

Protokoll zum Versuch
Debye - Scherrer - Verfahren

Tina Clauß, Jan Steinhoff
Betreuer: Dr. Uschmann

6. März 2005

Inhaltsverzeichnis

1	Aufgabenstellung	4
2	Theoretische Grundlagen	4
2.1	Röntgenstrahlung	4
2.1.1	Allgemeines	4
2.1.2	Die Röntgenröhre	4
2.1.3	Absorption und Filter	4
2.2	Kristalle	5
2.2.1	Aufbau eines Kristalls	5
2.2.2	Netzebenen und Millersche Indizes	6
2.2.3	Die Laue-Gleichungen	7
2.2.4	Die Bragg-Bedingung	7
2.2.5	Auslöschungsregeln	8
3	Versuchsaufbau und Messprinzip	9
4	Auswertung	9
4.1	Probe1	10
4.2	Probe2	12
4.3	Zusammenfassung der Messergebnisse	16
A	Messprotokoll	16

1 Aufgabenstellung

Bestimmung der Gitterkonstanten eines kubischen Kristalls mit Hilfe des Debye-Scherrer-Verfahrens

2 Theoretische Grundlagen

2.1 Röntgenstrahlung

2.1.1 Allgemeines

Bei Röntgenstrahlung handelt es sich um elektromagnetische Wellen, deren Wellenlänge zwischen ca. 10^{-9}m und $5 \cdot 10^{-12}\text{m}$ liegt. Sie liegt also im elektromagnetischen Spektrum zwischen dem UV-Licht und der γ -Strahlung. Ihre Photonenenergien sind entsprechend hoch und liegen in Bereich von 5 keV bis 500 keV (sichtbares Licht: 2eV). Röntgenstrahlen besitzen ein hohes Durchdringungsvermögen, das mit zunehmender Photonenenergie größer wird. Hochenergetische Röntgenstrahlen können deshalb dazu benutzt werden, Materialien zu durchleuchten. Strahlung mit einer Wellenlänge der Größenordnung 10^{-10}m (Atomgröße) ist besonders dazu geeignet, an Kristallen gebeugt zu werden, um so deren Struktur aufzuklären.

2.1.2 Die Röntgenröhre

Röntgenstrahlen können zum Beispiel in einer Röntgenröhre erzeugt werden. Hier werden Elektronen in einer evakuierten Röhre durch ein elektrisches Feld beschleunigt, bis sie auf der Anode auftreffen, gebremst werden und so die Röntgenstrahlung erzeugen. Die Kathode besteht aus einem Draht, der mit elektrischem Strom erhitzt wird und daher durch Glühemission die freien Elektronen erzeugt. Bei Abbremsen der Elektronen in der Anode strahlen sie die sogenannte *Bremsstrahlung* ab. Zusätzlich tritt noch das *charakteristische Spektrum* auf, das aus einzelnen Linien besteht, die aus dem Bremsspektrum herausragen. Sie entstehen dadurch, dass die beschleunigten Elektronen aus den Schalen der Anodenatome Elektronen herausschlagen. Die so entstandene Lücke wird durch ein Elektron einer energetisch höheren Schale aufgefüllt, die dabei frei werdende Energie wird in Form eines Photons abgestrahlt. Die Wellenlänge dieser Photonen ist im Gegensatz zum Bremsspektrum vom Anodenmaterial abhängig und bildet so das charakteristische Spektrum (Abbildung 1). Die K_α -Linie entsteht bei einem Übergang von der L- in die K-Schale, die K_β -Linie bei einem Übergang von der M- in die K-Schale.

Eine Erhöhung der Beschleunigungsspannung bewirkt eine Verschiebung des Bremsspektrums zu kleineren Wellenlängen und gleichzeitig eine Erhöhung der Intensität der Strahlung. Erhöht man hingegen den Strom durch die Glühkathode, so erhöht sich die Intensität der Strahlung proportional dazu, ohne eine Verschiebung des Bremsspektrums.

2.1.3 Absorption und Filter

Die Intensität I monochromatischer Röntgenstrahlung nimmt in Materie exponentiell mit der Eindringtiefe d ab:

