

Physikalisches
Fortgeschrittenenpraktikum
Versuch 41: Debye-Scherrer-Aufnahmen

Sebastian Rollke

103095

webmaster@rollke.com

und

Daniel Brenner

105292

daniel.brenner@uni-dortmund.de

durchgeführt am 15. Mai 2006

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	3
2	Theorie	4
2.1	Kristallstrukturen	4
2.2	Kubische Kristallstrukturen	5
2.3	Zusammengesetzte Strukturen	6
2.4	Netzebenen	7
2.5	Beugung von Röntgenstrahlen an Kristallen	9
3	Experimentelles Vorgehen	12
3.1	Zielsetzung	12
3.2	Versuchsaufbau	12
3.3	Durchführung	13
3.4	Röntgenstrahlung	13
3.5	Filmentwicklung	13
3.6	Fehlerquellen	14
3.6.1	Absorption der Röntgenstrahlung	15
3.6.2	Verschiebung der Probenachse gegen die Filmzylinderachse	16
3.6.3	Zusammenfassung der Fehlerquellen	16
4	Auswertung	17
4.1	Allgemein	17
4.1.1	Bestimmung der Beugungsradien	17
4.1.2	Bestimmung der Kristallstruktur	17
4.2	Probe 7	17
4.3	Salz 4	20

1 Einleitung

Da die Mehrzahl an Materie, die in einem festen Aggregatzustand ist, einen kristallinen Charakter aufweist, benötigt man Untersuchungsverfahren um die Kristallgitterstrukturen der Materie zu ergründen. Kristalle sind durch ihre zwischenatomaren Kräfte periodisch aufgebaut, können aber aufgrund der Abmessungen als solche nicht unmittelbar erkannt werden. Zur Beobachtung der Gitterstrukturen bedarf es somit einer Sonde, deren räumliches Auflösungsvermögen in der Größenordnung der Atomabstände liegt, wie dies etwa Röntgenstrahlung oder auch langsame Neutronen und Elektronen. Bei der Debye-Scherrer-Methode wird die Beugung von Röntgenstrahlen am Gitter der Kristalle für die Bestimmung ihrer Strukturen genutzt.

2 Theorie

2.1 Kristallstrukturen

Um die Periodizität der Kristalle am besten Darzustellen, beschreibt man dies mit Hilfe eines Punktgitters. Hierbei ist wahlweise jeder Gitterpunkt ein einzelnes Atom im Kristall, oder auch eine Atomgruppe, die sogenannte Basis, wobei alle Basisgruppen untereinander identisch in Zusammensetzung, Anordnung und Orientierung sein müssen. Kennt man nun das Gitter und die Basis, so ist die ganze Kristallstruktur bekannt. Aus Gründen der Periodizität lässt sich nun das Gitter mit sogenannten fundamentalen Translationen aufspannen.

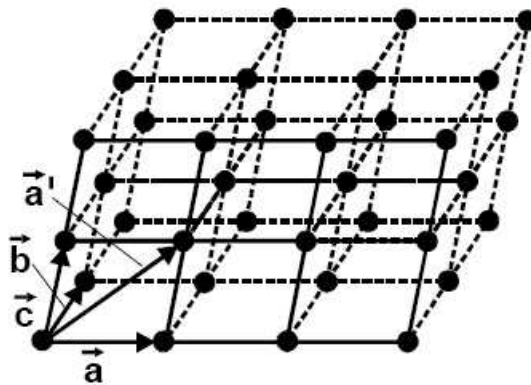


Abbildung 2.1: Erzeugung eines Punktgitters mit den fundamentalen Translationen \vec{a} , \vec{b} und \vec{c}

Abbildung 2.1 zeigt ein solches Gitter. Ein Punkt, der durch den Vektor \vec{t}

$$\vec{t} = n_1 \vec{a} + n_2 \vec{b} + n_3 \vec{c} \quad (n_1, n_2, n_3 \in \mathbb{N})$$

dargestellt werden kann, ist ein Gitterpunkt. Die kleinste Einheit, die ein Gitter vollständig festlegt nennt man Elementarzelle, befindet sich hierdrin nur in den 8 Eckpunkten Atome (also insgesamt nur ein Atom in der Elementarzelle) so spricht man von einer primitiven Elementarzelle. Auch wenn die Zahl der möglichen Punktgitter unbegrenzt ist, so gibt es doch nur eine begrenzte Anzahl von Gittertypen mit bestimmten Eigenschaften, die sogenannten Bravais-Gitter, fasst man verschiedene Elementarzellen

noch zusammen, so bleiben nur 7 Gittersysteme. Da im Versuch Kristalle mit kubischen Kristallstrukturen untersucht werden, bei denen also $a = b = c$ und $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ gegeben ist, werden diese nun weiter erläutert.

2.2 Kubische Kristallstrukturen

Die einfachste elementarzelle des kubischen Kristalls ist die kubisch-primitive Struktur, bei der jeweils ein Atom in jeder Würfecke zu finden ist. Beim kubisch-raumzentrierten Gitter (bcc), befindet sich ein zweites Atom pro Elementarzelle, welches in der Würfelmitte sitzt (siehe Abbildung 2.2). Um den Ort eines Punktes anzugeben, werden allgemein relative Koordinaten zur Elementarzelle angegeben (x,y,z) , die jeweils Anteile an den Achsenlängen (a,b,c) der Zelle angeben. Der Ursprung liegt somit in einer Ecke der Zelle und für die Atome der kubisch-raumzentrierten Elementarzelle ergeben sich die Koordinaten

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

Jedes Atom hat somit 8 nächste Nachbarn im Abstand $\sqrt{3}a/2$.

