

Fortgeschrittenen-Praktikum WS 2008/09

**Versuch Nr. 41:
Debye-Scherrer-Aufnahmen**

Dominik Duda, Ernesto Ruge

23.10.2008

TU Dortmund

Inhaltsverzeichnis

| | | |
|----------|---|-----------|
| 1 | Einleitung | 3 |
| 2 | Theorie | 4 |
| 2.1 | Grundlagen: Elementarzellen und Bravais-Gitter | 4 |
| 2.2 | Verschiedene Raumstrukturen | 4 |
| 2.3 | Millersche Indizes zur Berechnung des Netzebenenabstandes | 7 |
| 2.4 | Beugung von Röntgenstrahlung an Kristallen | 8 |
| 2.5 | Methode zur Kristallstrukturbestimmung | 9 |
| 2.6 | Systematische Fehler | 10 |
| 3 | Aufbau und Durchführung | 12 |
| 4 | Auswertung | 13 |
| 4.1 | Vorbereitungen | 13 |
| 4.2 | Auswertung von Probe 7 | 15 |
| 4.3 | Auswertung von Salz 3 | 17 |
| 5 | Zusammenfassung | 21 |

1 Einleitung

Materie im festen Aggregatzustand neigt dazu, kristallin aufgebaut zu sein. Diese zusammengesetzten Strukturen können zwar makroskopische Dimensionen bekommen, sind in ihrem Grundaufbau jedoch mikroskopisch, weswegen sie nur mithilfe einer Art Sonde detektiert werden können. Beispiele für eine solche Sonde stellen langsame Neutronen, Elektronen oder Röntgenstrahlen dar.

Es ist von starkem Interesse, die mikroskopischen Strukturen von kristallinen Strukturen zu erkennen, da sich viele Eigenschaften des Kristalls durch die Kenntnis über dessen Kristallstruktur erklären lassen.

2 Theorie

2.1 Grundlagen: Elementarzellen und Bravais-Gitter

Man beschreibt den Aufbau eines Kristalls mithilfe von wiederkehrenden Punkten, an dessen Koordinaten eine bestimmte immer gleiche Struktur - genannt die Basis - liegt. Die Abstände zwischen den Gitterpunkten sind immer gleich und können im Raum mit den Gittervektoren \vec{a} , \vec{b} und \vec{c} beschrieben werden (siehe Abb. 2.1). Das sich wiederholende Raumvolumen nennt sich Elementarzelle, ist in der Elementarzelle insgesamt nur ein einziges Atom, so nennt sie sich primitive Elementarzelle.

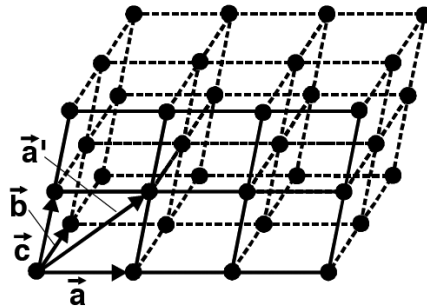


Abbildung 2.1: Elementarzelle

Wenn man den dreidimensionalen Raum betrachtet, so unterscheidet man zwischen 14 so genannten Bravais-Gittern.

2.2 Verschiedene Raumstrukturen

Da kubische Strukturen in der Natur besonders häufig vorkommen, sollen sie hier näher beleuchtet werden. Zunächst sei die kubisch-primitive Struktur erwähnt, bei welcher die Basis aus exakt einem Atom besteht, welches sich zu je einem Achtel in den Ecken der Elementarzelle befindet.

Die Elementarzelle der kubisch-raumzentrierte Struktur dagegen besteht aus einer kubisch-primitiven Raumstruktur, welche durch ein exakt im Zentrum des Würfels liegendes Atom

ergänzt wurde. Die Koordinaten seien hierbei

$$(0,0,0) \quad \left(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, \frac{1}{2}\right) \quad (2.1)$$

Der Abstand zwischen zwei Atomen ist immer $0.5 \cdot \sqrt{3}a$.

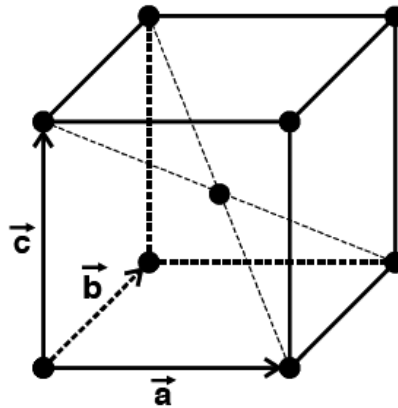


Abbildung 2.2: bcc-Gitter

Die Elementarzelle der kubisch-flächenzentrierten Struktur besteht aus einer kubisch-primitiven Struktur, welcher auf den Randflächen jeweils im Zentrum noch ein halbes Atom hinzugefügt wurde. Insgesamt sind in einer Einheitszelle somit 4 Atome im Abstand von $0.5 \cdot \sqrt{2}a$ mit den Koordinaten

$$(0,0,0) \quad \left(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, 0\right) \quad \left(\frac{1}{2}, 0, \frac{1}{2}\right) \quad \left(0, \frac{1}{2}, \frac{1}{2}\right) \quad (2.2)$$