$$I = I_0 e^{-\mu d} \quad (1)$$

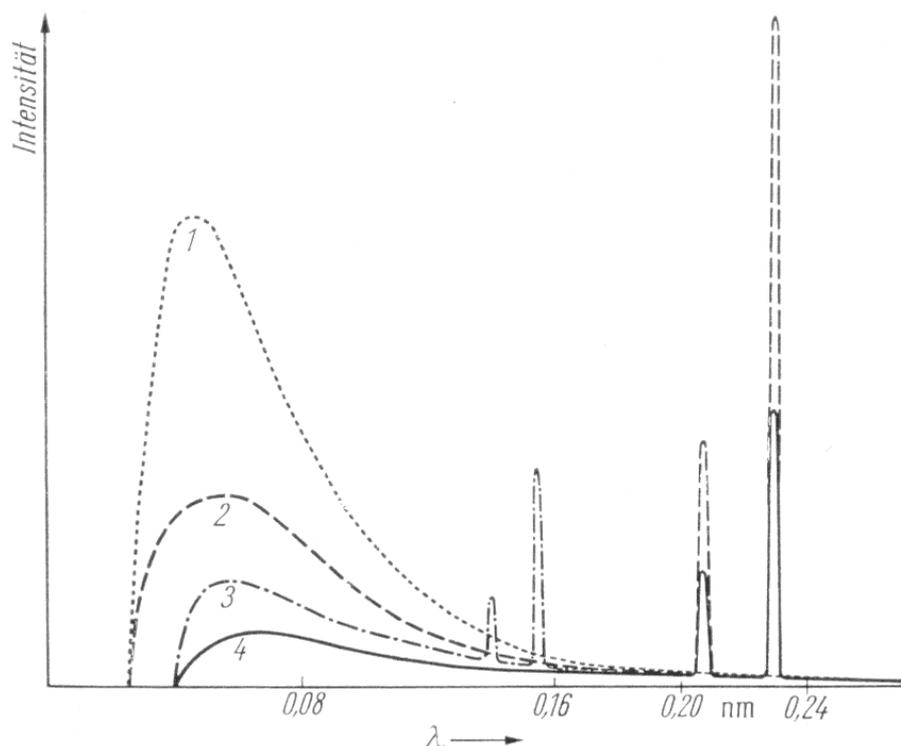


Abbildung 1: Spektrum einer Röntgenröhre mit verschiedenen Anodenmaterialien und Spannungen [2]

μ wird *Absorptionskoeffizient* genannt. Teilt man diesen noch durch die Dichte ρ so erhält man den *Massenabsorptionskoeffizienten* $\mu_M = \mu/\rho$. Dieser ist, wie Abbildung 2 zeigt, von der Wellenlänge abhängig. Man beobachtet eine steile Kante genau dort, wo die Ionisationsenergien der einzelnen Schalen des Materials (hier: Nickel) liegen. Liegt diese Kante so, dass nur die K_α -Linie des Anodematerials gut durchgelassen wird, erhält man annähernd monochromatische Röntgenstrahlung. Dies ist ebenfalls in der Abbildung 2 dargestellt, und zwar für eine Kupferanode mit Nickel als Filter. Nickel ist ein guter Filter für eine Kupferanode, weil seine Kernladungszahl um eins kleiner ist als die von Kupfer, so dass die Ionisationsenergie der K-Schale von Nickel nur wenig über der Energie der K_α -Linie des Kupfers liegt.

2.2 Kristalle

2.2.1 Aufbau eines Kristalls

Ein Kristall ist ein Festkörper, in dem die Atome periodisch angeordnet sind. Dies beinhaltet, dass Oberflächeneffekte und Kristalldefekte vernachlässigt werden, denn sonst wäre die Periodizität gestört. Aufgrund dieser periodischen Anordnung kann man den Kristall durch Aneinandersetzen von *Elementarzellen* aufbauen. Diese Elementarzelle sei nun im folgenden ein Parallelepiped, das von den Vektoren \mathbf{a}_1 , \mathbf{a}_2 , \mathbf{a}_3 aufgespannt wird. Die Vektoren

$$\mathbf{R} = \sum_{i=1}^3 n_i \mathbf{a}_i \quad \text{mit} \quad n_i \in \mathbb{Z} \quad (2)$$

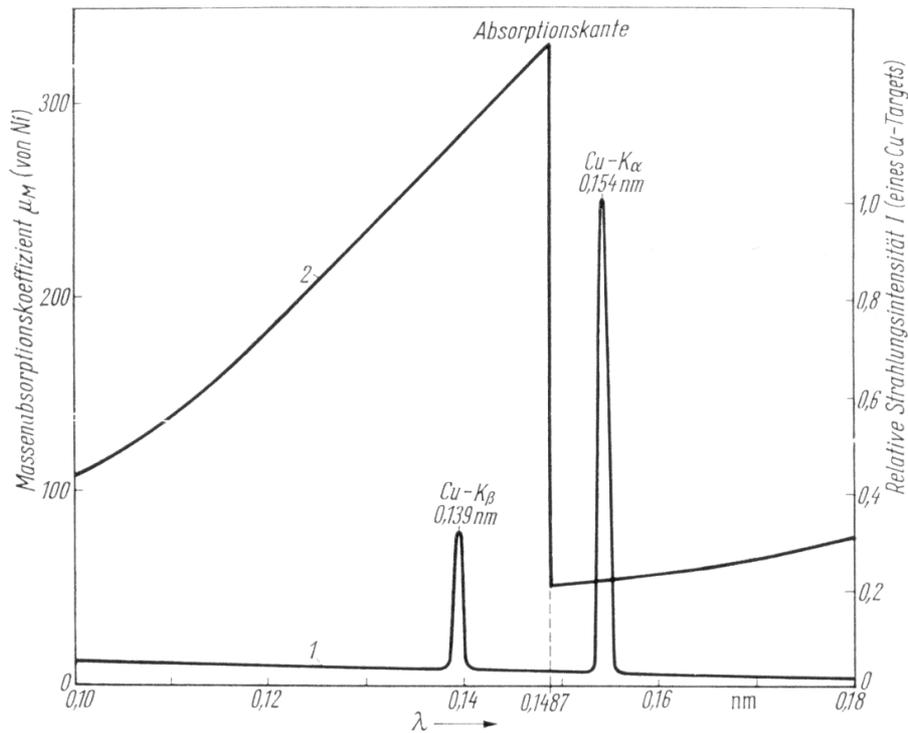


Abbildung 2: Absorption von Röntgenstrahlen [2]: 1 Emissionsspektrum von Kupfer, 2 Absorptionsspektrum von Nickel

beschreiben dann mögliche Translationen, mit denen man zu physikalisch äquivalenten Punkten gelangen kann. Die Menge aller \mathbf{R} bildet ein sogenanntes *Translations-* oder *Bravaisgitter*. Wie man von den Punkten des Bravaisgitters zu den Atompositionen kommt, wird durch die atomare Basis \mathbf{r}_a beschrieben. Die Atompositionen \mathbf{R}_a lassen sich dann darstellen als

$$\mathbf{R}_a = \mathbf{R} + \mathbf{r}_a \quad (3)$$

Die Vektoren \mathbf{r}_a müssen dabei alle in der Elementarzelle liegen, damit diese Darstellung eindeutig wird¹.