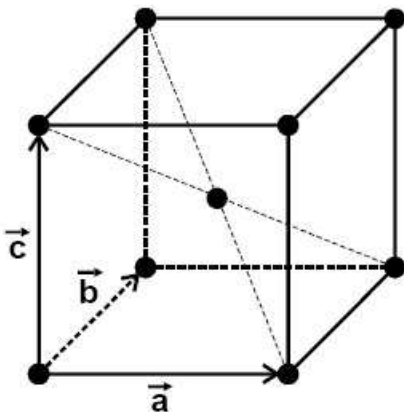


Abbildung 2.2: Elementarzelle des bcc Gitters

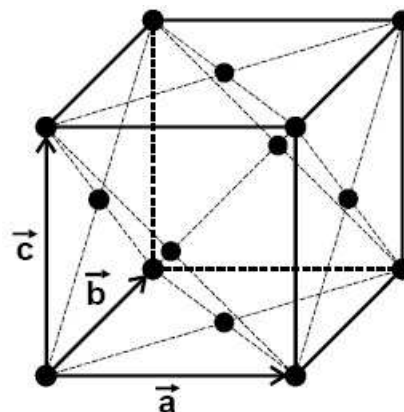


Abbildung 2.3: Elementarzelle des fcc Gitters

Im kubisch-flächenzentrierten Gitter (fcc) liegt neben den Eckatomen noch jeweils ein Atom auf der Flächenmitte der Würfeloberflächen, wodurch insgesamt 4 Atome je Einheitszelle vorhanden sind (vergleiche Abbildung 2.3). Die Koordinaten ergeben sich hier zu

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

und jedes Atom besitzt 12 nächste Nachbarn mit jeweils einem Abstand von $0,5\sqrt{2}a$.

2.3 Zusammengesetzte Strukturen

Die folgenden zumeist ebenfalls kubisch-flächenzentrierten Strukturen sind zusammengesetzte Strukturen aus mehreren ineinander geschachtelten Gittern.

Die Steinsalt-Struktur besteht aus zwei gegeneinander versetzten kubisch-flächenzentrierten Gittern mit jeweils unterschiedlichen Atomarten, die um jeweils eine halbe Raumdiagonale verschoben sind. Es ergeben sich damit die Koordinaten:

$$A : (0, 0, 0) , (1/2, 1/2, 0) , (1/2, 0, 1/2) , (0, 1/2, 1/2)$$

$$B : (1/2, 1/2, 1/2) , (1, 1, 1/2) , (1, 1/2, 1) , (1/2, 1, 1)$$

Ein Beispiel ist etwa das Natriumchlorid (siehe Abbildung 2.4

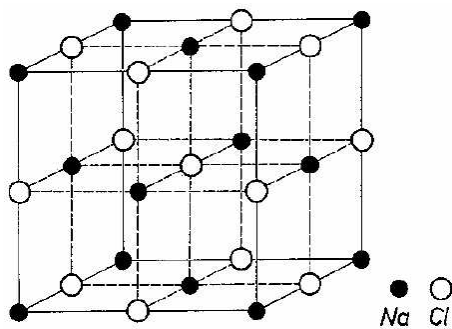


Abbildung 2.4: Steinsalt-Struktur

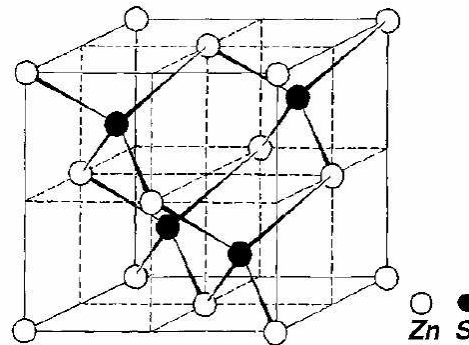


Abbildung 2.5: Zinkblende-Struktur

Die Diamant-Struktur besteht ebenso aus zwei kubisch-flächenzentrierten Gittern, die allerdings nur um ein Viertel der Raumdiagonalen gegeneinander versetzt sind. Somit ergeben sich für die 8 Atome der Elementarzelle die Koordinaten:

$$(0, 0, 0) , (1/2, 1/2, 0) , (1/2, 0, 1/2) , (0, 1/2, 1/2)$$

$$(1/4, 1/4, 1/4) , (3/4, 3/4, 1/4) , (3/4, 1/4, 3/4) , (1/4, 3/4, 3/4)$$

Jedes Atom besitzt also 4 nächste Nachbarn und die Struktur kommt bei den vierwertigen Elementen Kohlenstoff, Silizium und Germanium. Werden die beiden Untergitter wie bei der Steinsaltstruktur mit unterschiedlichen Atomarten besetzt, so bekommt man eine Zinkblende-Struktur wie sie etwa beim Zinksulfid vorkommt (Abbildung 2.5) Die Fluorit-Struktur besteht aus drei kubisch-flächenzentrierten Gittern, die gegeneinander um 0,25 bzw. 0,75 der Würfeldiagonalen verschoben werden, wobei zwei der

Untergitter jeweils die gleiche Atomsorte, das dritte eine andere trägt. Es ergeben sich somit die Koordinaten:

$$\begin{aligned}
 A &: (0, 0, 0) , (1/2, 1/2, 0) , (1/2, 0, 1/2) , (0, 1/2, 1/2) \\
 B_1 &: (1/4, 1/4, 1/4) , (3/4, 3/4, 1/4) , (3/4, 1/4, 3/4) , (1/4, 3/4, 3/4) \\
 B_2 &: (3/4, 3/4, 3/4) , (1/4, 1/4, 3/4) , (1/4, 1/4, 3/4) , (3/4, 1/4, 1/4)
 \end{aligned}$$

Ein Beispiel hierfür ist etwa Calciumfluorid (siehe Abbildung 2.6).

