0	4	16	$6,85 \pm 0,29$	0,797
6,4	31,75	1	3	3	19	$6,39 \pm 0,23$	0,723
7,0	34,75	0	2	4	20	$6,05 \pm 0,20$	0,675
7,2	35,75	2	2	4	24	$6,46 \pm 0,20$	0,659
8,0	39,75	3	3	3	27	$6,26 \pm 0,17$	0,591
8,4	42,25	0	4	4	32	$6,49 \pm 0,16$	0,548
9,4	47,25	1	3	5	35	$6,21 \pm 0,13$	0,461
10,0	49,75	2	4	4	36	$6,06 \pm 0,11$	0,418
10,1	50,75	0	2	6	40	$6,30 \pm 0,11$	0,400
11,0	54,75	3	3	5	43	$6,19 \pm 0,09$	0,333
11,5	57,75	2	2	6	44	$6,05 \pm 0,07$	0,285
11,8	58,75	4	4	4	48	$6,25 \pm 0,07$	0,269
13,0	65,25	1	1	7	51	$6,06 \pm 0,04$	0,175
13,4	66,75	0	4	6	52	$6,05 \pm 0,04$	0,156
13,6	67,75	2	4	6	56	$6,23 \pm 0,04$	0,143
14,9	74,49	1	3	7	59	$6,14 \pm 0,02$	0,071
16,4	81,74	0	0	8	64	$6,23 \pm 0,01$	0,021
16,6	82,74	3	3	7	67	$6,36 \pm 0,00$	0,016

**Tabelle 9:** Tabelle der Messwerte für die Kreisradien  $r$  und die daraus nach 24 resultierenden Winkel  $\theta$  und die von der Fluorit-Struktur für  $f_1 \neq f_2$  zugeordneten Reflexe durch die Millerindizes  $hkl$  und deren Quadratsumme  $m_{\text{sum}}$ . Ebenfalls aufgetragen sind die aus Gleichung (25) berechneten Gitterkonstanten  $a$ .

$r/\text{mm}$	$\theta/^\circ$	$h$	$k$	$l$	$m_{\text{sum}}$	$a/\text{\AA}$	$\cos^2(\theta)$
2,7	13,25	0	1	1	2	$4,76 \pm 0,32$	0,947
3,0	14,75	1	1	1	3	$5,24 \pm 0,33$	0,935
3,1	15,25	0	0	2	4	$5,86 \pm 0,36$	0,931
4,4	21,75	1	1	2	6	$5,10 \pm 0,25$	0,863
5,2	25,75	0	2	2	8	$5,02 \pm 0,22$	0,811
5,4	26,75	0	1	3	10	$5,42 \pm 0,23$	0,797
6,4	31,75	1	1	3	11	$4,86 \pm 0,17$	0,723
7,0	34,75	2	2	2	12	$4,69 \pm 0,15$	0,675
7,2	35,75	1	2	3	14	$4,94 \pm 0,16$	0,659
8,0	39,75	0	0	4	16	$4,82 \pm 0,13$	0,591
8,4	42,25	1	1	4	18	$4,86 \pm 0,12$	0,548
9,4	47,25	1	3	3	19	$4,58 \pm 0,09$	0,461
10,0	49,75	0	2	4	20	$4,52 \pm 0,08$	0,418
10,1	50,75	2	3	3	22	$4,67 \pm 0,08$	0,400
11,0	54,75	2	2	4	24	$4,62 \pm 0,07$	0,333
11,5	57,75	1	3	4	26	$4,65 \pm 0,06$	0,285
11,8	58,75	3	3	3	27	$4,69 \pm 0,05$	0,269
13,0	65,25	1	2	5	30	$4,65 \pm 0,03$	0,175
13,4	66,75	0	4	4	32	$4,75 \pm 0,03$	0,156
13,6	67,75	0	3	5	34	$4,86 \pm 0,03$	0,143
14,9	74,49	1	3	5	35	$4,73 \pm 0,01$	0,071
16,4	81,74	2	4	4	36	$4,67 \pm 0,00$	0,021
16,6	82,74	2	3	5	38	$4,79 \pm 0,00$	0,016