Die Kristalle kann man nach den Symmetrien ihrer Elementarzellen in Kristallsysteme einordnen. In diesem Versuch werden nur Materialien untersucht, die dem kubischen Kristallsystem angehören. Das bedeutet, dass die Kristallachsen alle gleich lang sind und orthogonal zueinander sind. Die kubischen Kristalle umfassen drei verschiedene Bravais-Gitter (siehe Abbildung 3): Das kubisch primitive, das kubisch innenzentrierte und das kubisch flächenzentrierte Gitter.

2.2.2 Netzebenen und Millersche Indizes

Nimmt man sich drei Punkte des Bravais-Gitters heraus, so definieren diese eine Netzebene des Gitters. Diese können durch eine Ebenengleichung der Form

$$hx + ky + lz = \text{const} \quad (4)$$

beschrieben werden. x , y und z sollen dabei die Koordinaten bezüglich der Basis \mathbf{a}_i (Kristallachsen) sein. Dies hat zur Folge, dass die Indizes h , k , l als natürliche Zahlen gewählt

¹Die Wahl der Einheitszelle ist aber leider nicht eindeutig

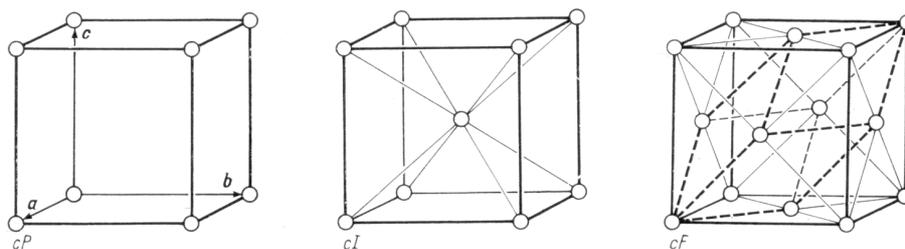


Abbildung 3: Die kubischen Bravais-Gitter [2]: cP kubisch primitives Gitter, cI kubisch innenzentriertes Gitter, cF kubisch flächenzentriertes Gitter

werden können. Werden diese Indizes auch noch Teilerfremd gemacht, so erhält man die *Millerschen Indizes* der Netzebene (und aller dazu paralleler Netzebenen).

2.2.3 Die Laue-Gleichungen

Wenn eine elektromagnetische Welle durch einen Kristall geht, werden durch ihr elektrisches Feld die Elektronenhüllen der Atome zu erzwungenen Schwingungen angeregt. Durch die Schwingung der Elektronenhüllen werden aber Sekundärwellen gleicher Frequenz erzeugt. Die Atome der Kristalls können also als Quellen von Kugelwellen angesehen werden, die miteinander interferieren. Aus dem so entstehenden Beugungsbild kann man Informationen über die Kristallstruktur erhalten (*Röntgenstrukturanalyse*).

Bezeichnet man mit \mathbf{k} den Wellenvektor der einfallenden Welle, mit \mathbf{k}' den Wellenvektor der gebeugten Welle sowie mit $\Delta\mathbf{k} = \mathbf{k}' - \mathbf{k}$ deren Differenz, dann lauten die Bedingungen für konstruktive Interferenzen:

$$\begin{aligned} \mathbf{a}_1 \cdot \Delta\mathbf{k} &= 2\pi\hat{h} \\ \mathbf{a}_2 \cdot \Delta\mathbf{k} &= 2\pi\hat{k} \\ \mathbf{a}_3 \cdot \Delta\mathbf{k} &= 2\pi\hat{l} \end{aligned} \quad (5)$$

Dies sind die sogenannten *Laue-Gleichungen*. Die Zahlen \hat{h} , \hat{k} , \hat{l} sind dabei ganze Zahlen und werden *Laue-Indizes* genannt.

2.2.4 Die Bragg-Bedingung

Die Laue-Gleichungen sind äquivalent zur *Bragg-Bedingung* (vgl. Abb. 4)

$$2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda \quad \text{mit} \quad n \in \mathbb{Z} \quad (6)$$

n ist die Ordnung der Interferenz. Die Beugung der Röntgenstrahlen kann also auch als Reflexion an den Netzebenen des Kristalls gedeutet werden. Der Ebenenabstand d_{hkl} kann dabei mit Hilfe der Millerschen Indizes berechnet werden:

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{\hat{h}^2 + \hat{k}^2 + \hat{l}^2}} \quad (7)$$

Diese Formel gilt für ein kubisches Gitter mit Gitterkonstanten a . Die Millerschen Indizes hängen mit den Laue-Indizes über die Beziehungen $\hat{h} = nh$, $\hat{k} = nk$ und $\hat{l} = nl$ zusammen.