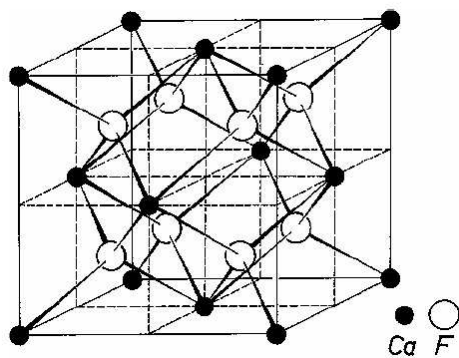


Abbildung 2.6: Fluorit-Struktur

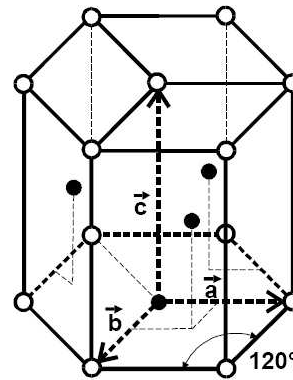


Abbildung 2.7: hexagonal dichteste Kugelpackung

Als einzige nicht kubische Struktur ist hier noch die hexagonale Struktur hervorzuheben, da diese in der Natur sehr häufig vorkommt. Die Elementarzelle bildet hierbei ein rechtwinkeliges Prisma dessen rautenförmige Grundfläche einen Winkel von 120° einschließt. Befindet sich an der Stelle $(\frac{2}{3}, \frac{1}{3}, \frac{1}{2})$ noch ein weiteres Atom neben den Eckatomen, so spricht man von der sogenannten hexagonal dichtesten Kugelpackung (siehe Abbildung 2.7). Wenn das Verhältniss der Achsen c/a genau den Wert $\sqrt{8/3}$ einnimmt, ist die dichteste Kugelpackung erreicht.

2.4 Netzebenen

Eine Netzebene ist eine gedachte Ebene im Kristall, in der Schwerpunkte von Atomen zu finden sind, aufgrund der Periodizität des Gitters gibt es zu einer solchen Ebene somit eine ganze Schar äquidistanter Netzebenen. Diese Beschreibt man in der regel mit Hilfe der Millerschen Indices in der Form des Zahlentripels (hkl). Dieses Tripel erhält man, wenn man die dem Ursprung am nächstgelegene Netzebene betrachtet und die Reziprokwerte der Schnittpunkte mit den Koordinatenachsen nimmt. Der Einfachheit halber werden diese noch multipliziert mit einem beliebigen Skalar um gebrochene

Zahlen zu vermeiden. Im Beispiel der Abbildung 2.8 schneidet die Ebene an den Stellen (2, 1/2, 1/3) woraus die Kehrwerte (1/2, 2, 3) und schließlich die Millerschen Indices (146).

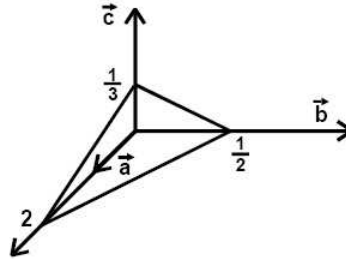


Abbildung 2.8: Lage der Netzebene mit den Millerschen Indices (146) relativ zu den Achsen der Elementarzelle

Werden negative Werte erreicht, so wird dies durch ein Minuszeichen oberhalb der Ziffer vermerkt, ebenso wenn die Achse gar nicht geschnitten wird, der Achsenabschnitt den Wert ∞ bekommt, wodurch der Millersche Index 0 wird.

Zur Bestimmung der Lage der Netzebenen aus der Schar untereinander benötigt man nun noch den Netzebenenabstand d . Dieses Problem ist in Abbildung 2.9 skizziert. Die Schnittpunkte mit den Achsenabschnitten sind gemäß der Schreibweise des Millerschen Zahlentripels

$$\frac{1}{h}a, \frac{1}{k}b \text{ und } \frac{1}{l}c$$

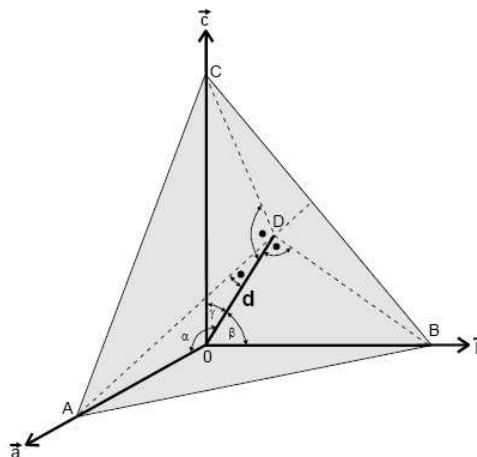


Abbildung 2.9: Skizze zur Berechnung des Netzebenenabstandes d aus den Millerschen Indices und den Gitterkonstanten a, b, c