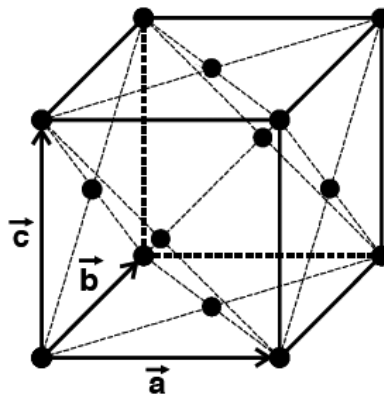


Abbildung 2.3: fcc-Gitter

Eine weitere wichtige Struktur ist die Diamantstruktur, welche aus zwei um jeweils ein Viertel der Raumdiagonale in jeder Richtung ineinander verschoben fcc-Gittern besteht, sie hat Atome an folgenden Stellen:

$$A: \quad (0,0,0) \quad \left(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, 0\right) \quad \left(\frac{1}{2}, 0, \frac{1}{2}\right) \quad \left(0, \frac{1}{2}, \frac{1}{2}\right) \quad (2.3)$$

Analog dazu ist die Zinkblendestruktur aufgebaut, hier ist das verschobene fcc-Gitter jedoch mit anderen Atomen bestückt. Wenn man wiederum das fcc Gitter statt um ein Viertel um eine halbe Raumdiagonale verschiebt, so erhält man die Steinsalzstruktur mit den Koordinaten

$$A: \quad (0,0,0) \quad \left(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, 0\right) \quad \left(\frac{1}{2}, 0, \frac{1}{2}\right) \quad \left(0, \frac{1}{2}, \frac{1}{2}\right) \quad (2.4)$$

$$B: \quad \left(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, \frac{1}{2}\right) \quad \left(1, 1, \frac{1}{2}\right) \quad \left(1, \frac{1}{2}, 1\right) \quad \left(\frac{1}{2}, 1, 1\right) \quad (2.5)$$

Wenn man statt fcc-Gittern sc-Gitter um eine halbe Raumdiagonale verschiebt, erhält man die Cäsiumchloridstruktur mit den Koordinaten

$$A: (0,0,0) \quad B: \left(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, \frac{1}{2}\right) \quad (2.6)$$

Schliesslich kann man noch die Fluorid-Struktur erwähnen, welche aus drei fcc-Gittern besteht, welche um jeweils ein Viertel bzw. drei Viertel diagonal verschoben sind. Die Koordinaten sehen wie folgt aus:

$$A: \quad (0,0,0) \quad \left(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, 0\right) \quad \left(\frac{1}{2}, 0, \frac{1}{2}\right) \quad \left(0, \frac{1}{2}, \frac{1}{2}\right) \quad (2.7)$$

$$B: \quad \left(\frac{1}{4}, \frac{1}{4}, \frac{1}{4}\right) \quad \left(\frac{3}{4}, \frac{3}{4}, \frac{1}{4}\right) \quad \left(\frac{3}{4}, \frac{1}{4}, \frac{3}{4}\right) \quad \left(\frac{1}{4}, \frac{3}{4}, \frac{3}{4}\right) \quad (2.8)$$

$$\left(\frac{3}{4}, \frac{3}{4}, \frac{3}{4}\right) \quad \left(\frac{1}{4}, \frac{1}{4}, \frac{3}{4}\right) \quad \left(\frac{1}{4}, \frac{3}{4}, \frac{1}{4}\right) \quad \left(\frac{3}{4}, \frac{1}{4}, \frac{1}{4}\right) \quad (2.9)$$

(2.10)

Abschliessend sei noch die hexagonale Struktur zu erwähnen, welche zwar keine kubische Struktur ist, aber aufgrund des häufigen Auftretens hier erwähnt werden sollte. Die Abbildung 2.4 stellt diese Struktur dar, wobei ein zusätzliches Atom in der Mitte optional ist (mit diesen Atomen ändert sich die Bezeichnung in hexagonal dichteste Packung) und sofern vorhanden an folgenden Koordinaten liegt:

$$\left(\frac{2}{3}, \frac{1}{3}, \frac{1}{2}\right) \quad (2.11)$$

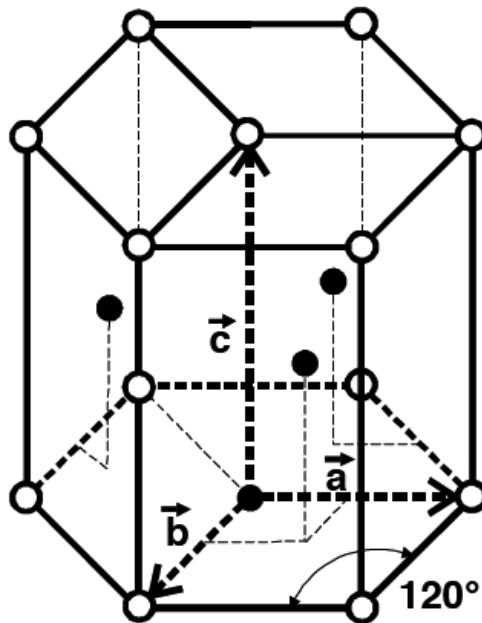


Abbildung 2.4: Hexagonal dichteste Packung

2.3 Millersche Indizes zur Berechnung des Netzebenenabstandes

Die Position von Netzebenen wird mithilfe von Millerschen Indizes bestimmt. Diese Zahlentripel stellen die inversen Schnittpunkte einer Ebene mit der x , y und z -Achse dar, wie in Abb. 2.5 verdeutlicht. Negative Achsenabschnitte werden durch ein Minus oberhalb des Index dargestellt, schneidet eine Ebene eine Achse nicht, so ist der Index gleich null.