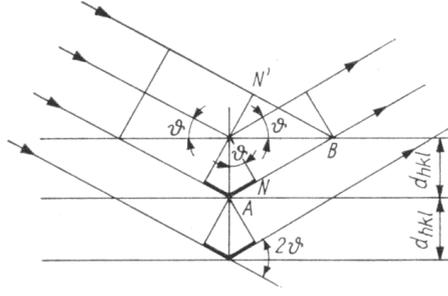


Abbildung 4: Reflexion von Röntgenstrahlen an Netzebenen [2]

2.2.5 Auslöschungsregeln

Die Stärke der einzelnen Beugungsreflexe hängt unter anderem davon ab, wie die Atome in der Elementarzelle angeordnet sind. Die Stärke der Reflexe ist proportional zum sogenannten Strukturfaktor

$$S(\Delta\mathbf{k}) = \sum_a S_a e^{-i\Delta\mathbf{k}\cdot\mathbf{r}_a} \quad (8)$$

S_a ist die Streustärke der a-ten Atoms in der Elementarzelle und \mathbf{r}_a seine Position. Mit Hilfe der reziproken Basisvektoren \mathbf{b}_i definiert durch $\mathbf{a}_i \cdot \mathbf{b}_j = \delta_{ij}$ können die Laue-Gleichungen formal durch die Formel

$$\Delta\mathbf{k} = \hat{h}\mathbf{b}_1 + \hat{k}\mathbf{b}_2 + \hat{l}\mathbf{b}_3 \quad (9)$$

gelöst werden.

Unter bestimmten Bedingungen kann der Strukturfaktor null werden. Diese Auslöschungsregeln sollen nun für die kubischen Gitter hergeleitet werden. Die Streustärken sind dabei alle gleich, weil die Atome identisch sind.

Das kubisch primitive Gitter Es befindet sich nur ein Atom in der Elementarzelle ($a = 1$). Die atomare Basis ist $\mathbf{r}_1 = 0$.

$$\Rightarrow S(\Delta\mathbf{k}) = S_1 e^0 = S_1 \quad (10)$$

Es tritt also keine Auslöschung auf.

Das kubisch innenzentrierte Gitter Es befinden sich zwei Atome in der Elementarzelle ($a = 1, 2$). Die atomare Basis ist $\mathbf{r}_1 = 0$ und $\mathbf{r}_2 = \frac{1}{2}(\mathbf{a}_1 + \mathbf{a}_2 + \mathbf{a}_3)$.

$$\Rightarrow S(\Delta\mathbf{k}) = S_1 \left(1 + e^{-i\pi(\hat{h}+\hat{k}+\hat{l})} \right) \quad (11)$$

Die Reflexe werden also ausgelöscht, wenn $\hat{h} + \hat{k} + \hat{l}$ ungerade ist.

Das kubisch flächenzentrierte Gitter Es befinden sich vier Atome in der Elementarzelle ($a = 1 \dots 4$). Die atomare Basis ist $\mathbf{r}_1 = 0$, $\mathbf{r}_2 = \frac{1}{2}(\mathbf{a}_1 + \mathbf{a}_2)$, $\mathbf{r}_3 = \frac{1}{2}(\mathbf{a}_1 + \mathbf{a}_3)$ und $\mathbf{r}_4 = \frac{1}{2}(\mathbf{a}_2 + \mathbf{a}_3)$.

$$\Rightarrow S(\Delta\mathbf{k}) = S_1 \left(1 + e^{-i\pi(\hat{h}+\hat{k})} + e^{-i\pi(\hat{h}+\hat{l})} + e^{-i\pi(\hat{l}+\hat{k})} \right) \quad (12)$$

Die Indizes \hat{h} , \hat{k} , \hat{l} müssen also entweder alle gerade oder alle ungerade sein, sonst wird der Reflex ausgelöscht.

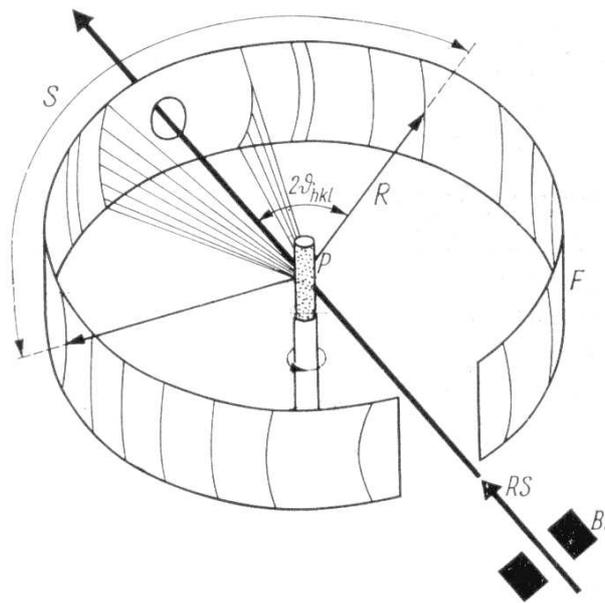


Abbildung 5: Die Debye-Scherrer-Methode [2]

3 Versuchsaufbau und Messprinzip

In diesem Praktikumsversuch soll die Gitterkonstante eines kubischen Gitters mit dem Debye-Scherrer-Verfahren bestimmt werden. Der Versuchsaufbau ist schematisch in Abbildung 5 dargestellt. Der Röntgenstrahl RS wird in einer Röntgenröhre mit Kupferanode und optionalem Nickelfilter erzeugt. Die Wellenlängen der auftretenden charakteristischen Linien sind $\lambda_{K_{\alpha 1}} = 0.1541\text{nm}$, $\lambda_{K_{\alpha 2}} = 0.1544\text{nm}$ und $\lambda_{K_{\beta}} = 0.1392\text{nm}$. Es wurde eine kreisförmige Blende BL mit 0.1mm Durchmesser verwendet. Als Präparat P wurde ein polykristalliner Draht benutzt. Aufgrund der statistischen Verteilung der Einkristalle im Draht ergeben sich als Beugungsreflexe Ringe, deren Ablenkwinkel der doppelte Braggwinkel ist. Der Film wurde jedoch nicht wie in der Abbildung 5 symmetrisch, d.h. mit den Kanten in Richtung des Röntgenstrahls, sondern asymmetrisch, d.h. um 90° versetzt, eingelegt.

