

Versuch 2.2

Überstruktur in Cu_3Au

Betreuer: Thomas Finger, am 18.04.2011

Caspar Reinerth, Philipp Scholz

16. Mai 2011

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	3
2	Theoretische Grundlagen	3
2.1	Aufbau von Legierungen	3
2.1.1	Unmischbare Legierungen	3
2.1.2	Intermediäre Phase	3
2.1.3	Mischbare Legierungen	3
2.1.4	Die CuAu - Legierung	4
2.1.5	Die CuZn - Legierung	4
2.1.6	Die Cu ₃ Au - Legierung	5
2.2	Ordnungsparameter und Phasenübergang	5
2.2.1	Ordnungsparameter s	5
2.3	Das reziproke Gitter	6
2.4	Strukturanalyse durch Röntgendiffraktion	7
2.4.1	Intensität der Reflexe und Ordnungsgrad	7
2.5	Das resistive Verfahren	9
2.5.1	Theoretische Abhängigkeit	9
2.5.2	Vierpunkte Methode	10
3	Versuchsdurchführung und Auswertung	11
3.1	Der Versuch	11
3.2	Die röntgenographische Methode	11
3.2.1	Bestimmung der Gitterkonstanten	13
3.2.2	Bestimmung des Ordnungsgrades	14
3.3	Das resistive Verfahren	15
4	Zusammenfassung und Fazit	17

1 Einleitung

Dieser Versuch dient der Beobachtung und Analyse von Überstrukturen in Cu_3Au Legierungen, die unterschiedlich geordnet sind. Solche Überstrukturen können unterhalb einer bestimmten kritischen Temperatur T_C auftreten, während oberhalb dieser Temperatur die Atomverteilung eher regellos erscheint.

Die Analyse der drei verschiedenen Proben geschieht auf zwei unabhängige Arten. Zunächst untersuchen wir die Proben mittels der sogenannten **röntgenographischen Methode** und dann mittels des **resistiven Verfahrens**.

Als erstes möchten wir jedoch als Vorbereitung auf den eigentlichen Versuch, die theoretischen Grundlagen, diesen betreffend, kurz zusammenfassen.

2 Theoretische Grundlagen

2.1 Aufbau von Legierungen

Metalle sind spezielle Festkörper die beim Übergang zum “Festen” vorwiegend auskristallisieren, soll heißen Kristalle bilden (Auf die Möglichkeit durch sehr schnelles Abkühlen metallische Gläser herzustellen, wollen wir hier nicht näher eingehen.).

Legierungen sind nun metallische Kristallstrukturen, die aus mindestens zwei verschiedenen metallischen Elementen bestehen. In der Technik werden häufig Eigenschaften gebraucht, die speziell in Legierungen zu finden sind. Der Aufbau solcher Legierungen kann oberflächlich in drei unterschiedliche Typen zusammengefasst werden.

2.1.1 Unmischbare Legierungen

Unmischbare Legierungen, zeichnen sich dadurch aus, dass die einzelnen Metallsorten sich nicht innerhalb eines Kristallgitters verbinden, sondern in der Legierung einzelne “reine” Kristalle bilden. Sie sind also nicht mischbar, ergo unmischbar.

2.1.2 Intermediäre Phase

In der sogenannten Intermediären Phase bilden sich durch die Legierungen völlig neue Kristallstrukturen, die nichts mehr mit jenen Strukturen zu tun haben müssen, die die einzelnen Atomsorten vorher beschrieben haben.

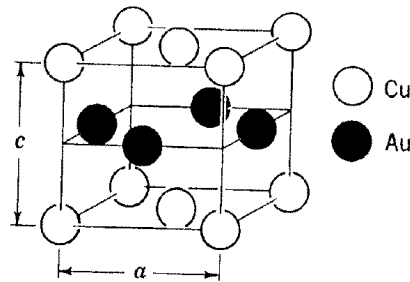
2.1.3 Mischbare Legierungen

Bei mischbaren Legierungen, werden Atome einer Sorte in das Kristallgitter der anderen Sorte eingebaut. Es werden also vereinzelt einfach Atome im Gitter ausgetauscht. Die darauß resultierenden Einflüsse auf das Gitter sind gering. So werden die Abstände zwischen den Atomen nur sehr gering bis gar nicht verändert.

In diesem Versuch werden wir uns mit einer Mischbaren Legierung beschäftigen. Zunächst möchte wir jedoch auf die Kristallstrukturen verschiedener Kupferlegierungen eingehen.

2.1.4 Die CuAu - Legierung

Mischt man Kupfer und Gold zu gleichen Teilen, so bilden die Kupfer und Goldatome im ungeordneten Fall ein fcc-Gitter, bei dem die Gitter-Plätze zur Hälfte mit Gold- und zur anderen Hälfte mit Kupferatomen besetzt sind. Die geordnete Struktur dieser Legierung ist nun in der Abbildung abgebildet. Man erkennt, dass sich die Atomsorten in aufeinanderfolgenden Schichten im fcc-Gitter abwechseln. Durch dieses Abwechseln



+

Abbildung 1: Das geordnete CuAu - Gitter

zwischen den einzelnen Schichten, wird das kubische fcc-Gitter entlang der (001)-Achse tetragonal verzerrt, sodass $\frac{c}{a} = 0.93$ beobachtet werden kann.

2.1.5 Die CuZn - Legierung

Manche Kupfer und Zink Legierungen (Messing) kristallisieren in einem bcc-Gitter (siehe Abbildung). Sowohl Kupfer als auch Zink kristallisieren hier innerhalb eines sc-Gitters, wobei das eine Gitter so verschoben ist, dass ein Eck-Atom das zentrierte Atom in einem scheinbaren bcc-Gitter darstellt. Im ungeordneten Fall (Abbildung links) sind die Atome statistisch verteilt, im geordneten sind jeweils die Eckatome und das zentrierte Atom von einer anderen Atomsorte.