Betrachtet man nun die drei rechtwinkligen Dreiecke, die jeweils den Netzabstand als Seite haben und berücksichtigt man, dass gilt

$$\cos^2 \alpha + \cos^2 \beta + \cos^2 \gamma = 1 \quad (2.1)$$

so folgt für das kubische System mit drei gleichen Seiten

$$d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (2.2)$$

2.5 Beugung von Röntgenstrahlen an Kristallen

Um die Gitterstruktur zu untersuchen, wird die Beugung von Röntgenstrahlen an den Elektronen und Atomen des Kristalls genutzt. Hierbei kann von einem klassischen Streuprozess ausgegangen werden, da beim Compton-Effekt es zu keinen Interferenzen durch die unterschiedlichen Wellenlängen kommt. Um Interferenzen zu erhalten, ist es allerdings notwendig, dass die Kristallstruktur streng Periodisch angeordnet ist, daher wird es in bestimmte ausgezeichnete Raumrichtungen zu Auslöschungen oder Verstärkungen der Streuamplitude kommen. Die Elektronen in der Atomhülle stellen hierbei Hertzsche-Dipole dar, welche eine Strahlung der Intensität

$$I_e(r, \theta) = I_0 \left(\frac{\mu_0 q^2}{4\pi m} \right)^2 \frac{1}{r^2} \frac{1 + \cos^2 2\theta}{2} \quad (2.3)$$

(mit der Intensität I_0 des einfallenden Strahles, der Induktionskonstante μ_0 , dem Abstand zwischen Aufpunkt und Teilchen r und dem Winkel zwischen einfallendem und gestreutem Strahl 2θ)

emittiert. Sofort erkennt man, dass die Streuung an Atomkernen im Vergleich zu Elektronen zu vernachlässigen ist, da die Intensität mit dem Quadrat der Masse abnimmt. Wäre nun die Wellenlänge der Röntgenstrahlung groß gegen die Ausdehnung der Elektronenhülle, so wäre das Streuvermögen des Atoms direkt proportional zum Quadrat der Ordnungszahl z . In der Realität ist die Intensität allerdings geringer, da die Röntgenstrahlung mit der Ausdehnung der Elektronenhülle vergleichbar ist.

Der Quotient aus der von einem Atom gestreuten Intensität I_a und der Streuintensität des Einzelelektrons I_e bezeichnet nun das Quadrat des Atomfaktors

$$f^2 = \frac{I_a}{I_e} \quad (2.4)$$

Da nur elastische Streuung betrachtet wird, erhält man mit dem Phasenunterschied $\Delta\varphi$ den Atomfaktor als Integral

$$f = \int_{\text{H\u00fclle}} e^{-i\Delta\varphi} \rho(\vec{r}) d^3r = \int_{\text{H\u00fclle}} e^{-2\pi i \vec{r}(\vec{k} - \vec{k}_0)} \rho(\vec{r}) d^3r \quad (2.5)$$

mit der Elektronendichteverteilung $\rho(\vec{r})$, und den Wellenvektoren der einfallenden (\vec{k}_0) und der gestreuten (\vec{k}) Welle.

Zur Berechnung der Streuamplitude A der gesamten von einer Elementarzelle gestreuten Welle, muss nun \u00fcber alle Atome summiert werden und es ergibt sich

$$A = \sum_j f_j e^{-2\pi i \vec{r}_j(\vec{k} - \vec{k}_0)} I_e \quad (2.6)$$

Ersetzt man nun noch den Ortsvektor \vec{r}_j durch die Basisvektoren der Elementarzelle, so erh\u00e4lt man aus Formel 2.6 den Ausdruck der Strukturamplitude S

$$S = \sum_j f_j e^{-2\pi i (x_j \vec{a} + y_j \vec{b} + z_j \vec{c})(\vec{k} - \vec{k}_0)} I_e \quad (2.7)$$

Aufgrund des Huygensschen Prinzips m\u00fcssen die Wellennormalen der ein- und ausfallenden Welle symmetrisch zur Netzebenenormalen liegen. Konstruktive Interferenzen treten nun auf, wenn zwei Strahlen an benachbarten Netzebenen gestreut werden. Die Braggsche Bedingung

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad n = 1, 2, 3, \dots \quad (2.8)$$

beschreibt weiter die Winkel, unter denen gestreute R\u00f6ntgenstrahlen zu beobachten sind.

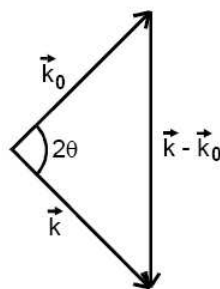


Abbildung 2.10: Zusammenhang zwischen den Wellenzahlvektoren der einfallenden und gestreuten Welle und dem Streuwinkel

Aus Abbildung 2.10 ergibt sich nun

$$|\vec{k} - \vec{k}_0| = \frac{2 \sin \theta}{\lambda} \quad (2.9)$$

kombiniert mit 2.8 folgt daraus die Definition der sogenannten reziproken Gittervektoren \vec{g}

$$\vec{g} = \frac{n}{|\vec{d}|} = |\vec{k} - \vec{k}_0| \quad (2.10)$$

Für die reziproken Gittervektoren existiert die Basis:

$$\vec{A} = \frac{1}{V} \vec{b} \times \vec{c}; \quad \vec{B} = \frac{1}{V} \vec{c} \times \vec{a}; \quad \vec{C} = \frac{1}{V} \vec{a} \times \vec{b}; \quad \text{mit } V := \vec{a} \cdot (\vec{b} \times \vec{c}) \quad (2.11)$$