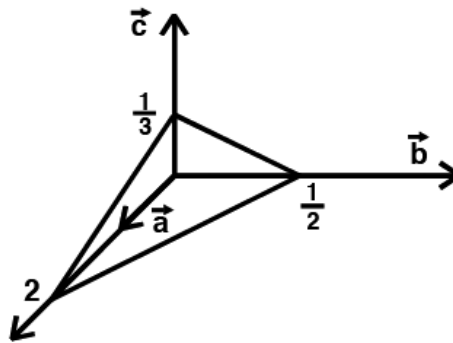


Abbildung 2.5: Millersche Indizes (146) und Lage der Netzebene

Die Millerschen Indizes lassen sich mit einigen Formeln aus der Trigonometrie zur Berechnung des Abstandes d zwischen zwei Netzebenen nutzen:

$$\cos \alpha = \frac{dh}{a} \quad \cos \beta = \frac{dk}{b} \quad \cos \gamma = \frac{dl}{c} \quad (2.12)$$

$$\cos^2 \alpha + \cos^2 \beta + \cos^2 \gamma = 1 \quad (2.13)$$

$$d = \frac{1}{\sqrt{\frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2}}} \quad (2.14)$$

Im Falle eines kubischen Systems gilt:

$$d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (2.15)$$

2.4 Beugung von Röntgenstrahlung an Kristallen

Röntgenstrahlung eignet sich durch seine Wellenlänge im \AA -Bereich sehr gut zur Strukturanalyse. Der Streuvorgang kann hierbei als klassischer Streuprozess betrachtet werden, die periodische Anordnung der Kristalle sorgt für das Auftreten von Interferenzen. Prinzipiell kann man ein Teilchen der Masse m und der Ladung q unter dem Einfluss eines unpolarierten elektrischen Wechselfeld als Hertzschen Dipol auffassen. Wäre die Wellenlänge der Röntgenstrahlung groß gegenüber dem Radius der Elektronenhülle, so liesse sich die Streuung mit folgender Gleichung beschreiben:

$$I(r, \theta, z) = I_0 \left(\frac{\mu_0 (ze_0)^2}{4\pi z m_0} \right)^2 \frac{1}{r^2} \frac{1 + \cos^2(2\theta)}{2} = z^2 I_e(r, \theta) \quad (2.16)$$

Da die Elektronenhülle aber eine nicht zu vernachlässigende Ausdehnung hat, muss der sog. Atomformfaktor eingeführt werden:

$$f(z, \lambda, \rho) = \frac{I_a}{I_e} \quad (2.17)$$

Um den Atomformfaktor zu berechnen, muss über $\rho(\vec{r})d^3r$ integriert werden. Hierzu wird davon ausgegangen, dass nur die elastische Streuung betrachtet werden muss. Zudem ist der Gang- sowie der Phasenunterschied berechenbar, aus welchem dann mit dem Integral über ρ der Atomformfaktor f zu berechnen ist. Die Streuamplitude lässt sich mit dieser den vorangegangenen Berechnungen und der Phasendifferenz $\Delta\varphi_j = 2\pi\vec{r}_j \cdot (\vec{k} - \vec{k}_0)$ aufstellen:

$$A = \sum_j f_j e^{-2\pi i \vec{r}_j \cdot (\vec{k} - \vec{k}_0)} I_e \quad (2.18)$$

Hieraus lässt sich der Strukturformfaktor berechnen, indem man über alle Atome in der Einheitszelle summiert:

$$S = \sum_j f_j e^{-2\pi i (x_j \vec{a} + y_j \vec{b} + z_j \vec{c}) \cdot (\vec{k} - \vec{k}_0)} I_e \quad (2.19)$$

Da jedoch nicht nur an einer einzelnen Elementarzelle sondern an einem ganzen Gitter gestreut wird, muss man Interferenzeffekte beachten. Bei der Berechnung erhält man genau die Braggsche Bedingung:

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (2.20)$$

Der Strukturformfaktor lässt sich so in Abhängigkeit der Millerschen Indizes ausdrücken:

$$S(hkl) = \sum_j f_j e^{-2\pi i (x_j h + y_j k + z_j l)} \quad (2.21)$$

2.5 Methode zur Kristallstrukturbestimmung

Wie schon anfangs beschrieben wird monochromatisches Röntgenlicht zum Bestrahlen der Probe verwendet. Bei einem Einkristall wäre allerdings kein Reflex zu erwarten, da es einem äussersten Zufall entsprechen würde, wenn exakt der Bragg-Winkel getroffen werden würde. Deswegen wird bei dem in diesem Versuch verwendeten Debye-Scherrer-Verfahren eine fein pulverisierte, kristalline Probe verwendet.