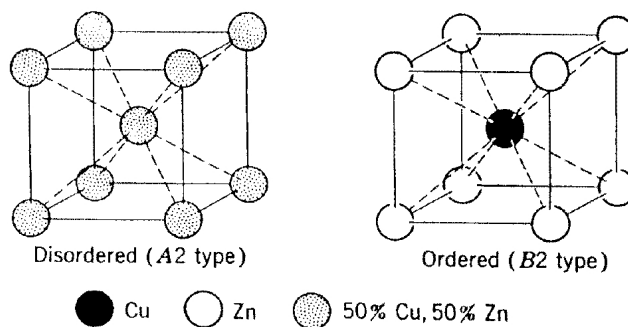


Abbildung 2: Das CuZn - Gitter

2.1.6 Die Cu_3Au - Legierung

In der Cu_3Au -Legierung kommen auf jedes Goldatom 3 Kupferatome. Diese Legierung werden wir in unseren Versuch genauer untersuchen. Wie schon weiter oben beschrieben,

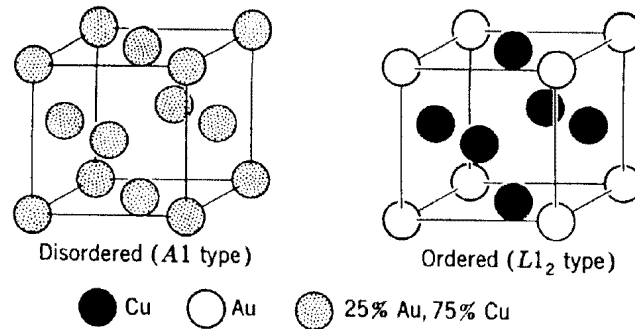


Abbildung 3: Das Cu_3Au - Gitter

sind im ungeordneten Fall die Atome statistisch verteilt, soll heißen bei Cu_3Au ist die Chance ein Kupferatom auf einem Gitterplatz vorzufinden $\frac{3}{4}$, demnach die Chance ein Goldatom vorzufinden $\frac{1}{4}$. Das Gitter sieht oberflächlich nach dem Typ fcc aus. Doch die geordnete Kristallstruktur von Cu_3Au zeichnet sich dadurch aus, dass sowohl Gold als auch Kupfer in sc-Gittern kristallisieren. Es ist etwas schwieriger zu erkennen, dass sich hier 3 sc-Kupfer Gitter in ein sc-Gold-Gitter eingliedern, sodass es scheint, als würden sie ein fcc-Gitter bilden.

2.2 Ordnungsparameter und Phasenübergang

Wenn man Legierungen über einen bestimmten Punkt erhitzt, hier bei Cu_3Au ungefähr 386°C , dann wird die thermische Energie innerhalb des Materials so groß, dass die einzelnen Atome ihre Gitterplätze tauschen können. Die Ordnung hört langsam auf zu existieren und die Atome sind auf den Gitterplätzen statistisch verteilt. Würde man so eine Probe abschrecken, soll heißen sehr schnell abkühlen, so bliebe den Atomen nicht genügend Zeit in ihren geordneten Zustand zurück (auf ihre Gitterplätze) zu kehren.

Kühlt man das Material aber langsamer ab, sodass der Probe genügend Zeit bleibt um ständig seinem Gleichgewichtszustand zu zustreben, so findet an der eben erwähnten, sogenannten kritischen Temperatur ein Phasenübergang, zwischen ungeordneter Probe und geordneter statt. Ab diesem Punkt wird sich der Kristall mehr und mehr ordnen, sodass wir bei einer Temperatur von 0 K einen vollständig geordneten Legierungskristall vorfinden würden (andere Einflüsse und Störstellen nicht beachtend).

2.2.1 Ordnungsparameter s

Möchte man nun die Ordnung innerhalb einer Probe beschreiben so empfiehlt es sich einen sogenannten Ordnungsparameter zu definieren/einzuführen, der uns den jeweiligen

Ordnungsgrad als Zahl qualitativ beschreiben kann.

Im Folgenden betrachte man eine Legierungen aus zwei Metallsorten, Sorte A und B. Seien nun p_A und p_B die Wahrscheinlichkeiten dafür ein Cu- bzw. ein Au-Atom auf den Gitterplätzen, des fcc-Gitters zu finden und $c_A = \frac{3}{4}$, $c_B = \frac{1}{4}$ die Konzentrationen von Kupfer- und Goldatomen innerhalb der Legierung. Nun kann man den Ordnungsparameter folgendermaßen angeben:

$$s = \frac{p_A - c_A}{1 - c_A} = \frac{p_B - c_B}{1 - c_B}$$

Diese Definition macht schon oberflächlich betrachtet Sinn, denn würde man nun den vollständig ungeordneten Fall betrachten so wäre die Wahrscheinlichkeit ein Atom einer bestimmten Sorte auf einen Gitterplatz zu finden gleich der Konzentration der jeweiligen Atomsorte innerhalb der Legierung, der Ordnungsparameter wäre also gleich 0. Für den vollständig geordneten Fall wäre die Wahrscheinlichkeit ein bestimmtes Atom auf einen bestimmten Gitterplatz vorzufinden gleich 1, da wir für den geordneten Fall voraussetzen, dass wir sagen können, wo sich die Atome innerhalb des Gitters befinden, und der Ordnungsparameter wäre ebenfalls gleich 1. Mit Hilfe der Thermodynamik bzw. der Statistischen Physik lässt sich zeigen, dass dieser Ordnungsparameter bei den jeweiligen Temperaturen die freie Energie

$$F = E - TS$$

minimiert und somit den Gleichgewichtszustand in den jeweiligen Fällen definiert. Für einen Beweis dieser Behauptung möchten wir an dieser Stelle auf die Fachliteratur verweisen, da dies den Rahmen dieses Versuchsprotokolls übersteigen würde.

2.3 Das reziproke Gitter

Das **reziproke Gitter** eines Bravais-Gitters ist wiederum ein Bravais-Gitter und wird über die folgenden Basisvektoren definiert.

$$b_1 = \frac{2\pi}{V_E} a_2 \times a_3, \quad b_2 = \frac{2\pi}{V_E} a_3 \times a_1, \quad b_3 = \frac{2\pi}{V_E} a_1 \times a_2$$

Hier sind unter den a-Vektoren, die primitiven Basis Vektoren des ursprünglichen Bravais-Gitters zu verstehen und V_E das Volumen der Elementarzellen.

Man kann sich unter den reziproken Gittervektoren Vektoren vorstellen, die in den Ebenen des Kristallgitters liegen. Dies wiederum macht die Tatsache anschaulich, dass das reziproke Gitter vorallem bei Beugungsmustern einen guten Ausgangspunkt für eine theoretische Beschreibung liefert. So besagt zum Beispiel die Laue-Bedingung für konstruktive Interferenzen innerhalb des Kristallgitters, dass nur solche Reflexe konstruktiv interferieren, wo die Differenz aus einfallenden und auslaufenden Wellenvektor ein reziproker Gittervektor ist.