Die reziproken Gittervektoren geben der Netzebenenschar (hkl) damit die Gestalt:

$$\vec{g}(hkl) = h\vec{A} + k\vec{B} + l\vec{C} \quad (2.12)$$

Für die Strukturamplitude ergibt sich damit nun aus 2.7, 2.10, 2.11 und 2.12 der Ausdruck:

$$S(hkl) = \sum_j f_j e^{-2\pi i(x_j h + y_j k + z_j l)} \quad (2.13)$$

3 Experimentelles Vorgehen

3.1 Zielsetzung

Beschrieben wird im Folgenden eine Apparatur, mit deren Hilfe die Beugungswinkel unter denen Reflexe auftreten gemessen werden. Diese werden in der Auswertung mit den theoretischen Werten für verschiedene Kristallstrukturen und Beugungen an verschiedenen Netzebenen nach Formel 2.13 auf der vorherigen Seite verglichen und so im Ausschlussverfahren ermittelt, um welche Kristallstruktur es sich bei der untersuchten Probe handelt.

3.2 Versuchsaufbau

Die Durchführung von Debye-Scherrer-Aufnahmen geschieht durch einen Röntgenröhre, die einen Strahl auf eine Debye-Scherrer-Kamera (Abb. 3.1) projiziert. Der Strahl wird durch die Probe gebeugt (vgl. Theorieteil) und bildet charakteristische Muster (vgl. Auswertung) auf dem in der Kamera befindlichen Film ab. Während der Belichtung der Probe (Dauer ca. 2 bis 4 Stunden) wird diese kontinuierlich um ihre Achse gedreht.

Die Entwicklung des Films wird in einer Dunkelkammer vorgenommen.

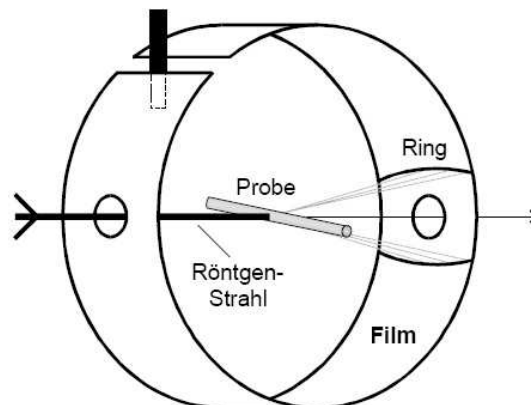


Abbildung 3.1: Schematischer Aufbau der Debye-Scherrer-Kamera

3.3 Durchführung

Ein Glasstäbchen wird zunächst in Klebstoff und dann in das zu untersuchende Material (Pulver) getaucht. Der Probenträger wird dann in die Halterung der Debye-Scherrer-Kamera (vgl. Abb. 3.1 auf der vorherigen Seite) eingelegt und fixiert .

Die dem Strahleintritt gegenüberliegende Seite wird mit einem Bleisglasfenster verschlossen sowie ein Röntgenfilm eingelegt.

Die Kamera wird dann in den Strahlengang der Röntgenröhre gestellt und diese eingeschaltet. Untersucht wurden: Nach der Belichtung folgt die Entwicklung der belich-

Bezeichnung	Typ	Belichtungsdauer
Probe 7	Metall	2 Stunden
Salz 4	Salz	3 Stunden

Tabelle 3.1: Gewählte Proben und Belichtungsdauer

teten Filme.

3.4 Röntgenstrahlung

Die vorhandene Röntgenröhre wird mit einer Spannung von 40 kV bei einem Strom von 10 mA betrieben. Durch einen Absorber lässt sich die austretende Strahlung auf zwei (untrennbare) Wellenlängen beschränken:

1. $\lambda_{K_{\alpha 1}} = 1,54093 \text{ \AA}$
2. $\lambda_{K_{\alpha 2}} = 1,54788 \text{ \AA}$

Aufgrund der verschiedenen Emissionswahrscheinlichkeiten der beiden Linien, verwendet man im weiteren den Mittelwert

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

3.5 Filmentwicklung

Nach Ablauf der Belichtungsdauer wird der Film in einer Dunkelkammer entwickelt. Dabei sind werden die folgenden Arbeitsschritte nötig:

1. Entnahme des Films aus der Kamera
2. Für ca. 15 min wird der Film in ein Entwicklerbad getaucht
3. Eintauchen des Films für ca. 1 Minute in (verdünnte Essigsäure)

4. Für ca. 15 min eintauchen in den Fixierer
5. Trocknung

3.6 Fehlerquellen

In der Realität ergeben sich relevante Abweichungen von der idealisierten Betrachtung der Beugung. Diese ergeben sich durch die endliche Ausdehnung der Probe und dem Problem, Strahl und Probenachse nicht exakt aufeinander aufeinander ausgerichtet werden können.

Somit ergeben sich die folgenden Korrekturen

3.6.1 Absorption der Röntgenstrahlung

Die Probe absorbiert einen Großteil der einfallenden Röntgenstrahlung vollständig. Somit kommt es nur an einem relativ schmalen Streifen zur eigentlich Beugung wodurch der gemessene Winkel größer ausfällt als der tatsächliche (3.2). Somit muß bei

Abbildung 3.2: Schematische Darstellung zur fehlerhaften Bestimmung des Winkels aufgrund von Absorption durch die Probe

der Bestimmung der Gitterkonstanten a bei kleinen Beugungswinkeln Θ die folgende

Korrektur¹ berücksichtigt werden

$$\frac{\Delta a_A}{a} = \frac{\rho}{2R} \left(1 - \frac{R}{F}\right) \frac{\cos^2 \Theta}{\Theta} \quad (3.1)$$

Mit dem Probenradius ρ dem Kameraradius $R = 57,3 \text{ mm}$ und dem Abstand Fokus-Probe $F = 130 \text{ mm}$.