Zum Nachweis der gestreuten Röntgenstrahlung wird in diesem Versuch ein Film verwendet, wobei der Radius des Kreises proportional zum Beugungswinkel θ ist.

2.6 Systematische Fehler

Bei dem beschriebenen Verfahren sind zwei systematische Fehler zu beachten.

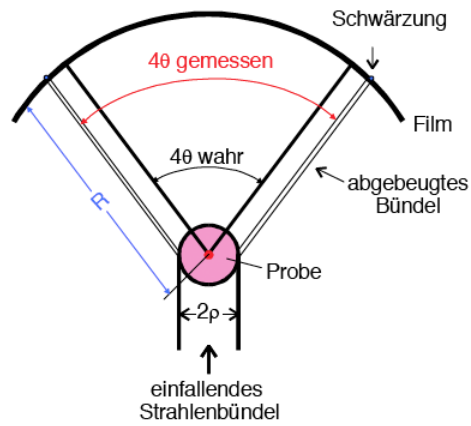


Abbildung 2.6: Fehler durch Absorption an der Probe

Einerseits wird nur an einem schmalen Streifen des Probenzylindermantels gestreut. Dies führt dazu, dass θ immer zu groß gemessen wird wie in Abb. 2.6 dargestellt wird. Nach Bradley und Jay korrigiert folgende Formel den Fehler:

$$\frac{\Delta a_A}{a} = \frac{\rho}{2R} \left(1 - \frac{R}{F}\right) \frac{\cos^2 \theta}{\theta} \quad (2.22)$$

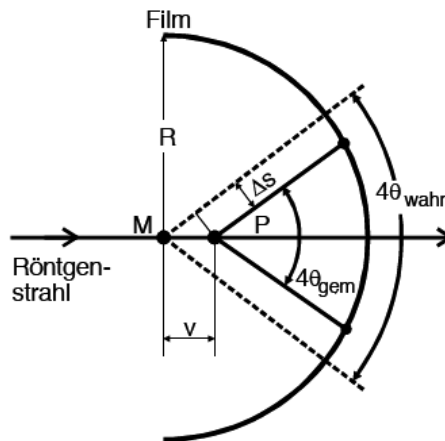


Abbildung 2.7: Fehler durch Verschieben der Drehachse des Zylinders

Ein zweiter systematischer Fehler entsteht dadurch, dass die Probenachse wie in Abb. 2.7 gezeigt nicht mit der Achse des Filmzylinders zusammenfällt. Hierbei ist die Korrektur wie folgt zu berücksichtigen:

$$\frac{\Delta a_V}{a} = \frac{v}{R} \cos^2 \theta \quad (2.23)$$

3 Aufbau und Durchführung

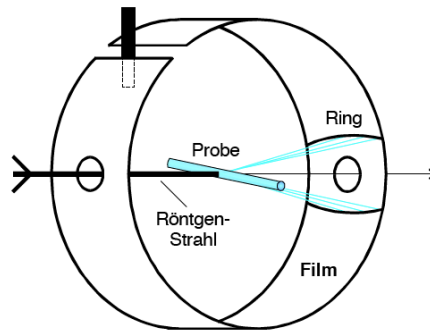


Abbildung 3.1: Versuchsaufbau

Der Aufbau entspricht in weiten Teilen der Abb. 3.1. Folgende Variablen wurden dabei genutzt:

$$\text{Probenradius} \quad \rho = 0.9\text{mm} \quad (3.1)$$

$$\text{Kameraradius} \quad r = 57.3\text{mm} \quad (3.2)$$

$$\text{AbstandFokus} - \text{Probe} \quad F = 130\text{mm} \quad (3.3)$$

Es wurden Messungen mit der unbekannt Probe 7 und dem unbekannt Salz 3 durchgeführt, jeweils mit einer Laufzeit von 2 bzw. 4 Stunden. Bei dem Entwickeln des ersten Filmes wurde eine deutlich zu hohe Entwickler-Konzentration verwendet, weswegen die Auswertung durch die stärkere Hintergrundschwärzung erschwert wird. Gleichermäßen machte die hohe Konzentration auch Linien sichtbar, welche nicht ohne weiteres zu erklären sind, vermutlich entstehen sie durch die zweite eigentlich unterdrückte Röntgenwellenlänge.

4 Auswertung

4.1 Vorbereitungen

Zunächst müssen die Relationen zwischen den Netzebenenabständen bestimmt werden. Hierzu wird Tabelle 4.1 aufgestellt. Die Tabelle ist durch die Millerschen Indizes entstanden, aus welchen die Relation der Abstände zwischen zwei Netzebenen berechnen lassen. Bei den jeweiligen Strukturen wurden die sich auslöschenden hkl-Kombinationen mit der Formel für die Strukturamplitude berechnet.