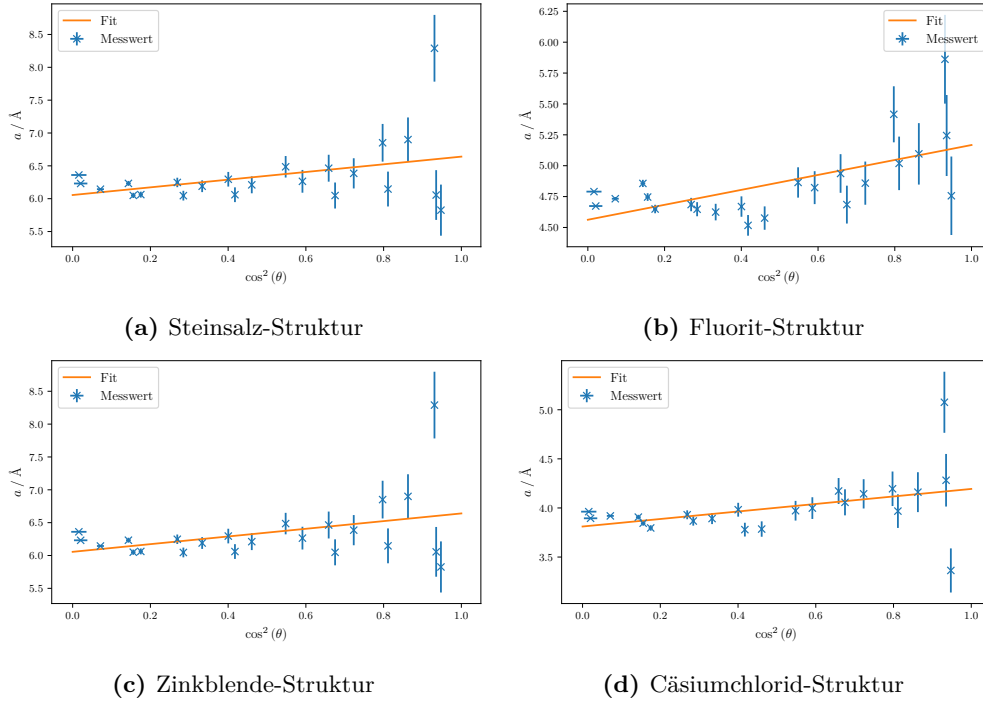
**Tabelle 10:** Tabelle der Messwerte für die Kreisradien  $r$  und die daraus nach 24 resultierenden Winkel  $\theta$  und die von der Zinkblende-Struktur für  $f_1 \neq f_2$  zugeordneten Reflexe durch die Millerindizes  $hkl$  und deren Quadratsumme  $m_{\text{sum}}$ . Ebenfalls aufgetragen sind die aus Gleichung (25) berechneten Gitterkonstanten  $a$ .

$r/\text{mm}$	$\theta/^\circ$	$h$	$k$	$l$	$m_{\text{sum}}$	$a/\text{\AA}$	$\cos^2(\theta)$
2,7	13,25	1	1	1	3	$5,83 \pm 0,39$	0,947
3,0	14,75	0	0	2	4	$6,06 \pm 0,38$	0,935
3,1	15,25	0	2	2	8	$8,29 \pm 0,51$	0,931
4,4	21,75	1	1	3	11	$6,90 \pm 0,34$	0,863
5,2	25,75	2	2	2	12	$6,15 \pm 0,27$	0,811
5,4	26,75	0	0	4	16	$6,85 \pm 0,29$	0,797
6,4	31,75	1	3	3	19	$6,39 \pm 0,23$	0,723
7,0	34,75	0	2	4	20	$6,05 \pm 0,20$	0,675
7,2	35,75	2	2	4	24	$6,46 \pm 0,20$	0,659
8,0	39,75	3	3	3	27	$6,26 \pm 0,17$	0,591
8,4	42,25	0	4	4	32	$6,49 \pm 0,16$	0,548
9,4	47,25	1	3	5	35	$6,21 \pm 0,13$	0,461
10,0	49,75	2	4	4	36	$6,06 \pm 0,11$	0,418
10,1	50,75	0	2	6	40	$6,30 \pm 0,11$	0,400
11,0	54,75	3	3	5	43	$6,19 \pm 0,09$	0,333
11,5	57,75	2	2	6	44	$6,05 \pm 0,07$	0,285
11,8	58,75	4	4	4	48	$6,25 \pm 0,07$	0,269
13,0	65,25	1	1	7	51	$6,06 \pm 0,04$	0,175
13,4	66,75	0	4	6	52	$6,05 \pm 0,04$	0,156
13,6	67,75	2	4	6	56	$6,23 \pm 0,04$	0,143
14,9	74,49	1	3	7	59	$6,14 \pm 0,02$	0,071
16,4	81,74	0	0	8	64	$6,23 \pm 0,01$	0,021
16,6	82,74	3	3	7	67	$6,36 \pm 0,00$	0,016