3.6.2 Verschiebung der Probenachse gegen die Filmzylinderachse

Durch die nicht vollkommen exakte Positionierung der Achsen entsteht eine weitere Abweichung des gemessenen Winkels (vgl. 3.3). Der Fehler lässt sich in erster Ord-

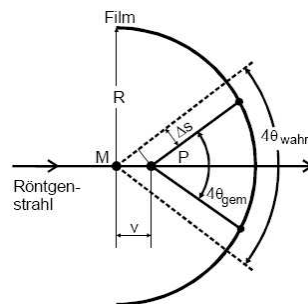


Abbildung 3.3: Schematische Darstellung zur fehlerhaften Bestimmung des Winkels aufgrund der fehlerhaften Orientierung der Achsen

nung durch

$$\frac{\Delta a_V}{a} = \frac{v}{R} \cos^2 \Theta \quad (3.2)$$

bestimmen.

Aufgrund des \cos^2 Termes ist dieser besonders bei kleinen Beugungswinkeln dominant.

3.6.3 Zusammenfassung der Fehlerquellen

Aufgrund der Größenordnung der Fehlerquellen bei sehr kleinen bzw. sehr großen Beugungswinkeln fasst man sie letztlich zu eine Gleichung zusammen die die Berücksichtigung der Fehler erleichtert.

Man kann eine grobe der von Fehler und Kosinus des Beugungswinkels annehmen:

$$\Delta a_{ges} = \Delta a_v + \Delta a_A \cos^2 \theta \quad (3.3)$$

¹nach: Bradley, A.J. und Jay, A.H., Proc. Phys. Soc. (London) 44 (1932), S. 563 - 579

4 Auswertung

4.1 Allgemein

4.1.1 Bestimmung der Beugungsradien

Man bestimmt die Durchmesser der Beugungsmuster (Kreise). Die Eichung der Kamera erlaubt es dabei einfach die gemessenen Durchmesser durch 4 zu dividieren um direkt die Beugungswinkel in Grad zu erhalten.

Bei Kreisen, die sich in einem Winkel von mehr als 90° zur Strahlachse befinden ist dabei zu beachten, das die gemessenen Durchmesser vorher von 360 subtrahiert werden um die korrekten Beugungswinkel zu erhalten. Dies wird im folgenden nicht weiter explizit behandelt. Alle angegebenen Durchmesser beinhalten bereits diese Umrechnung.

4.1.2 Bestimmung der Kristallstruktur

Zur korrekten Bestimmung der Kristallstruktur verwendet man eine tabellarische Darstellung der gemessenen Beugungswinkel, der Netzebenen sowie den berechneten Gitterkonstanten. Man erstellt für jeden mögliche Gitterstruktur eine Tabelle. Lässt sich für eine bestimmte Gitterstruktur eine geringe lineare Abhängigkeit der Gitterkonstanten von der streuenden Netzebene feststellen, handelt es sich um die korrekte Struktur.

Aus den verschiedenen Gitterkonstanten gewinnt man die beste letztendlich durch lineare Regression von $\cos^2 \theta$ gegen die Gitterkonstante. Der Achsenabschnitt (extrapolation auf den Beugungswinkel 90°) liefert die optimale Gitterkonstante (3.3 auf der vorherigen Seite).

Die Gitterkonstante berechnet sich dabei nach

$$a = \frac{\lambda \cdot \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}{\sin \theta}$$

Literaturwerte stammen aus "Ashcroft/Mermin - Solid State Physics (dt. Übersetzung der Auflage von 1976)".

4.2 Probe 7

Wir erhielten die folgenden Beugungswinkel und Gitterkonstanten 4.1 auf der nächsten Seite.

Die Tabelle enthält die gemessenen Durchmesser D der Beugungsringe, die entsprechenden Beugungswinkel θ , den quadrierten Kosinus Wert der Winkel, die zugeordnete Netzebene sowie die Quadratsumme N der Netzebenenindizes und die berechnete Gitterkonstante a .

Die gewählten Ebenen entsprechen dabei der Bedingung für die Diamantstruktur, dass lediglich ausgewählte Reflexe auftreten (diese ergeben sich aus 2.13 auf Seite 11). Zum Beispiel bei

$$N = h^2 + k^2 + l^2 = 3, 8, 11, 16, 19, 24, \dots$$

Die durch einen Strich gekennzeichneten Messwerte wurden nicht berücksichtigt da sie eine zu große Abweichung aufzeigen.

D (mm)	θ (deg)	$\cos^2 \theta$	N	Netzebene	a [Å]
51	12,75	–	–	–	–
54	13,50	0,95	3	(111)	5,72
89	22,25	0,86	8	(220)	5,76
107	26,75	0,80	11	(311)	5,68
131	32,75	0,71	16	(400)	5,70
144	36,00	0,65	19	(331)	5,72
167	41,75	0,56	24	(422)	5,67
181	45,25	0,50	27	(333)	5,64
215	53,75	0,35	35	(531)	5,65
237	59,25	0,26	40	(620)	5,67
254	63,50	0,20	43	(533)	5,65
283	70,75	0,11	48	(444)	5,66
306	76,50	0,05	51	(551)	5,66
309	77,25	–	–	–	5,91

Tabelle 4.1: Messwerte und berechnete Werte der Probe 7

Die Gitterkonstante zeigt die typische lineare Abhängigkeit des Beugungswinkels und lässt begründet durch die gewählten Ebenen somit auf eine **Diamantstruktur** schließen. Die Lineare Regression (vgl. Abbildung 4.1 auf der nächsten Seite) einer Funktion $f(x) = a \cdot x + b$ (durchgeführt mit dem Programm Gunplot) lieferte den Achsenabschnitt

$$b = (5,64 \pm 0,01) \text{ \AA}$$

Bei dem untersuchten Stoff handelt es sich somit um **Germanium (Ge)** das in einer Diamantstruktur mit der Gitterkonstanten $5,66 \text{ \AA}$ (Literaturwert) kristallisiert.