Tabelle 4.1: Netzebenen

| hkl | m | \sqrt{m} | $\left(\frac{m_i}{m_1}\right)_{sc,CsCl}$ | $\left(\frac{m_i}{m_1}\right)_{bcc}$ | $\left(\frac{m_i}{m_1}\right)_{fcc}$ | $\left(\frac{m_i}{m_1}\right)_{diamant}$ | $\left(\frac{m_i}{m_1}\right)_{CaF_2,ZnS,NaCl}$ |
|-----|-----|------------|--|--------------------------------------|--------------------------------------|--|---|
| 100 | 1 | 1.00 | | | | | |
| 110 | 2 | 1.41 | 1.41 | | | | |
| 111 | 3 | 1.73 | 1.73 | | | | |
| 200 | 4 | 2.00 | 2.00 | 1.41 | 1.15 | 1.15 | 1.15 |
| 210 | 5 | 2.24 | 2.24 | | | | |
| 211 | 6 | 2.45 | 2.45 | 1.73 | | | |
| 220 | 8 | 2.83 | 2.83 | 2.00 | 1.63 | | 1.63 |
| 221 | 9 | 3.00 | 3.00 | | | | |
| 300 | 9 | 3.00 | 3.00 | | | | |
| 310 | 10 | 3.16 | 3.16 | 2.24 | | | |
| 311 | 11 | 3.32 | 3.32 | | 1.91 | 1.91 | 1.91 |
| 222 | 12 | 3.46 | 3.46 | 2.45 | 2.00 | | 2.00 |
| 320 | 13 | 3.61 | 3.61 | | | | |
| 321 | 14 | 3.74 | 3.74 | 2.65 | | | |
| 400 | 16 | 4.00 | 4.00 | 2.83 | 2.31 | 2.31 | 2.31 |
| 322 | 17 | 4.12 | 4.12 | | | | |
| 410 | 17 | 4.12 | 4.12 | | | | |
| 330 | 18 | 4.24 | 4.24 | 3.00 | | | |
| 411 | 19 | 4.24 | 4.24 | 3.00 | | | |
| 331 | 20 | 4.36 | 4.36 | 3.08 | 2.52 | 2.52 | 2.52 |
| 420 | 21 | 4.47 | 4.47 | 3.16 | 2.58 | | 2.58 |
| 421 | 22 | 4.58 | 4.58 | | | | |
| 332 | 24 | 4.69 | 4.69 | 3.32 | | | |
| 422 | 25 | 4.90 | 4.90 | 3.46 | 2.83 | 2.83 | 2.83 |
| 430 | 25 | 5.00 | 5.00 | | | | |
| 500 | 26 | 5.00 | 5.00 | | | | |
| 431 | 26 | 5.10 | 5.10 | 3.61 | | | |
| 510 | 27 | 5.10 | 5.10 | 3.61 | | | |
| 511 | 27 | 5.20 | 5.20 | | 3.00 | 3.00 | 3.00 |
| 333 | 29 | 5.20 | 5.20 | | 3.00 | 3.00 | 3.00 |
| 520 | 29 | 5.39 | 5.39 | | | | |
| 432 | 30 | 5.39 | 5.39 | | | | |
| 521 | 32 | 5.48 | 5.48 | 3.87 | | | |
| 440 | 33 | 5.66 | 5.66 | 4 | 3.27 | 3.27 | 3.27 |
| 522 | 33 | 5.74 | 5.74 | | | | |
| 441 | 34 | 5.74 | 5.74 | | | | |
| 433 | 34 | 5.83 | 5.83 | 4.12 | | | |
| 530 | 35 | 5.83 | 5.83 | 4.12 | | | |
| 531 | 36 | 5.92 | 5.92 | | 3.42 | 3.42 | 3.42 |
| 600 | 36 | 6.00 | 6.00 | 4.24 | 3.46 | | 3.46 |

4.2 Auswertung von Probe 7

Nun werden die Verhältnisse zwischen den Linien auf dem Photostreifen ausgewertet. Tabelle 4.2 zeigt die Berechnung incl. Fehlerrechnung:

Tabelle 4.2: Netzebenen

| Position (in cm) | θ (in $^\circ$) | d (in Å) | Verhältnis $\frac{d_1}{d_n}$ | Diamant-Struktur |
|------------------|-------------------------|---------------------|------------------------------|------------------|
| $2,65 \pm 0,05$ | $13,3 \pm 0,3$ | $3,36 \pm 0,06$ | | (schwach) |
| $2,80 \pm 0,05$ | $14,0 \pm 0,3$ | $3,19 \pm 0,06$ | $1,00 \pm 0,02$ | 1,000 |
| $3,90 \pm 0,05$ | $19,5 \pm 0,3$ | $2,31 \pm 0,03$ | $1,38 \pm 0,03$ | (schwach) |
| $4,25 \pm 0,05$ | $21,3 \pm 0,3$ | $2,13 \pm 0,02$ | $1,50 \pm 0,03$ | (schwach) |
| $4,60 \pm 0,05$ | $23,0 \pm 0,3$ | $1,97 \pm 0,02$ | $1,62 \pm 0,03$ | 1,633 |
| $5,45 \pm 0,05$ | $27,3 \pm 0,3$ | $1,68 \pm 0,01$ | $1,89 \pm 0,04$ | 1,915 |
| $5,95 \pm 0,05$ | $29,8 \pm 0,3$ | $1,55 \pm 0,01$ | $2,05 \pm 0,04$ | (schwach) |
| $6,65 \pm 0,05$ | $33,3 \pm 0,3$ | $1,406 \pm 0,009$ | $2,27 \pm 0,04$ | 2,309 |
| $7,35 \pm 0,05$ | $36,8 \pm 0,3$ | $1,288 \pm 0,008$ | $2,47 \pm 0,05$ | 2,517 |
| $8,45 \pm 0,05$ | $42,3 \pm 0,3$ | $1,146 \pm 0,006$ | $2,78 \pm 0,05$ | 2,828 |
| $9,05 \pm 0,05$ | $45,3 \pm 0,3$ | $1,085 \pm 0,005$ | $2,94 \pm 0,06$ | 3,000 |
| $10,13 \pm 0,05$ | $50,6 \pm 0,3$ | $0,997 \pm 0,004$ | $3,20 \pm 0,06$ | 3,266 |
| $10,78 \pm 0,05$ | $53,9 \pm 0,3$ | $0,954 \pm 0,003$ | $3,34 \pm 0,07$ | 3,416 |
| $11,87 \pm 0,05$ | $59,4 \pm 0,3$ | $0,896 \pm 0,002$ | $3,56 \pm 0,07$ | 3,651 |
| $12,67 \pm 0,05$ | $63,4 \pm 0,3$ | $0,862 \pm 0,002$ | $3,70 \pm 0,07$ | 3,786 |
| $14,15 \pm 0,05$ | $70,8 \pm 0,3$ | $0,817 \pm 0,001$ | $3,90 \pm 0,08$ | 4,000 |
| $14,85 \pm 0,05$ | $74,3 \pm 0,3$ | $0,801 \pm 0,001$ | $3,98 \pm 0,08$ | (schwach) |
| $15,30 \pm 0,05$ | $76,5 \pm 0,3$ | $0,7928 \pm 0,0008$ | $4,02 \pm 0,08$ | 4,163 |
| $15,45 \pm 0,05$ | $77,3 \pm 0,3$ | $0,7903 \pm 0,0008$ | $4,03 \pm 0,08$ | (schwach) |

Es handelt sich wie bereits in der Tabelle angegeben um einen Stoff mit einer Diamant-Struktur. In Tabelle 4.2 wurden mehrere auf dem Film sehr schwache Linien bei der weiteren Auswertung ignoriert, diese sind sehr wahrscheinlich durch die zweite K_α Linie der Röntgenquelle entstanden. Leider fehlt die 1.15er-Linie, es ist jedoch gut möglich, dass sich diese im recht stark geschärzten Bereich um die 1er Linie befindet. Um nun den Netzebenenabstand a berechnen zu können, müssen noch die beiden in der Theorie angegebenen Korrekturen mit einbezogen werden. Dies geschieht, indem man a gegen $\cos^2(\theta)$ aufträgt:

Tabelle 4.3: Probe 7: Zuordnung a zu $\cos^2(\theta)$

| $\cos^2(\theta)$ | a |
|-------------------|---------------|
| $0,847 \pm 0,002$ | $5,6 \pm 0,2$ |
| $0,790 \pm 0,002$ | $5,6 \pm 0,2$ |
| $0,699 \pm 0,003$ | $5,6 \pm 0,1$ |
| $0,642 \pm 0,003$ | $5,6 \pm 0,1$ |
| $0,548 \pm 0,003$ | $5,6 \pm 0,1$ |
| $0,496 \pm 0,003$ | $5,6 \pm 0,1$ |
| $0,402 \pm 0,003$ | $5,6 \pm 0,1$ |
| $0,348 \pm 0,003$ | $5,6 \pm 0,1$ |
| $0,260 \pm 0,003$ | $5,7 \pm 0,1$ |
| $0,201 \pm 0,003$ | $5,7 \pm 0,1$ |
| $0,110 \pm 0,003$ | $5,7 \pm 0,1$ |
| $0,054 \pm 0,002$ | $5,7 \pm 0,1$ |