Wichtig zu bemerken ist, dass das reziproke Gitter eines kubisch primitiven Gitters wieder ein kubisch primitives Gitter darstellt. Das reziproke Gitter eines fcc- ist ein bcc-Gitter und umgekehrt.

2.4 Strukturanalyse durch Röntgendiffraktion

Die in diesem Versuch angewandte Methode ist ähnlich der Debye-Scherrer-Methode. Eine Pulverprobe wird mit Röntgenstrahlung bestrahlt und ein Detektor nimmt die Intensität der Reflexion in Abhängigkeit zum Streuwinkel auf. Der Vorteil einer Probe in Pulverform gegenüber einem Einkristall ist, dass alle möglichen Reflexionen immer auftreten unabhängig von der geometrischen Anordnung der Probe im Detektor, da die einzelnen Kristalle im Pulver zufällig angeordnet und in genügend großer Anzahl vorhanden sind um dies zu ermöglichen.

Durch die Laue-Bedingung, kann man feststellen bei welchen Winkeln Reflexionsmaxima zu erwarten sind:

$$n\lambda = 2d_{hkl}\sin(\theta)$$

2.4.1 Intensität der Reflexe und Ordnungsgrad

Um die Intensität der Röntgenreflexe zu beschreiben wird der Ansatz gemacht:

$$I_{hkl} = |F|^2 \cdot p \cdot L_p \cdot A_T$$

Nun soll ein Zusammenhang zwischen den Intensitäten der Maxima und dem Ordnungsgrad der Probe hergestellt werden.

Betrachtet wird nun der Strukturfaktor F :

Er gibt die Streudichte einer Elementarzelle an. Er lässt sich aus der Fouriertransformierten der Ladungsverteilung bestimmen.

$$F_{hkl} = \sum_i f_i e^{i\vec{G}\vec{r}_i}$$

r_i ist der Ortsvektor des i -ten Atoms, f der Atomformfaktor und G der reziproke Gittervektor des vorliegenden Bravais-Gitters.

Bei einem kubischen Gitter vereinfacht sich der Term noch weiter:

$$F_{hkl} = \sum_i f_i e^{i2\pi(hx+ky+lz)_i}$$

Formfaktoren Im ungeordneten Zustand bildet Cu_3Au ein fcc-Gitter aus, das heißt die Ortsvektoren der Atome der Einheitszelle sind in beiden Fällen:

$$\vec{r}_1 = (0, 0, 0) \quad \vec{r}_2 = a \cdot \left(\frac{1}{2}, 0, \frac{1}{2}\right) \quad \vec{r}_3 = a \cdot \left(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, 0\right) \quad \vec{r}_4 = a \cdot \left(0, \frac{1}{2}, \frac{1}{2}\right)$$

Die Positionen sind statistisch an Kupfer- und Goldatome vergeben. Das heißt mit einer Wahrscheinlichkeit von 75% befindet sich an einer Position ein Kupferatom und zu 25% ein Goldatom. Man bildet nun einen mittleren Atomformfaktor $f_{Mittel} = \frac{3}{4}f_{Cu} + \frac{1}{4}f_{Au}$, der sofort in die Gleichung eingesetzt wird wie auch die Ortsvektoren der Atome:

$$F_{ungeordnet} = \frac{3}{4}f_{Cu} + \frac{1}{4}f_{Au}(1 + e^{-i\pi(h+k)} + e^{-i\pi(h+l)} + e^{-i\pi(k+l)})$$

Man sieh mit $e^{-i\pi} = -1$, dass sich die Klammer zu Null addiert, wenn nicht alle h, k, l gerade oder alle ungerade Zahlen sind.

Der Formfaktor ist dann also:

$$F_{ungeordnet} = \begin{cases} 3f_{Cu} + f_{Au}, & \text{hkl alle gerade oder ungerade} \\ 0 & \text{sonst} \end{cases}$$

Dies sind die Fundamentalreflexe.

Ist die Ordnung der Probe aber voll ausgeprägt, so kann man den Positionen fest Atome zuordnen. Auf $r_1 = (0, 0, 0)$ sei jetzt das Goldatom und die anderen Positionen sei mit Kupferatomen besetzt. Setzt man nun wieder alles ein, so folgt:

$$F_{geordnet} = f_{Au} + f_{Cu}(1 + e^{-i\pi(h+k)} + e^{-i\pi(h+l)} + e^{-i\pi(k+l)})$$

Es folgt für die Formfaktor:

$$F_{ungeordnet} = \begin{cases} 3f_{Cu} + f_{Au}, & \text{hkl alle gerade oder ungerade} \\ f_{Cu} - f_{Au} & \text{sonst} \end{cases}$$

Dies sind die Überstrukturreflexe.

Lorentzpolarisationfaktor

Dies ist ein Korrekturterm, der berücksichtigt, dass die Streuung senkrecht zur Einfallrichtung seltener geschieht als entlang dieser Richtung. Er berücksichtigt auch, dass die gemessenen Peaks eine gewissen Halbwertsbreite haben und keine scharfen Linien bilden.

$$L_P = \frac{1 + \cos^2(2\theta)}{\sin^2(\theta) \cdot \cos(\theta)}$$

Absorptionsfaktor

Er berücksichtigt Absorption von eingehender Strahlung des Materials, die besonders bei kleinen Reflexionswinkel, bei denen die Strahlung einen langen Weg durch die Probe machen muss besonders stark wird.

Da aber bei der Auswertung benachbarte Peaks (d.h. ähnlicher Streuwinkel) betrachtet werden, kann man sagen, dass der Faktor bei beiden Reflexionen identisch ist und deswegen sich herauskürzt.

Flächenhäufigkeitsfaktor

Durch Drehsymmetrie liefern bestimmte Ebene identische Reflexe (z.B. (001) und (100) bei einem kubischen Gitter), dies beeinflusst entsprechend die Intensität der Reflexe und muss berücksichtigt werden. Die (ganzzahligen) Faktoren wurden der Anleitung entnommen.

Intensität von Fundamental- und Überstrukturreflexen Aus dem Vergleich von der Intensität von Fundamental- und Überstrukturreflexen kann man ableiten, wie stark die Probe geordnet ist.