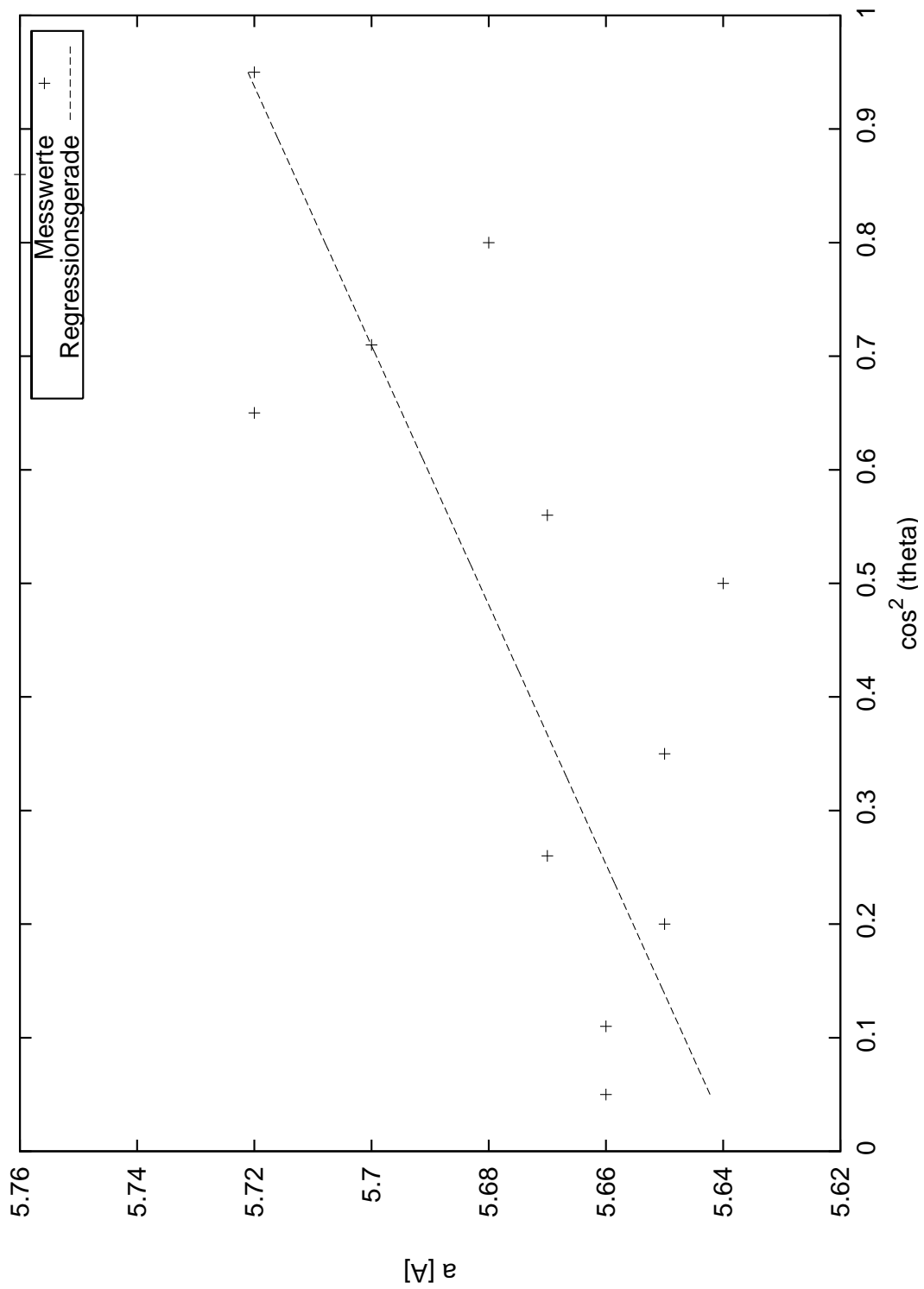


Abbildung 4.1: Lineare Regression der Messwerte für Probe 7

4.3 Salz 4

Wir erhielten die folgenden Beugungswinkel und Gitterkonstanten 4.2.

Die Tabelle enthält die gemessenen Durchmesser D der Beugungsringe, die entsprechenden Beugungswinkel θ , den quadrierten Kosinus Wert der Winkel, die zugeordnete Netzebene sowie die Quadratsumme N der Netzebenenindizes und die berechnete Gitterkonstante a .

Die gewählten Ebenen entsprechen dabei der Bedingung für die Steinsalzstruktur, dass lediglich Reflexe auftreten wenn alle Indizes gerade oder ungerade sind (diese ergibt sich aus 2.13 auf Seite 11).

Die durch Striche gekennzeichneten Messwerte wurden nicht berücksichtigt da sie eine zu große Abweichung aufzeigten.