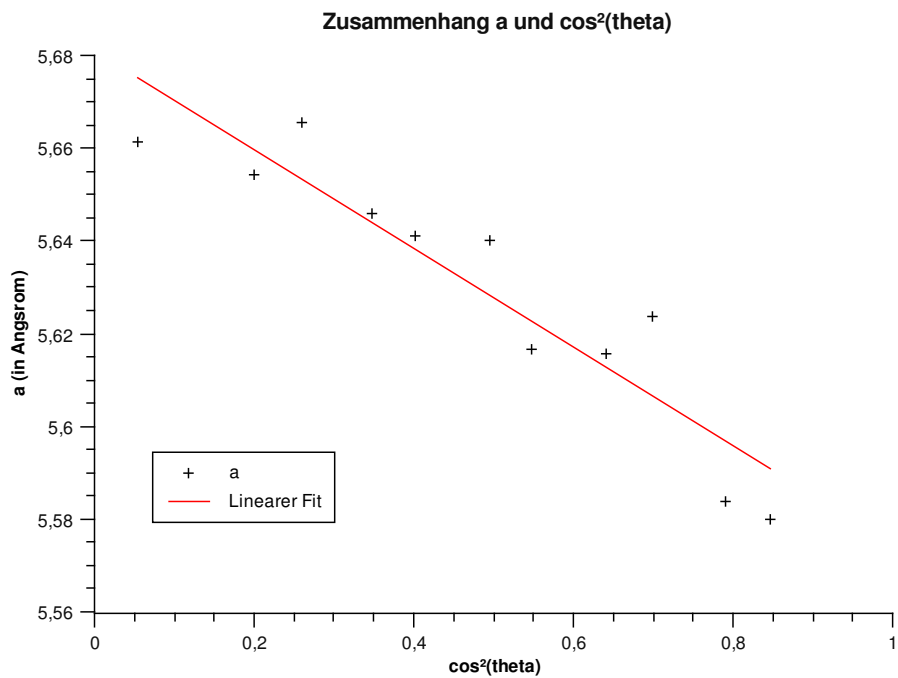


Abbildung 4.1: Relation a zu $\cos^2(\theta)$

Der Schnittpunkt mit der y -Achse beträgt $a = (5,68087 \pm 0,00009) \text{ \AA}$

4.3 Auswertung von Salz 3

Analog hierzu wird Salz 3 in Tabelle 4.3 ausgewertet:

Es handelt sich wie bereits in der Tabelle angegeben um einen Stoff mit einer Cäsiumchloridstruktur.

Um nun den Netzebenenabstand a berechnen zu können, müssen noch die beiden in der Theorie angegebenen Korrekturen mit einbezogen werden. Dies geschieht, indem man a gegen $\cos^2(\theta)$ aufträgt:

Tabelle 4.4: Netzebenen

| Position (in cm) | θ (in $^\circ$) | d (in Å) | Verhältnis $\frac{d_1}{d_n}$ | Cäsiumchlorid-Struktur |
|------------------|-------------------------|---------------------|------------------------------|------------------------|
| $2,25 \pm 0,05$ | $11,3 \pm 0,3$ | $3,95 \pm 0,09$ | $1,00 \pm 0,02$ | |
| $3,13 \pm 0,05$ | $15,6 \pm 0,3$ | $2,86 \pm 0,04$ | $1,38 \pm 0,03$ | 1,414 |
| $3,85 \pm 0,05$ | $19,3 \pm 0,3$ | $2,34 \pm 0,03$ | $1,69 \pm 0,04$ | 1,732 |
| $4,50 \pm 0,05$ | $22,5 \pm 0,3$ | $2,01 \pm 0,02$ | $1,96 \pm 0,04$ | 2,000 |
| $5,05 \pm 0,05$ | $25,3 \pm 0,3$ | $1,81 \pm 0,02$ | $2,19 \pm 0,05$ | 2,236 |
| $5,53 \pm 0,05$ | $27,6 \pm 0,3$ | $1,66 \pm 0,01$ | $2,38 \pm 0,05$ | 2,449 |
| $6,43 \pm 0,05$ | $32,1 \pm 0,3$ | $1,45 \pm 0,01$ | $2,73 \pm 0,06$ | 2,828 |
| $6,88 \pm 0,05$ | $34,4 \pm 0,3$ | $1,365 \pm 0,009$ | $2,89 \pm 0,06$ | 3,000 |
| $7,3 \pm 0,05$ | $36,5 \pm 0,3$ | $1,296 \pm 0,008$ | $3,05 \pm 0,07$ | 3,162 |
| $7,70 \pm 0,05$ | $38,5 \pm 0,3$ | $1,238 \pm 0,007$ | $3,19 \pm 0,07$ | 3,317 |
| $8,90 \pm 0,05$ | $44,5 \pm 0,3$ | $1,100 \pm 0,005$ | $3,59 \pm 0,08$ | 3,742 |
| $10,1 \pm 0,05$ | $50,5 \pm 0,3$ | $0,999 \pm 0,004$ | $3,96 \pm 0,09$ | 4,123 |
| $10,55 \pm 0,05$ | $52,8 \pm 0,3$ | $0,968 \pm 0,003$ | $4,08 \pm 0,09$ | 4,243 |
| $11,85 \pm 0,05$ | $59,3 \pm 0,3$ | $0,897 \pm 0,002$ | $4,4 \pm 0,1$ | 4,583 |
| $12,25 \pm 0,05$ | $61,3 \pm 0,3$ | $0,879 \pm 0,002$ | $4,5 \pm 0,1$ | 4,690 |
| $13,25 \pm 0,05$ | $66,3 \pm 0,3$ | $0,842 \pm 0,002$ | $4,7 \pm 0,1$ | 4,899 |
| $13,30 \pm 0,05$ | $66,5 \pm 0,3$ | $0,841 \pm 0,002$ | $4,7 \pm 0,1$ | 4,899 |
| $14,45 \pm 0,05$ | $72,3 \pm 0,3$ | $0,809 \pm 0,001$ | $4,9 \pm 0,1$ | 5,099 |
| $14,55 \pm 0,05$ | $72,8 \pm 0,3$ | $0,807 \pm 0,001$ | $4,9 \pm 0,1$ | 5,099 |
| $15,25 \pm 0,05$ | $76,3 \pm 0,3$ | $0,7936 \pm 0,0008$ | $5,0 \pm 0,1$ | 5,196 |
| $15,35 \pm 0,05$ | $76,8 \pm 0,3$ | $0,7919 \pm 0,0008$ | $5,0 \pm 0,1$ | 5,196 |