Absorptionskorrektur nach Hadding Wenn die Absorption der Probe hoch ist, findet die Bragg-Reflexion quasi nur an der Oberfläche der Probe statt, wodurch sich die Radien der auf dem Film beobachteten Ringe ändern. Nach Hadding kann dieser systematische Fehler folgendermaßen korrigiert werden:

$$2r_{\text{korrr}} = 2r - \rho(1 + \cos 2\theta) \quad (13)$$

Dabei ist r_{korrr} der korrigierte Ringradius, r der gemessene Ringradius, ρ ist der Radius der Probe und θ der Braggwinkel.

4 Auswertung

Im Versuch standen uns zwei verschiedene Drähte zur Verfügung, deren Gitterkonstanten zu ermitteln waren, um somit auf das jeweilige Material zu schließen.

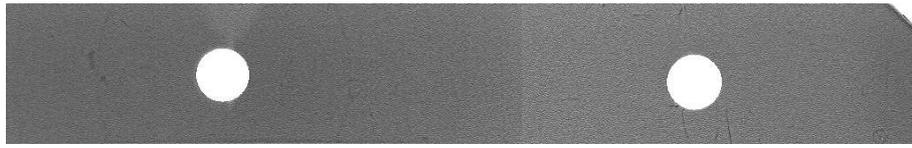


Abbildung 6: Probe 1, Aufnahme 1, ohne Filter, Belichtungszeit: 10 min



Abbildung 7: Probe 1, Aufnahme 2, mit Filter, Belichtungszeit: 60 min

4.1 Probel

Die Belichtungszeit für den ersten Film (Abbildung 6) betrug etwa zehn Minuten. Allerdings war darauf kaum ein Ring zu erkennen. Also erhöhten wir die Belichtungszeit auf 60 Minuten (Abbildung 7) und setzten einen Ni-Filter vor das Fenster der Röntgenröhre. Auf dieser Aufnahme sind deutlich 26 Ringe zu unterscheiden. Auffällig ist, dass die Ringe jeweils dunklere und hellere Stellen aufweisen (Texturen), was darauf hindeutet, dass die zu untersuchende Probe nicht vollständig polykristallin ist. Anschließend brachten wir die Probe zum Glühen, um zu sehen, ob sich dadurch die Textur der Ringe ändert, ob diese verschwindet. Wir wählten wieder eine Belichtungszeit von etwa 60 Minuten und setzten auch hier den Filter ein (Abbildung 8). Die Textur veränderte sich durch das Glühen nicht. Auf der Aufnahme sind sehr viele Ringe zu erkennen, die sich teilweise kaum voneinander unterscheiden lassen, weshalb wir uns bei der Auswertung auf Aufnahme 2 (Abb. 7) beschränkten.

Zunächst werden die Braggwinkel θ aus den Radien r der Reflexionen bestimmt. Der Umrechnungsfaktor ergibt sich folgendermaßen:

$$\frac{90^\circ}{\text{Abstand zwischen Eintritts- und Austrittsöffnung auf dem Film [mm]}} \quad (14)$$

Die Kamera ist so konstruiert, dass der Umrechnungsfaktor ungefähr 1 ist.

Aus der Braggbedingung ergibt sich:

$$\frac{\lambda}{2a} = \frac{\sin \theta}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} = \text{const} \quad (15)$$

Wonach folgendes gelten muss:

$$\frac{\sin \theta_2}{\sin \theta_1} = \frac{\sqrt{h_2^2 + k_2^2 + l_2^2}}{\sqrt{h_1^2 + k_1^2 + l_1^2}} \quad (16)$$



Abbildung 8: Probe 1, Aufnahme 3, mit Filter, Belichtungszeit: 60 min, Probe wurde vorher zum Glühen gebracht

Nr.	Winkel θ [°]	h	k	l	a mit K_α -Linie [nm]	h	k	l	a mit K_β -Linie [nm]
1	11,31 ± 0,31								
2	12,11 ± 0,31								
3	17,07 ± 0,31								
4	18,37 ± 0,31					1	1	0	0,3123 ± 0,0052
5	20,37 ± 0,31	1	1	0	0,3133 ± 0,0052				
6	20,98 ± 0,31								
7	22,83 ± 0,31								
8	24,98 ± 0,31								
9	26,33 ± 0,31					2	0	0	0,3138 ± 0,0036
10	27,88 ± 0,31								
11	29,39 ± 0,31	2	0	0	0,3144 ± 0,0037				
12	32,79 ± 0,31					2	1	1	0,3148 ± 0,0028
13	36,85 ± 0,31	2	1	1	0,3150 ± 0,003				
14	38,70 ± 0,31					2	2	0	0,3149 ± 0,0023
15	43,68 ± 0,31	2	2	0	0,3159 ± 0,0025				
16	44,28 ± 0,31					3	1	0	0,3153 ± 0,0020
17	49,95 ± 0,31					2	2	2	0,3150 ± 0,0016
18	50,65 ± 0,31	3	1	0	0,3154 ± 0,0021				
19	55,76 ± 0,31					3	2	1	0,3150 ± 0,0014
20	57,86 ± 0,31	2	2	2	0,3155 ± 0,0018				
21	61,82 ± 0,31					4	0	0	0,3158 ± 0,0011
22	65,97 ± 0,31	3	2	1	0,3160 ± 0,0014				
23	69,17 ± 0,31								
24	76,83 ± 0,31	4	0	0	0,3165 ± 0,0011				
25	77,43 ± 0,31	4	0	0	0,3164 ± 0,0011				
26	79,69 ± 0,31								