D (± 1) [mm]	θ [deg]	$\cos^2 \theta$	N	Netzebene	a [Å]
50	12,50	0,95	–	–	–
58	14,50	0,94	3	(111)	5,33
80	20,00	0,88	–	–	–
94	23,50	0,84	8	(220)	5,47
100	25,00	0,82	–	–	–
112	28,00	0,78	12	(222)	5,69
128	32,00	0,72	16	(400)	5,82
140	35,00	0,67	19	(331)	5,86
180	45,00	0,50	27	(333)	5,66
190	47,50	0,46	32	(440)	5,91
202	50,50	0,40	35	(531)	5,91
228	57,00	0,30	43	(533)	6,03
242	60,50	0,24	48	(444)	6,14
296	74,00	0,08	59	(553)	6,16
298	74,50	0,07	64	(800)	6,40
328	82,00	0,02	70	(820)	6,51
332	83,00	0,01	74	(753)	6,68

Tabelle 4.2: Messwerte und berechnete Werte von Salz4

Die Gitterkonstante zeigt die typische lineare Abhängigkeit von dem Beugungswinkel und lässt somit auf eine **Steinsalz Struktur** schließen. Die Lineare Regression (vgl. Abbildung 4.2 auf der nächsten Seite) (durchgeführt mit dem Programm Gunplot) lieferte uns den Achsenabschnitt

$$b = (6,45 \pm 0,01) \text{ \AA}$$

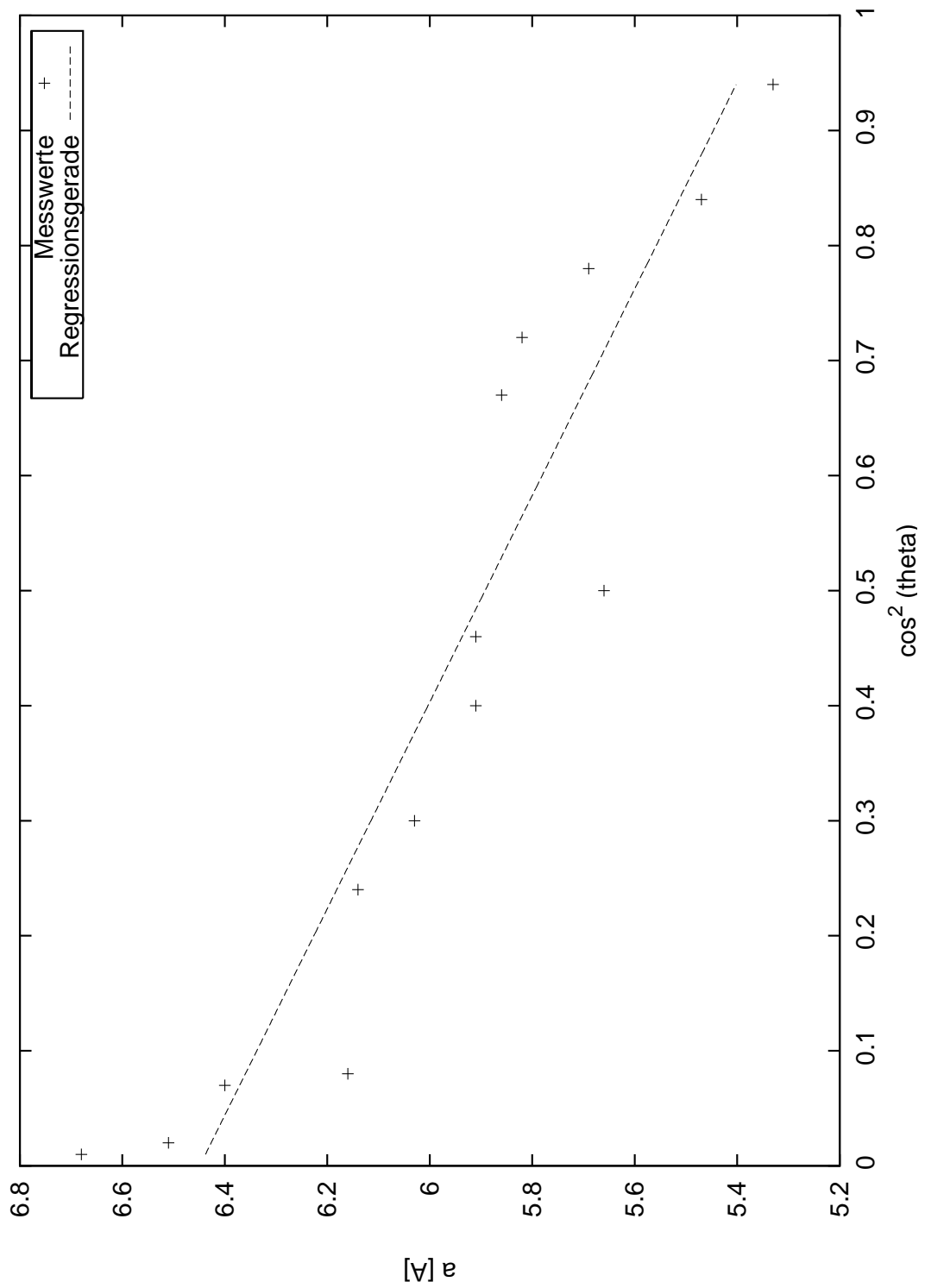


Abbildung 4.2: Lineare Regression der Messwerte für Salz 4

Bei dem untersuchten Stoff handelt es sich somit um **Natrium-Iodid (NaI)** das in einer Steinsalzstruktur mit der Gitterkonstanten $6,47 \text{ \AA}$ kristallisiert.