Man führt deswegen einen Ordnungsgrad S ein als Vorfaktor für den Formfaktor, der Werte

zwischen 0 und 1 annimmt, wird er =1 so ist die Intensitätenverteilung wie im geordneten Fall, ist er 0 so, gibt es keinerlei Überstrukturreflexe und die Probe ist ungeordnet. Bildet man nun den Quotienten eines Überstrukturpeaks mit einem Fundamentalpeaks so gilt dann:

$$\frac{I_{\ddot{U}}}{I_F} = \frac{(f_{Au} - f_{Cu})_{\ddot{U}}^2 \cdot (p \cdot L_P)_{\ddot{U}}}{(f_{Au} + 3f_{Cu})_F^2 \cdot (p \cdot L_P)_F}$$

Umgestellt nach S:

$$S^2 = \frac{I_F}{I_{\ddot{U}}} \frac{(f_{Au} - f_{Cu})_{\ddot{U}}^2}{(f_{Au} + 3f_{Cu})_F^2} \cdot \frac{(p \cdot L_P)_{\ddot{U}}}{(p \cdot L_P)_F}$$

2.5 Das resistive Verfahren

2.5.1 Theoretische Abhängigkeit

Das **resistive Verfahren** beruht auf unterschiedlichen elektrischen Widerständen innerhalb unterschiedlich geordneter Proben. Ein Zusammenhang zwischen dem spezifischen Widerstand ρ und des Ordnungsparameters s scheint naheliegend. Im Folgenden möchten wir darlegen, wie man zu einem einfachen Ausdruck dieser Abhängigkeit gelangen kann.

Den spezifischen Widerstand einer Legierung kann man als Summe zweier Beiträge darstellen:

$$\rho = \rho_G + \rho_L$$

Hierbei ist ρ_G der sogenannte **Gitterwiderstand**, also der Widerstand, den ein gleiches Kristallgitter hätte, welches nur aus einer Atomsorte bestünde. Der zweite Beitrag wird der **Legierungswiderstand** genannt. Dieser Widerstand tritt auf wenn wir mehr als eine Atomsorte innerhalb unseres Kristallgitters haben, also, was zu vermehrten Streuungen von Leitungselektronen im Kristallgitter führen kann.

Es ist offensichtlich, dass der Ordnungsparameter nur Einfluß auf den zweiten Beitrag haben kann, weshalb wir uns im Folgenden auf diesen beschränken mögen.

Mit Hilfe von quantenmechanischen Störungsrechnungen, soll man diesen Beitrag nun so darstellen können:

$$\rho_L = A \cdot c \cdot (1 - c)$$

Hierbei ist A eine materialspezifische Konstante und c die Konzentration von "Fremdatomen"¹. Unterliegt das Gitter der Legierung einer gewissen Ordnung, so ist der Leitungswiderstand geringer, als wenn die Atome der Legierung regellos innerhalb des Kristalls verteilt sind. Einen Ausdruck für den spezifischen Widerstand in Abhängigkeit vom Ordnungsparameter s lautet nach der quantenmechanischen Beschreibung:

$$\rho_{L,geordnet} = A \cdot c \cdot (1 - c) \cdot (1 - s^2)$$

¹Im Falle von Cu_3Au wäre $c = \frac{1}{4}$

Wie man leicht erkennen kann wird dieser Beitrag für vollständig geordnete Legierungen ($s=1$) minimal (er verschwindet sogar) und für vollständig ungeordnete Legierungen ($s=0$) maximal. Wenn man nun die Formeln für den geordneten und den ungeordneten Fall zusammenführt, erhält man folgenden Ausdruck:

$$\rho_g = \rho_{ug} - A \cdot c \cdot (1 - c) \cdot s^2$$

Hierbei bezeichnen wir mit ρ_g und ρ_{ug} den vollständigen spezifischen Widerstand der jeweiligen geordneten bzw. ungeordneten Probe. Aus dieser Formel lässt sich nun der Ordnungsparameter der ungeordneten Probe bestimmen:

$$s = \sqrt{\frac{16}{3} \frac{\rho_g - \rho_{ug}}{A}}$$

Wir haben in diese Formel bereits die Konzentrationen für Cu_3Au eingesetzt und können somit in der Auswertung mit dieser Formel rechnen.

2.5.2 Vierpunkte Methode

Um die spezifischen Widerstände in Abhängigkeit von der Temperatur zu bestimmen, behelfen wir uns in diesem Versuch mit der sogenannten **Vierpunkte Methode**. Die Messung in Abhängigkeit von der Temperatur sind notwendig, um den spezifischen Widerstand bei $T=0\text{K}$ zu extrapolieren, da die quantenmechanische Störungsrechnung nur für diese Temperatur gilt.

Bei dieser Methode werden vier Elektroden auf die Oberfläche der Probe geklebt. An

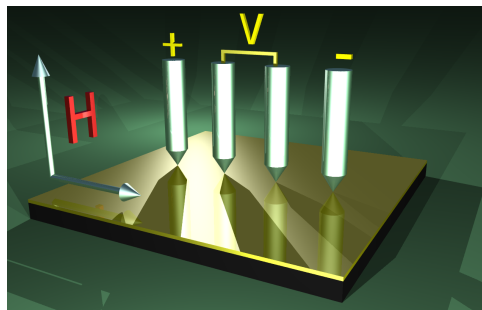


Abbildung 4: Quelle: Wikipedia - Vierpunkte Methode

die beiden äußeren Elektroden wird ein bekannter Strom angeschlossen, woraufhin sich im Material ein Potential herausbildet, was man an den beiden inneren Elektroden abgreifen kann. Dabei ist darauf zu Achten, dass die äußeren Elektroden nicht zu nahe am Rand des Materials angebracht sind, damit die Ströme sich weitestgehend ungehindert im Material ausbreiten können. Den spezifischen Widerstand des Materials erhält man nun über folgende Relationen zwischen Spannung und Strom:

$$\rho = d \cdot \frac{\pi}{\ln 2} \cdot \frac{U}{I}$$

Hierbei bezeichnet d die Dicke des Materials.