Tabelle 1: Auswertung der Probe1 (Abb. 7)

Somit kann man versuchen, die h-k-l-Indizes so zu wählen, dass diese Gleichung erfüllt ist. Hilfreich ist dabei auch, wenn man die Ringe je nach Stärke oder Textur unterscheidet, um herauszufinden welches die zusammengehörigen K_α - und K_β -Reflexe sind.

Aus den gefundenen h-k-l-Indizes kann nun die Gitterkonstante a ermittelt werden:

$$a = \frac{\lambda}{2 \sin \theta} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \quad (17)$$

Der relative Fehler (Größtfehler) von a ergibt sich folgendermaßen:

$$\frac{\Delta a}{a} = \frac{\Delta \lambda}{\lambda} + \frac{\Delta \theta}{\tan \theta} \quad (18)$$

Unsere Ergebnisse sind in Tabelle 1 dargestellt. Es konnten jedoch nicht alle Ringe zugeordnet werden. Unerwünschte Kristallstrukturen verursachen diese Reflexe. Offenbar war die Probe verunreinigt. Der Fehler der Gitterkonstanten verringert sich mit zunehmendem Winkel. Bei der untersuchten Probe handelt es sich offensichtlich um ein Kristall mit kubisch innen-zentrierter Struktur, da die Summe der gefundenen Indizes stets gerade ist. Da sehr viele Reflexe der K_β -Linie zuzuordnen sind, wurde wahrscheinlich der falsche Filter benutzt.

Nr.	r [mm]	r_{korrr} [mm]	θ [°]	θ_{korrr} [°]	h	k	l	a mit K_α [nm]	h	k	l	a mit K_β [nm]
1	11,30	11,01	11,31	11,02								
2	12,10	11,81	12,11	11,82								
3	17,05	16,76	17,07	16,78								
4	18,35	18,06	18,37	18,08					1	1	0	0,3171
5	20,35	20,06	20,37	20,09	1	1	0	0,3176				
6	20,95	20,66	20,98	20,69								
7	22,80	22,52	22,83	22,54								
8	24,95	24,67	24,98	24,70								
9	26,30	26,02	26,33	26,05					2	0	0	0,3169
10	27,85	27,57	27,88	27,61								
11	29,35	29,07	29,39	29,11	2	0	0	0,3171				
12	32,75	32,48	32,79	32,52					2	1	1	0,3171
13	36,80	36,53	36,85	36,58	2	1	1	0,3170				
14	38,65	38,39	38,70	38,43					2	2	0	0,3167
15	43,63	43,37	43,68	43,42	2	2	0	0,3173				
16	44,23	43,97	44,28	44,03					3	1	0	0,3167
17	50,00	49,76	49,95	49,82					2	2	2	0,3156
18	50,70	50,46	50,65	50,52	3	1	0	0,3160				
19	55,80	55,57	55,76	55,64					3	2	1	0,3155
20	57,90	57,67	57,86	57,74	2	2	2	0,3159				
21	61,85	61,63	61,82	61,71					4	0	0	0,3162
22	66,00	65,79	65,97	65,87	3	2	1	0,3162				
23	69,20	69,00	69,17	69,08								
24	76,85	76,67	76,83	76,76	4	0	0	0,3166				
25	77,45	77,27	77,43	77,36	4	0	0	0,3165				
26	79,70	79,53	79,69	79,62								

Tabelle 2: Auswertung der Probe1 (Abb. 7) mit Korrektur nach Hadding

Bei Ring 24 und 25 handelt es sich um den gleichen Reflex. Man kann hier jedoch zwischen der $K_{\alpha 1}$ - und der $K_{\alpha 2}$ -Linie unterscheiden.

Eine statistische Auswertung der ermittelten Gitterkonstanten ergibt: $a = (0,31501 \pm 0,00027)$ nm (Standardfehler). Bei der Probe handelt es sich offensichtlich um *Molybdän*, welches eine kubisch innenzentrierte Struktur und eine Gitterkonstante $a = 0,3141$ nm aufweist, die nahe unserer gemessenen Werte liegt.

Wendet man die Korrekturformel nach Hadding (siehe 13) an, ändern sich die Ergebnisse (siehe Tabelle 2). Eine statistische Auswertung ergibt eine Gitterkonstante $a = 0,31658$ nm.

4.2 Probe2

Für die Probe 2 wählten wir zunächst ebenfalls eine Belichtungszeit von etwa 10 Minuten (Abbildung 9), konnten allerdings nur fünf sehr schwache Ringe beobachten. Bei einer Belichtungszeit von 30 Minuten jedoch (Abbildung 10) sind deutlich 15 Ringe zu erkennen. Das Ergebnis der Auswertung ist in Tabelle 3 dargestellt.