**Tabelle 11:** Tabelle der Messwerte für die Kreisradien  $r$  und die daraus nach 24 resultierenden Winkel  $\theta$  und die von der Cäsiumchlorid-Struktur für  $f_1 \neq f_2$  zugeordneten Reflexe durch die Millerindizes hkl und deren Quadratsumme  $m_{\text{sum}}$ . Ebenfalls aufgetragen sind die aus Gleichung (25) berechneten Gitterkonstanten  $a$ .

$r/\text{mm}$	$\theta/^\circ$	$h$	$k$	$l$	$m_{\text{sum}}$	$a/\text{\AA}$	$\cos^2(\theta)$
2,7	13,25	0	0	1	1	$3,36 \pm 0,22$	0,947
3,0	14,75	0	1	1	2	$4,28 \pm 0,27$	0,935
3,1	15,25	1	1	1	3	$5,08 \pm 0,31$	0,931
4,4	21,75	0	0	2	4	$4,16 \pm 0,20$	0,863
5,2	25,75	0	1	2	5	$3,97 \pm 0,17$	0,811
5,4	26,75	1	1	2	6	$4,20 \pm 0,18$	0,797
6,4	31,75	0	2	2	8	$4,14 \pm 0,15$	0,723
7,0	34,75	0	0	3	9	$4,06 \pm 0,13$	0,675
7,2	35,75	0	1	3	10	$4,17 \pm 0,13$	0,659
8,0	39,75	1	1	3	11	$4,00 \pm 0,11$	0,591
8,4	42,25	2	2	2	12	$3,97 \pm 0,10$	0,548
9,4	47,25	0	2	3	13	$3,79 \pm 0,08$	0,461
10,0	49,75	1	2	3	14	$3,78 \pm 0,07$	0,418
10,1	50,75	0	0	4	16	$3,98 \pm 0,07$	0,400
11,0	54,75	0	1	4	17	$3,89 \pm 0,06$	0,333
11,5	57,75	1	1	4	18	$3,87 \pm 0,05$	0,285
11,8	58,75	1	3	3	19	$3,93 \pm 0,05$	0,269
13,0	65,25	0	2	4	20	$3,80 \pm 0,03$	0,175
13,4	66,75	1	2	4	21	$3,84 \pm 0,03$	0,156
13,6	67,75	2	3	3	22	$3,91 \pm 0,02$	0,143
14,9	74,49	2	2	4	24	$3,92 \pm 0,01$	0,071
16,4	81,74	0	0	5	25	$3,89 \pm 0,00$	0,021
16,6	82,74	1	3	4	26	$3,96 \pm 0,00$	0,016





**Abbildung 10:** Die bestimmten Gitterkonstanten  $a$  für verschiedene angenommene Strukturen gegen  $\cos^2 \theta$  aufgetragen, wobei  $f_1 \neq f_2$  angenommen wird.

Für die unterschiedlichen Strukturen der Salz-Probe ergeben sich folgende Gitterkonstanten  $a$  aus dem Fitparameter  $b$ :

Fall 1:

$$\begin{aligned}
 a_{\text{Steinsalz}} &= (7,6 \pm 0,2) \text{ \AA} \\
 a_{\text{Fluorit}} &= (4,6 \pm 0,1) \text{ \AA} \\
 a_{\text{Zinkblende}} &= (7,1 \pm 0,3) \text{ \AA} \\
 a_{\text{Cäsiumchlorid}} &= (5,2 \pm 0,2) \text{ \AA}
 \end{aligned}$$

Fall 2:

$$\begin{aligned}
 a_{\text{Steinsalz}} &= (6,1 \pm 0,2) \text{ \AA} \\
 a_{\text{Fluorit}} &= (4,6 \pm 0,1) \text{ \AA} \\
 a_{\text{Zinkblende}} &= (6,1 \pm 0,2) \text{ \AA} \\
 a_{\text{Cäsiumchlorid}} &= (3,8 \pm 0,1) \text{ \AA}
 \end{aligned}$$

## 4 Diskussion

Die folgenden Gitterkonstanten ergeben sich aus der Annahme einer bestimmten Struktur des Kristalls.