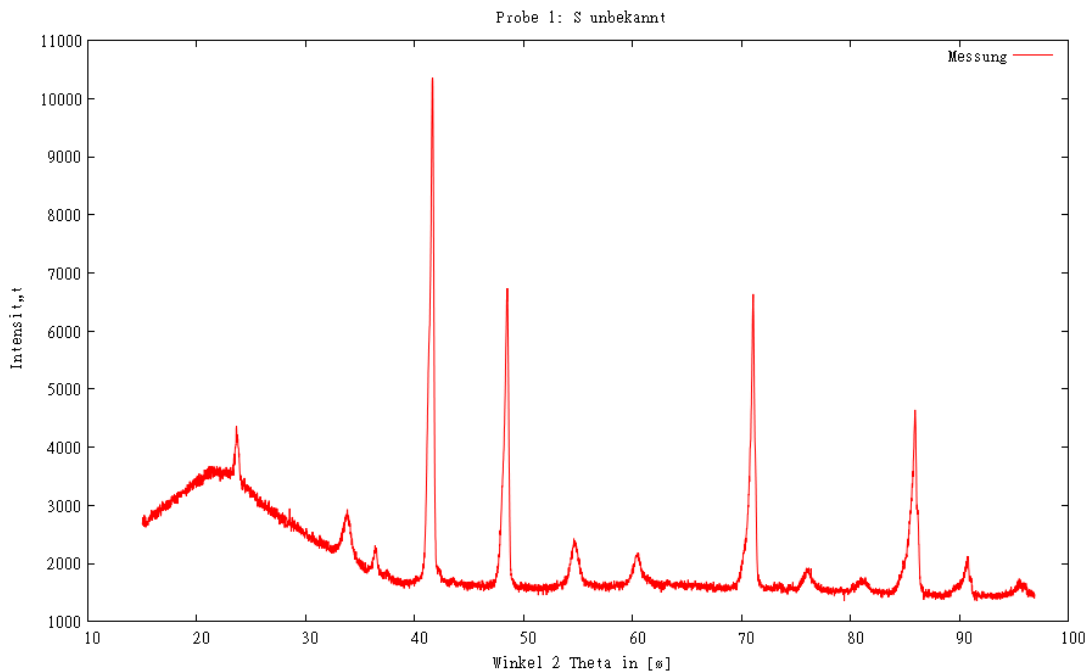


Abbildung 5: Messung für Probe 1

3 Versuchsdurchführung und Auswertung

3.1 Der Versuch

Unsere Aufgabe in diesem Experiment ist den Ordnungsparameter einer Probe Cu_3Au Probe zu bestimmen, deren Ordnungsgrad zwischen 0 und 1 liegen soll. Dazu wurden 3 Proben auf über 500°C erhitzt und danach unterschiedlich abgekühlt. Die vollständige ungeordnete Probe wurde in Wasser abgeschreckt, die langreichweitig geordnete Probe sehr langsam abgekühlt. Die für uns interessante Probe wurde ungefähr 2 Stunden bei einer Temperatur von 370°C gehalten, bevor sie in Wasser abgeschreckt wurde. Alle 3 Proben wurden durch die röntgenographische Methode und durch das resistive Verfahren ausgewertet, wodurch wir den Ordnungsparameter der teilgeordneten Probe bestimmen konnten.

3.2 Die röntgenographische Methode

Aus der Bragg-Bedingung geht hervor, mit $M = h^2 + k^2 + l^2$:

$$n\lambda = 2d\sin(\theta) = \frac{2a\sin(\theta)}{\sqrt{M}} \Rightarrow a = \frac{\sqrt{M}}{2n\lambda \cdot \sin(\theta)}$$

Fasst man nun n und die Millerschen Indizes zusammen:

$$a = \frac{\sqrt{M}}{2\lambda \cdot \sin(\theta)}$$

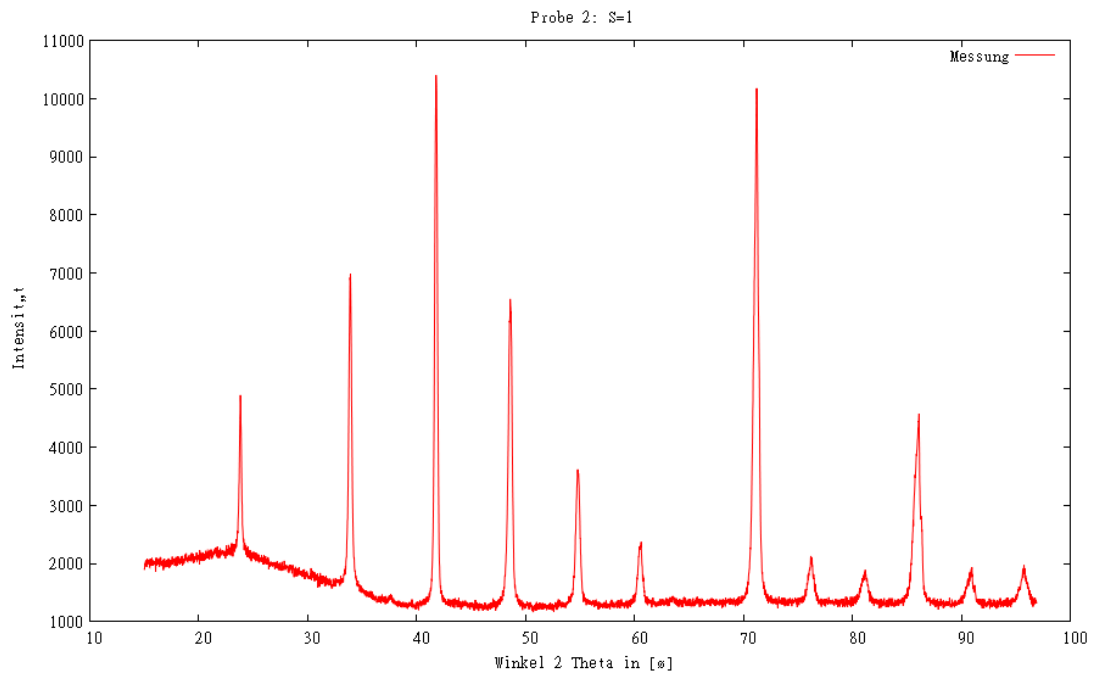


Abbildung 6: Messung für Probe 2

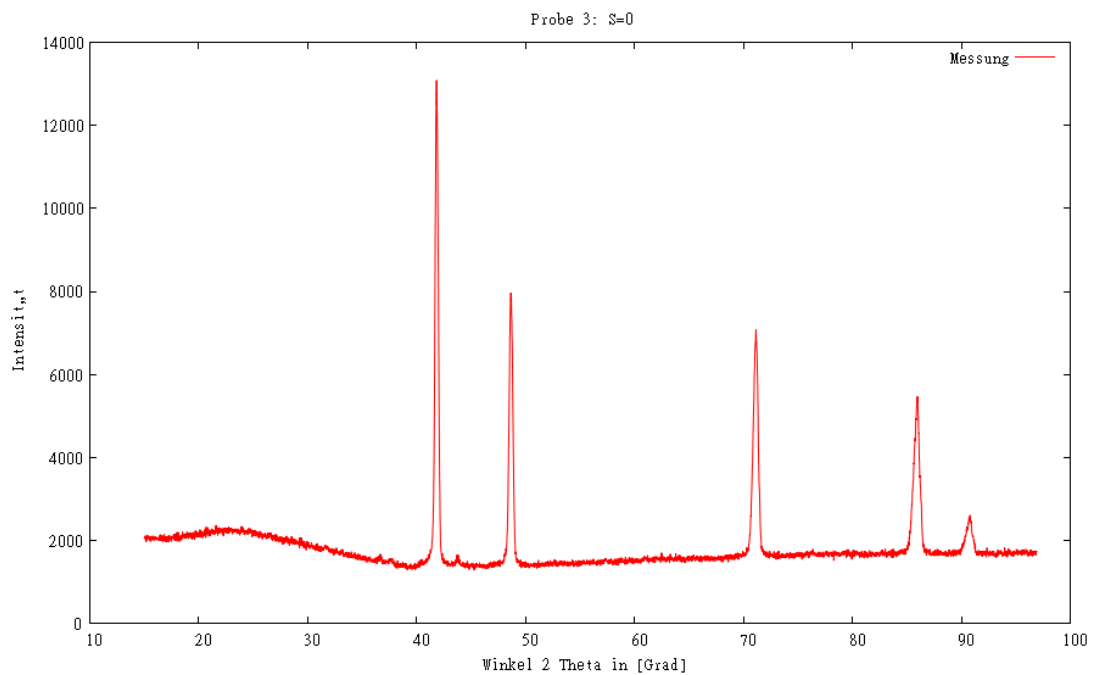


Abbildung 7: Messung für Probe 3

Für ein sc-Gitter (also die Überstruktur) sind Reflexe für alle (h,k,l) möglich. Für den ungeordneten Fall haben wir ein fcc-Gitter welches nur Reflexe liefert für Fälle, bei denen

h, k, l entweder alle gerade oder alle ungerade sind. Aus M lassen sich auch die Millerschen Indizes der Reflexionsebene bestimmen. Dadurch, dass a konstant ist, müssen zwischen zwei Peaks die Verhältnisse übereinstimmen :

$$\frac{M_1}{M_2} = \frac{\sin(\theta_1)^2}{\sin(\theta_2)^2}$$

Die macht ein Identifizieren der Peaks gut möglich.

Da die verwendete K_α -Strahlung Photonen mit zwei unterschiedlichen Wellenlängen im Verhältnis 2 : 1 beinhaltet, wird für weitere Berechnungen eine mittlere Wellenlänge verwendet:

$$\lambda = \frac{2 \cdot \lambda_1 + \lambda_2}{3} = \frac{2 \cdot 1,5406\text{\AA} + 1,5444\text{\AA}}{3} = 1,5419\text{\AA}$$

3.2.1 Bestimmung der Gitterkonstanten

Aus den Messdaten lassen sich folgende Werte herauslesen. Die Gitterkonstante kann mit der oben beschriebenen Formel bestimmt werden:

Für Messung 1:

(h k l)	M	$2 \cdot \theta [^\circ]$	a [\AA]
(1 0 0)	1	23,70	3,7544
(1 1 0)	2	33,82	3,7485
(1 1 1)	3	41,60	3,7605
(2 0 0)	4	48,49	3,7550
(2 1 0)	5	54,71	3,7518
(2 1 1)	6	60,42	3,7532
(2 2 0)	8	71,07	3,7519
(3 0 0)/(2 2 1)	9	76,09	3,7530
(3 1 0)	10	81,11	3,7498
(3 1 1)	11	85,87	3,7539
(2 2 2)	12	90,70	3,7541
(3 2 0)	13	95,60	3,7524

Für Messung 2:

(h k l)	M	$2 \cdot \theta [^\circ]$	a [\AA]
(1 0 0)	1	23,83	3,7342
(1 1 0)	2	33,91	3,7388
(1 1 1)	3	41,80	3,7433
(2 0 0)	4	48,60	3,7470
(2 1 0)	5	54,80	3,7461
(2 1 1)	6	60,52	3,7476
(2 2 0)	8	71,20	3,7460
(3 0 0)/(2 2 1)	9	76,20	3,7484
(3 1 0)	10	81,13	3,7490
(3 1 1)	11	85,94	3,7514
(2 2 2)	12	90,82	3,7502
(3 2 0)	13	95,74	3,7482

Für Messung 3:

(h k l)	M	$2 \cdot \theta [^\circ]$	a [\AA]
(1 1 1)	3	42,04	3,7372
(2 0 0)	4	48,67	3,7419
(2 2 0)	8	71,15	3,7482
(3 1 1)	11	85,95	3,7510
(2 2 2)	12	90,73	3,7531

Bestimmt man nun den Mittelwert mit der Standardabweichung als Fehler, erhält man für die Gitterkonstante:

Messung Nr.	a [\AA]	$\pm \Delta a [\text{\AA}]$	$\pm \Delta a [\%]$
1	3,746	0,003	0,08
2	3,746	0,004	0,1
3	3,746	0,006	0,16

3.2.2 Bestimmung des Ordnungsgrades

Es soll der Ordnungsgrad der Probe mit Hilfe folgender Formel bestimmt werden:

$$S^2 = \frac{I_F}{I_{\bar{U}}} \frac{(f_{Au} - f_{Cu})_{\bar{U}}^2}{(f_{Au} + 3f_{Cu})_F^2} \cdot \frac{(p \cdot L_P)_{\bar{U}}}{(p \cdot L_P)_F}$$

Der Atomformfaktor wird gemäß der Anleitung berechnet:

$$f(s) = \sum_{i=1}^5 a_i e^{-b_i s^2 + c}$$

Mit $s = \frac{\sin(\theta)}{\lambda}$. a_i , b_i und c wurden der Tabelle entnommen.

p wurde auch an Hand der zugehörigen Tabelle in der Versuchsanleitung bestimmt.