Es handelt sich bei Probe 2 offensichtlich auch um ein Metall mit kubisch innenzentrierter Struktur, da $h+k+l$ stets gerade ist. Die statistisch aus den errechneten Werten bestimmte

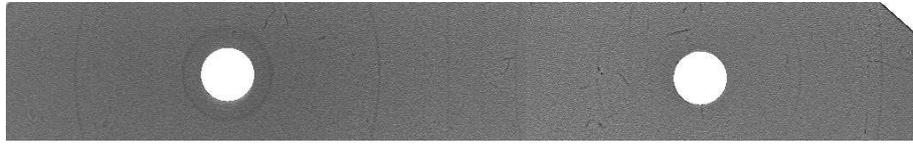


Abbildung 9: Probe 2, Aufnahme 1, ohne Filter, Belichtungszeit: 10 min

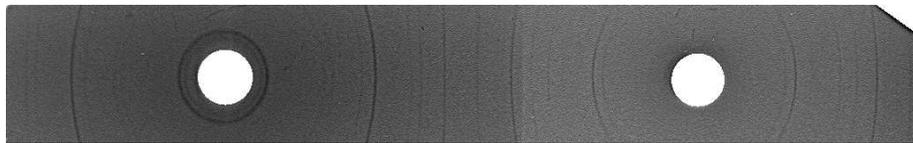


Abbildung 10: Probe 2, Aufnahme 2, ohne Filter, Belichtungszeit: 30 min

Nr.	Winkel θ [°]	h	k	l	a mit K_α -Linie [nm]	h	k	l	a mit K_β -Linie [nm]
1	17,40 ± 0,32					1	1	0	0,3291 ± 0,0059
2	19,31 ± 0,32	1	1	0	0,3299 ± 0,0059				
3	27,91 ± 0,33	2	0	0	0,3296 ± 0,0042				
4	31,21 ± 0,33					2	1	1	0,3290 ± 0,0033
5	34,91 ± 0,33	2	1	1	0,3301 ± 0,0034				
6	41,46 ± 0,34	2	2	0	0,3295 ± 0,0029				
7	47,54 ± 0,34	3	1	0	0,3306 ± 0,0025				
8	51,99 ± 0,34					3	2	1	0,3305 ± 0,0017
9	53,99 ± 0,33	2	2	2	0,3303 ± 0,0021				
10	60,89 ± 0,33	3	2	1	0,3303 ± 0,0018				
11	63,39 ± 0,33					3	3	0	0,3303 ± 0,0011
12	68,89 ± 0,32	4	0	0	0,3307 ± 0,0014				
13	70,69 ± 0,32					4	2	0	0,3298 ± 0,0008
14	81,55 ± 0,31	3	3	0	0,3308 ± 0,0010				
15	82,70 ± 0,31					3	3	2	0,3291 ± 0,0004

Tabelle 3: Auswertung Probe 2 (Abb. 10)

Nr.	r [mm]	r_{korr} [mm]	θ [°]	θ_{korr} [°]	h	k	l	a mit K_α [nm]	h	k	l	a mit K_β [nm]
1	17,40	17,27	17,40	17,27					1	1	0	0,3315
2	19,30	19,17	19,31	19,17	1	1	0	0,3321				
3	27,90	27,79	27,91	27,79	2	0	0	0,3308				
4	31,20	31,09	31,21	31,10					2	1	1	0,3300
5	34,90	34,80	34,91	34,81	2	1	1	0,3309				
6	41,45	41,37	41,46	41,38	2	2	0	0,3300				
7	47,55	47,48	47,54	47,50	3	1	0	0,3308				
8	52,00	51,94	51,99	51,96					3	2	1	0,3307
9	54,00	53,95	53,99	53,96	2	2	2	0,3304				
10	60,90	60,87	60,89	60,88	3	2	1	0,3303				
11	63,40	63,37	63,39	63,39					3	3	0	0,3303
12	68,90	68,88	68,89	68,90	4	0	0	0,3307				
13	70,70	70,68	70,69	70,70					4	2	0	0,3298
14	81,55	81,55	81,55	81,57	3	3	0	0,3308				
15	82,70	82,70	82,70	82,72					3	3	2	0,3291

Tabelle 4: Auswertung der Probe2 (Abb. 10) mit Hadding-Korrektur



Abbildung 11: Probe 2, Aufnahme 3, mit Filter, Belichtungszeit: 60 min

Gitterkonstante a , beträgt für dieses Metall $a = (0,32997 \pm 0,00016)$ nm. Die Hadding-Korrektur ergibt $a = 0,33055$ nm (siehe Tabelle 4). Es könnte sich demzufolge um Niob oder Tantal handeln, da beide eine Gitterkonstante $a=0,329$ haben. Unterscheiden kann man die beiden Metalle, indem man die Dichten vergleicht, da diese sehr unterschiedlich sind:

$$\rho_{Nb} = 8,7 \frac{g}{cm^3}$$

$$\rho_{Ta} = 16,9 \frac{g}{cm^3}$$

Aus Länge, Masse und Durchmesser des Drahtes bestimmten wir näherungsweise die Dichte der Probe: $\rho \approx 20,6 \frac{g}{cm^3}$. Unsere Probe besteht also höchstwahrscheinlich aus *Tantal*. Desweiteren führten wir eine Messung mit Filter durch. Wir belichteten den Film (Abbildung 11) etwa 60 Minuten und konnten 20 Reflexe vermessen (siehe Tabelle 5). Zu jedem K_α -Reflex ist ein zugehöriger K_β -Reflex zu finden, was darauf hindeutet, dass wir möglicherweise, sowohl bei Probe 1 und Probe 2, nicht den Ni-Filter verwendeten. Denn die K_β -Reflexe werden nicht, wie gewünscht, ausgeblendet, sondern treten eher verstärkt auf. Mittelt man über alle errechneten Gitterkonstanten, so erhält man: $a = (0,32948 \pm 0,00014)$ nm (Standardfehler). Nach der Korrekturformel vom Hadding ergibt sich eine Gitterkonstante $a = 0,32998$ nm (siehe Tabelle 6).