Metall:	Salz Fall 1:	Salz Fall 2:
$a_{\text{bcc}} = (3,22 \pm 0,01) \text{ \AA}$	$a_{\text{Steinsalz}} = (7,6 \pm 0,2) \text{ \AA}$	$a_{\text{Steinsalz}} = (6,1 \pm 0,2) \text{ \AA}$
$a_{\text{fcc}} = (3,7 \pm 0,2) \text{ \AA}$	$a_{\text{Fluorit}} = (4,6 \pm 0,1) \text{ \AA}$	$a_{\text{Fluorit}} = (4,6 \pm 0,1) \text{ \AA}$
$a_{\text{dia}} = (4,7 \pm 0,2) \text{ \AA}$	$a_{\text{Zinkblende}} = (7,1 \pm 0,3) \text{ \AA}$	$a_{\text{Zinkblende}} = (6,1 \pm 0,2) \text{ \AA}$
	$a_{\text{Cäsiumchlorid}} = (5,2 \pm 0,2) \text{ \AA}$	$a_{\text{Cäsiumchlorid}} = (3,8 \pm 0,1) \text{ \AA}$

Die Strukturen, die eine geringe Unsicherheit in der Gitterkonstante besitzen, kommen als Struktur der Probe infrage. Für die Metallprobe erfüllt dies die bcc-Struktur. Da bei der Salzprobe keine Struktur besonders hervorsticht, sodass eine Struktur klar zu geordnet werden kann, werden die berechneten Gitterkonstanten auf ihre relative Abweichung  $A$  zu Literaturwerten verglichen. Es werden nur Literaturwerte berücksichtigt, die auch mit der Farbe der Proben übereinstimmen. Wird die Gitterstruktur der Metallprobe mit Literaturwerten verglichen, ergibt sich für die Metallprobe das Element Wolfram mit einer Gitterkonstante von

$$a_{\text{Wolfram}} = 3,16 \text{ \AA}. [2]$$

Die relative Abweichung  $A$  vom Messwert beträgt somit

$$A = (1,8 \pm 0,4) \text{ \%}.$$

Für die Salzprobe treffen die Literaturwerte für den Fall  $f_1 \neq f_2$  von **LiI** mit der Steinsalz-Struktur und von **4NH<sub>4</sub>Cl** mit der Cäsiumchlorid-Struktur am ehesten zu. Die Gitterkonstante von **LiI** beträgt

$$a_{\text{LiI}} = 6,00 \text{ \AA}. [3]$$

Die relative Abweichung  $A$  vom Messwert beträgt somit

$$A = (1 \pm 3) \text{ \%}.$$

Die Gitterkonstante von **NH<sub>4</sub>Cl** beträgt

$$a_{\text{NH}_4\text{Cl}} = 3,87 \text{ \AA}. [2]$$

Die relative Abweichung  $A$  vom Messwert beträgt somit

$$A = (2 \pm 3) \, \%.$$

Das Salz **LiI** besitzt die geringste relative Abweichung zu dem Messwert, deswegen kann von einer Steinsalz-Struktur ausgegangen werden. Die Abweichung zu dem Literaturwert für Wolfram sind gering, dass hierbei von einer erfolgreichen Strukturbestimmung auszugehen ist. Die vergleichsweise höheren Abweichungen bei der bestimmten Salzstruktur liegen möglicherweise an falsch zugeordneten Reflexen. Dies zeigt, dass die Strukturbestimmung von Kristallen sich als genauer erweist, wenn der Kristall nur aus einem Element besteht. Zusammenfassend kann gesagt werden, dass die Debye-Scherrer-Methode für eine Strukturbestimmung von elementaren Kristallen geeignet ist, jedoch für Kristalle aus mehreren Elementen müssen zur genauen Strukturbestimmung andere Methoden hinzugezogen werden.

## Literatur

- [1] TU Dortmund. *Anleitung zum Versuch V41 - Debye-Scherrer-Aufnahmen*. 28. Mai 2018. URL: <http://129.217.224.2/HOMEPAGE/PHYSIKER/MASTER/SKRIPT/V41.pdf>.
- [2] Charles Kittel. „Introduction to solid state physics“. In: (1953).
- [3] Anthony R West. *Solid state chemistry and its applications*. John Wiley & Sons, 2014.