Der Lorentz-Polarisationsfaktor wurde mit folgender Formel berechnet:

$$L_P = \frac{1 + \cos^2(2 \cdot \theta)}{4 \cdot \sin^2(\theta) \cos(\theta)}$$

Die Quotienten für S wurden jeweils für die Überstrukturpeaks mit dem nächsten Fundamentalpeak gebildet.

Bei der Bestimmung der Peakfläche A wurden stets der Untergrund abgezogen, der mit Augenmaß für jeden Peak einzeln bestimmt wurde.

Für die erste Probe mit unbekanntem Ordnungsgrad:

(h k l)	Typ	$2 \cdot \theta [^\circ]$	A_{Peak}	f_{Cu}	f_{Au}	L_p	p	S
(1 0 0)	Ü	23,70	15770	25,96	72,77	11,14	6	0,48
(1 1 0)	Ü	33,82	23555	23,96	68,20	5,22	12	0,64
(1 1 1)	F	41,60	213864	22,42	64,79	3,31	8	-
(2 0 0)	F	48,49	135661	21,10	61,95	2,34	6	-
(2 1 0)	Ü	54,71	40644	19,95	59,56	1,78	24	0,99
(2 1 1)	Ü	60,42	32856	18,94	57,52	1,42	24	0,78
(2 2 0)	F	71,07	143489	17,24	54,07	1,01	12	-
(3 0 0)	Ü	76,09	19429	16,52	52,61	0,88	30	0,73
(3 1 0)	Ü	81,11	14378	15,85	51,26	0,80	24	1,09
(3 1 1)	F	85,87	121331	15,26	50,08	0,74	24	-
(2 2 2)	F	90,70	24539	14,72	48,96	0,70	8	-
(3 2 0)	Ü	95,60	15472	14,21	47,92	0,68	24	1,28

Für die zweite Probe mit vollständiger Ordnung, d.h von der Theorie her zu erwartender Wert ist $S = 1$:

(h k l)	Typ	$2 \cdot \theta [^\circ]$	A_{Peak}	f_{Cu}	f_{Au}	L_p	p	S
(1 0 0)	Ü	23,70	15770	25,94	72,66	11,01	6	0,84
(1 1 0)	Ü	33,82	23555	23,94	68,16	5,19	12	1,62
(1 1 1)	F	41,60	213864	22,38	64,71	3,27	8	-
(2 0 0)	F	48,49	135661	21,08	61,91	2,33	6	-
(2 1 0)	Ü	54,71	40644	19,93	59,53	1,77	24	1,23
(2 1 1)	Ü	60,42	32856	18,93	57,48	1,42	24	0,57
(2 2 0)	F	71,07	143489	17,22	54,03	1,00	12	-
(3 0 0)	Ü	76,09	19429	16,50	52,58	0,88	30	0,63
(3 1 0)	Ü	81,11	14378	15,85	51,26	0,80	24	1,08
(3 1 1)	F	85,87	121331	15,26	50,06	0,74	24	-
(2 2 2)	F	90,70	24539	14,70	48,94	0,70	8	-
(3 2 0)	Ü	95,60	15472	14,20	47,89	0,68	24	1,73

Den Theoriewert $S=0$ für die dritte Messung, die vollständig ungeordnet sein soll, kann mit dieser Methode nicht nachgeprüft werden, da die Überstrukturpeaks vollständig fehlen. Dieses Fehlen allein reicht aber aus um festzustellen, dass der Ordnungsgrad sehr gering sein muss.

Bestimmt man nun für die anderen Proben den Mittelwert mit der Standardabweichung als Fehler, erhält man für den Ordnungsgrad:

Messung Nr.	S	$\pm \Delta S$	$\pm \Delta S [\%]$
1	0,86	0,26	30
2	1,1	0,42	38

3.3 Das resistive Verfahren

Für das resistive Verfahren mussten wir mittels eines Silberklebers vier Drähte an unsere Proben kleben und diese mit den Kontakten der Messapparatur zusammenlöten. Die

Messapparatur nahm nun die elektrischen Widerstände unserer Probe in Abhängigkeit der Temperatur auf, während sie unsere Probe langsam in einen mit flüssigen Helium gefüllten Behälter herablies. Wir plotteten die Messdaten und fitteten sie mit Hilfe linearer Fit-Funktionen.

Für die Fits ergab sich:

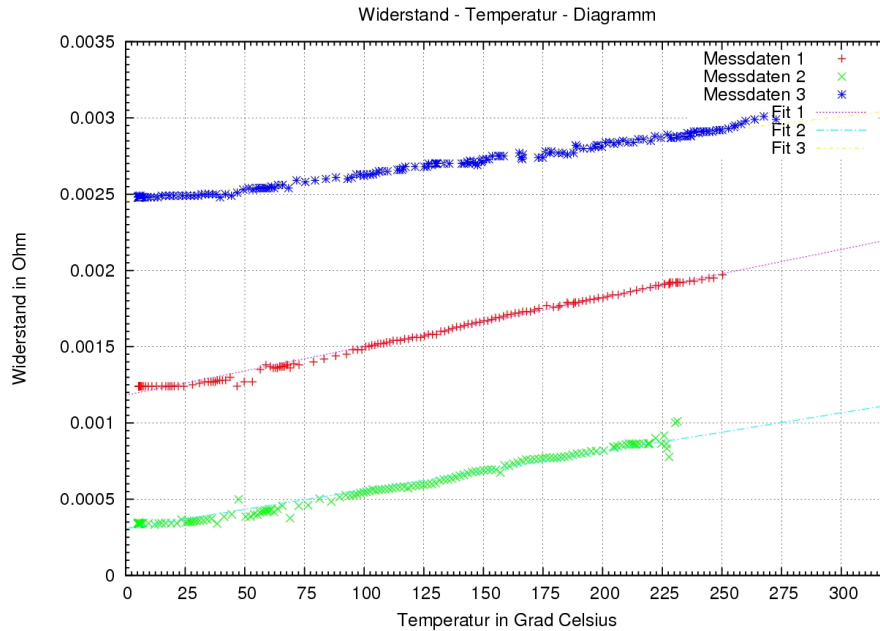


Abbildung 8: Messdaten der Widerstandsmessung und ihre linearen Fits

$$\begin{aligned} f_1(x) &= (3.18737 \pm 0.02271) \cdot 10^{-6} \cdot x + (0.00118145 \pm 0.00000319) \\ f_2(x) &= (2.53098 \pm 0.02634) \cdot 10^{-6} \cdot x + (0.000306337 \pm 0.000003143) \\ f_3(x) &= (1.85253 \pm 0.01426) \cdot 10^{-6} \cdot x + (0.00245237 \pm 0.00000206) \end{aligned}$$