Nr.	Winkel θ [°]	h	k	l	a mit α -Linie [nm]	h	k	l	a mit β -Linie [nm]
1	17,46 ± 0,32					1	1	0	0,328 ± 0,0058
2	19,37 ± 0,32	1	1	0	0,3289 ± 0,0058				
	25,07 ± 0,32					2	0	0	0,3285 ± 0,0040
3	27,92 ± 0,32	2	0	0	0,3294 ± 0,0041				
4	31,18 ± 0,32					2	1	1	0,3293 ± 0,0032
5	34,98 ± 0,33	2	1	1	0,3295 ± 0,0033				
	36,68 ± 0,33					2	2	0	0,3296 ± 0,0027
6	41,43 ± 0,33	2	2	0	0,3296 ± 0,0028				
	41,93 ± 0,33					3	1	0	0,3293 ± 0,0023
	47,11 ± 0,33					2	2	2	0,3291 ± 0,0019
7	47,81 ± 0,33	3	1	0	0,3291 ± 0,0024				
8	52,17 ± 0,33					3	2	1	0,3297 ± 0,0016
9	54,12 ± 0,33	2	2	2	0,3297 ± 0,0020				
	57,57 ± 0,32					4	0	0	0,3298 ± 0,0013
10	61,03 ± 0,32	3	2	1	0,3299 ± 0,0017				
11	63,53 ± 0,32					3	3	0	0,3299 ± 0,0011
12	69,13 ± 0,32	4	0	0	0,3302 ± 0,0014				
13	70,58 ± 0,32					4	2	0	0,3300 ± 0,0008
14	81,54 ± 0,31	3	3	0	0,3308 ± 0,0010				
15	82,59 ± 0,31					3	3	2	0,3292 ± 0,0004

Tabelle 5: Auswertung von Probe 2 (Abb. 11)

Nr.	r [mm]	r_{korr} [mm]	θ [°]	θ_{korr} [°]	h	k	l	a mit K_α [nm]	h	k	l	a mit K_β [nm]
1	17,45	17,32	17,46	17,33					1	1	0	0,3304
2	19,35	19,22	19,37	19,24	1	1	0	0,3311				
	25,05	24,93	25,07	24,95					2	0	0	0,3300
3	27,90	27,79	27,92	27,81	2	0	0	0,3306				
4	31,15	31,04	31,18	31,07					2	1	1	0,3304
5	34,95	34,85	34,98	34,88	2	1	1	0,3303				
	36,65	36,56	36,68	36,59					2	2	0	0,3303
6	41,40	41,32	41,43	41,35	2	2	0	0,3302				
	41,90	41,82	41,93	41,85					3	1	0	0,3299
	47,15	47,08	47,11	47,12					2	2	2	0,3290
7	47,85	47,78	47,81	47,82	3	1	0	0,3291				
8	52,20	52,14	52,17	52,19					3	2	1	0,3296
9	54,15	54,10	54,12	54,14	2	2	2	0,3296				
	57,60	57,56	57,57	57,61					4	0	0	0,3297
10	61,05	61,02	61,03	61,07	3	2	1	0,3297				
11	63,55	63,52	63,53	63,57					3	3	0	0,3297
12	69,15	69,13	69,13	69,19	4	0	0	0,3300				
13	70,6	70,58	70,58	70,64					4	2	0	0,3299
14	81,55	81,55	81,54	81,61	3	3	0	0,3307				
15	82,60	82,60	82,59	82,67					3	3	2	0,3291

Tabelle 6: Auswertung der Probe2 (Abb. 11) mit Korrektur nach Hadding

4.3 Zusammenfassung der Messergebnisse

		Gitterkonstante a [nm]
Probe1: <i>Molybdän</i>	Aufnahme 2 (Abb. 7) ohne Korrektur	$0,31501 \pm 0,00027$
	Aufnahme 2 (Abb. 7) mit Korrektur	0,31658
	theoretisch	0,3141
		Gitterkonstante a [nm]
Probe2: <i>Tantal</i>	Aufnahme 2 (Abb. 10) ohne Korrektur	$0,32997 \pm 0,00016$
	Aufnahme 2 (Abb. 10) mit Korrektur	0,33055
	Aufnahme 3 (Abb. 11) ohne Korrektur	$0,32948 \pm 0,00014$
	Aufnahme 3 (Abb. 11) mit Korrektur	0,32998
	theoretisch	0,329

Literatur

- [1] Ch. Kittel, Einführung in die Festkörperphysik, Oldenbourg, 1973
- [2] W. Kleber, Einführung in die Kristallographie, Verlag Technik Berlin, 1990
- [3] Praktikumsanleitung

A Messprotokoll