Tabelle 4.5: Satz 3: Zuordnung a zu $\cos^2(\theta)$

| $\cos^2(\theta)$ | a |
|-------------------|-----------------|
| $0,927 \pm 0,001$ | $4,05 \pm 0,09$ |
| $0,891 \pm 0,002$ | $4,05 \pm 0,09$ |
| $0,854 \pm 0,002$ | $4,03 \pm 0,08$ |
| $0,818 \pm 0,002$ | $4,04 \pm 0,08$ |
| $0,785 \pm 0,002$ | $4,07 \pm 0,08$ |
| $0,717 \pm 0,002$ | $4,10 \pm 0,08$ |
| $0,681 \pm 0,003$ | $4,10 \pm 0,08$ |
| $0,646 \pm 0,003$ | $4,10 \pm 0,08$ |
| $0,612 \pm 0,003$ | $4,11 \pm 0,07$ |
| $0,509 \pm 0,003$ | $4,12 \pm 0,07$ |
| $0,405 \pm 0,003$ | $4,12 \pm 0,06$ |
| $0,366 \pm 0,003$ | $4,11 \pm 0,06$ |
| $0,261 \pm 0,003$ | $4,11 \pm 0,05$ |
| $0,231 \pm 0,003$ | $4,12 \pm 0,05$ |
| $0,162 \pm 0,002$ | $4,13 \pm 0,04$ |
| $0,159 \pm 0,002$ | $4,12 \pm 0,04$ |
| $0,093 \pm 0,002$ | $4,13 \pm 0,03$ |
| $0,088 \pm 0,002$ | $4,12 \pm 0,03$ |
| $0,056 \pm 0,002$ | $4,12 \pm 0,02$ |
| $0,053 \pm 0,002$ | $4,11 \pm 0,02$ |

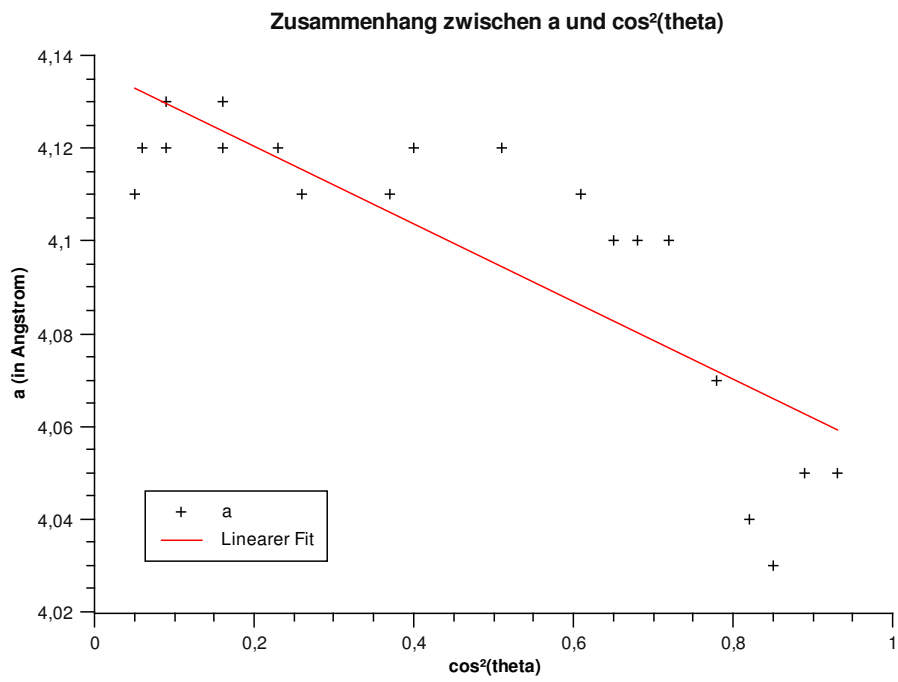


Abbildung 4.2: Relation a zu $\cos^2(\theta)$

Der Schnittpunkt mit der y-Achse beträgt $a = (4,1370 \pm 0,0001) \text{ \AA}$

5 Zusammenfassung

Trotz der selbstverschuldeten widrigen Umstände sind annehmbare Ergebnisse herausgekommen, bei denen die Fehler bei unter einem Prozent liegen.

Die Zuordnung zu bekannten Materialien ist allerdings schwierig, dennoch kann mit einiger Sicherheit gesagt, dass es sich bei dem ersten Stoff um Germanium handelt. Dessen Literaturwert für a liegt bei $a = 5,66 \text{ \AA}$. Somit weicht der gemessene Wert um $+0,3\%$ ab, was angesichts der bei der Messung aufgetretenen Probleme ein sehr guter Wert ist. Bei dem Salz handelt es sich recht wahrscheinlich um Cäsiumchlorid, dessen Literaturwert liegt bei $a = 4,1158 \text{ \AA}$. Somit ergibt sich eine Abweichung von $+0,5\%$, ebenfalls eine Abweichung in sehr akzeptablem Rahmen.