Mit Hilfe dieser Fits, konnten wir die Widerstände bei einer Temperatur von 0 K extrapolieren und darauf dann die spezifischen Widerstände bestimmen. Der spezifische Widerstand ergibt sich durch die Formel:

$$\rho = \frac{A \cdot R}{l}$$

Hier bezeichnet $A = b \cdot d$ die Querschnittsfläche der Probe, R den Widerstand bei $T = 0\text{K}$ und l die Abstände der zwei inneren Drähte. Die geometrischen Faktoren bestimmten wir zu:

$$b = (2.3 \pm 0.1) \cdot 10^{-3} \text{m}$$

$$d = (0.3 \pm 0.1) \cdot 10^{-3} \text{m}$$

$$l = (7 \pm 0.1) \cdot 10^{-3} \text{m}$$

Den Fehler des spezifischen Widerstandes bestimmten wir durch:

$$\Delta\rho = \rho \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta A}{A}\right)^2 + \left(\frac{\Delta R}{R}\right)^2 + \left(\frac{\Delta l}{l}\right)^2}$$

	Probe 1	Probe 2	Probe 3
Widerstand R [Ω]	1.182 ± 0.004	0.3064 ± 0.0004	2.453 ± 0.0003
spezifischer Widerstand ρ [$mm\Omega$]	$0,1165 \pm 0,0025$	$0,0302 \pm 0,0005$	$0,242 \pm 0,005$

Möchte man nun die Ordnungsparameter aus den spezifischen Widerständen bestimmen, so müssen wir uns der Formel aus Abschnitt 2.5.1 bedienen.

$$s = \sqrt{\frac{16}{3} \frac{\rho_g - \rho_{ug}}{A}}$$

Zunächst müssen wir daraus aber die Materialkonstante bestimmen. Da wir eine vollständig geordnete und eine vollständig ungeordnete Probe vermessen hatten, müssen wir einfach die jeweiligen spezifischen Widerstände in die folgende Formel einsetzen, wobei wir angenommen haben, dass die Ordnungsparameter der Probe 2 und der Probe 3 jeweils 1 und 0 waren.

$$A = \frac{16}{3} (\rho_{ug} - \rho_g)$$

Daraus erhalten wir für die Materialkonstante:

$$A = (1,1296 \pm 0,0134) mm\Omega$$

Mit Hilfe dieser Konstante lässt sich nun der Ordnungsparameter der Probe 2 bestimmen zu:

$$s_1 = 0,6383 \pm 0,0074$$

Dieser Wert lässt mutmaßen, dass die Probe zu quasi zwei Dritteln geordnet war.

4 Zusammenfassung und Fazit

Die Zuordnung der Miller Indizes den einzelnen Röntgenpeaks verlief recht problemlos, allerdings gibt es bei Probe 1 (die teilweise geordnet ist) einen Peak, der nicht identifizierbar war. Dieser wurde ignoriert und die Werte ohne ihn passten ganz gut.

Die Gitterkonstante wurde bei allen drei Proben als Mittelwert bestimmt werden und alle drei Werte stimmen exakt überein. Der relative Fehler ist kleiner als 0,2%. Der Theoriewert¹ für die Gitterkonstante eines solchen Gitters ist $a_{Theorie} = 3,747 \text{ \AA}$, damit liegt er im Fehlerbereich der experimentell bestimmten Werte aller drei Messung $a = 3,746 \pm 0,003$ (Probe 1).

Das übereinstimmen der Gitterkonstante bestätigt, dass sich bei der Ausbildung einer Überstruktur die Geometrie der Gitters nicht verändert, sondern nur die Atome bestimmte Positionen einnehmen, die davor zufällig verteilt waren.

Die Bestimmung des Ordnungsgrads liefert sehr große Abweichungen in der Berechnung, was sich in einer hohen Standardabweichung niederschlägt. Die völlig ungeordnete Probe konnte leicht als Probe 3 identifiziert werden, da dort die Überstrukturpeaks fehlten.

¹<http://cst-www.nrl.navy.mil/lattice/alloys/aucu.html>

Für die vollständig geordnete Probe 2 konnte ein Ordnungsgrad von $S = 1,10 \pm 0,42$ bestimmen, der erwartete Wert $S = 1$ liegt also gut im Fehlerbereich.

Für die Probe mit unbekanntem Ordnungsgrad wurde $S = 0,86 \pm 0,26$ berechnet.

Für eine brauchbare Bestimmung der Ordnungsgrade ist der Fehler von ca 30% bei den Messungen viel zu hoch.

Fehlerquellen für den röntgenographische Methode ließen sich für uns nicht überblicken, da der Versuch nicht einsehbar war. Bei der resistiven Methode wurden die Widerstände der einzelnene 3 Proben bei sehr tiefen Temperaturen aufgenommen, sodass wir die spezifischen Widersände bei 0 K darauf extrapolieren konnten. Bei der Auswertung wurde angenommen, dass es sich bei der Probe mit den größten Widerstand um die vollständig ungeordnete ($S=0$) und bei der Probe mit dem geringsten Widerstand um die vollständig geordnete ($S=1$) gehandelt hat. So konnten wir über die Methode des resistiven Verfahrens den Ordnungsparameter unserer teilgeordneten Probe zu

$$s_1 = 0,6383 \pm 0,0074$$

bestimmen, was auch in den Fehlergrenzen unseres Wertes der röntgenographischen Methode liegt.

Fehlerquellen bei dem resistiven Verfahren sind vorallem beim Präparieren der Probe in der Messapparatur zuzusehen. Ein nicht vollständiges Abisolieren der Drähte zur Bestimmung des Widerstandes, sowie die Einflüsse des Klebers der verwendet wurde um die Drähte auf den Proben zu fixieren, könnten zu einer Erhöhung bzw. Abweichung der Widerstände von den tatsächlichen Werten geführt haben.