

502 – Kristalluntersuchungen mit Hilfe von Debye-Scherrer-Aufnahmen

Versuchsprotokoll zum F-Praktikum an der Ruhr-Universität Bochum

Paul Katolla <p_katolla@yahoo.de>

07.08.2009

Tobias Krähling <Tobias.Kraehling@SemiByte.de>

Version 1.1

Inhaltsverzeichnis

1 Einführung	2
2 Grundlagen	2
2.1 Röntgenröhre	2
2.2 Braggreflexion	3
2.3 Kristallstruktur	3
2.4 Laue-Verfahren	5
2.5 Debye-Scherrer-Verfahren	6
3 Versuchsbeschreibung und -durchführung	7
4 Auswertung	9
4.1 Auswertung Debye-Scherrer-Aufnahmen	9
4.2 Laue-Aufnahmen	12
5 Fazit	13
Literatur	14

1 Einführung

Der Versuch *Kristalluntersuchungen mit Hilfe von Debye-Scherrer-Aufnahmen* befasst sich, im Rahmen des F-Praktikums, mit experimentellen Methoden zur Röntgen-Kristallstrukturanalyse. Im Experiment sollen zunächst je zwei Aufnahmen mit Hilfe des Debye-Scherrer und des Laue-Verfahrens angefertigt werden. Anschließend werden die Kristallparameter sowie die Millerschen Indizes durch Auswertung der Debye-Scherrer-Aufnahmen bestimmt.

2 Grundlagen

2.1 Röntgenröhre

In einem evakuierten Glaszylinder (siehe Abbildung 1) werden Elektronen aus einer Kathode emittiert. Diese werden dann durch eine Beschleunigungsspannung (z. B. 30 kV) in Richtung der Anode beschleunigt. Dringen die auftreffenden Elektronen in die Anode ein, so wird

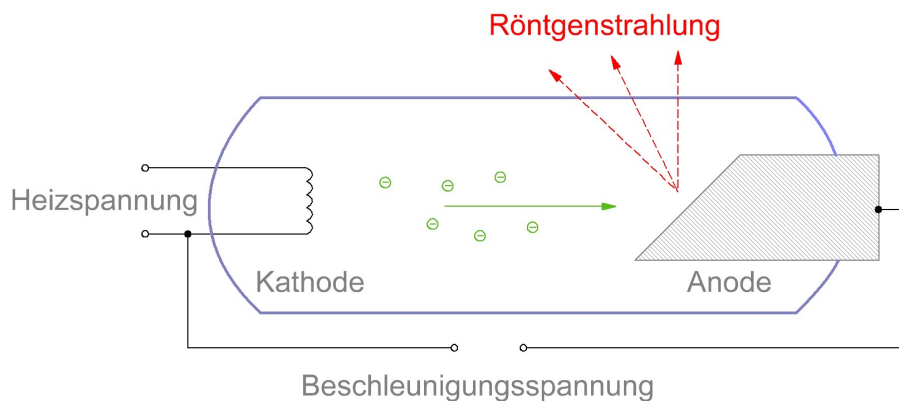


Abbildung 1: Röntgenröhre

der größte Teil der kinetischen Energie in Wärme umgesetzt und nur ein geringer Teil als Röntgenstrahlung abgeben. Dabei unterscheidet man zwischen zwei Strahlungsarten. Zum Einen können die auftreffenden Elektronen in die Atome des Anodenmaterials eindringen. Dort heben sie dann ein kernnahes Elektron auf ein höheres Energieniveau. Nimmt ein kernfernes Elektron diesen Platz ein, so wird Energie in Form von Röntgenstrahlung abgegeben. Diese Röntgenstrahlung hat eine sehr hohe Intensität und ist charakteristisch für das Anodematerial.

Zum Anderen werden die auftreffenden Elektronen beim Eindringen in die Anode abgebremst und geben infolge dessen Röntgenstrahlung unterschiedlicher Wellenlänge ab. Diese Röntgenstrahlung wird Bremsstrahlung genannt. Sie besitzt ein kontinuierliches Spektrum mit einer minimalen Wellenlänge, die von der Beschleunigungsspannung abhängt. Diese minimale Wellenlänge ergibt sich für den Fall, dass das Elektron seine gesamte kinetische Energie an ein einzelnes Röntgenphoton abgibt.

2.2 Braggreflexion

Trifft Röntgenstrahlung auf einen Kristall, so durchdringt sie ihn zum Großteil ungehindert. Ein geringer Strahlungsteil wird jedoch an den Netzebenen des Kristalls gebeugt (siehe Abbildung 2).

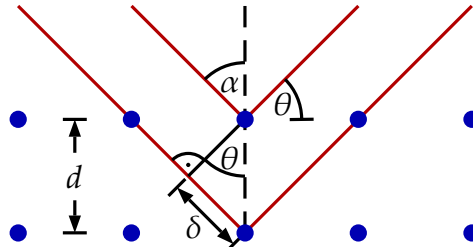


Abbildung 2: Braggreflexion

Diese Netzebenen verhalten sich wie halbdurchlässige Spiegel. Sie „reflektieren“ einen Teil der einfallenden Strahlung, dabei gilt Ausfallwinkel ist gleich dem Einfallwinkel. Treffen die reflektierten Röntgenstrahlen auf einen Film, so erkennt man ein spezifisches Interferenzmuster. Konstruktive Interferenz findet dann statt, wenn der Gangunterschied 2δ zwischen benachbarten Netzebenen des Kristalls ein Vielfaches der Wellenlänge λ der gebeugten Röntgenstrahlung beträgt. Es gilt dabei:

$$2\delta = n\lambda. \quad (2.1)$$

Aus geometrischen Überlegungen anhand Abbildung 2 ergibt sich außerdem der folgende Zusammenhang:

$$\delta = d \sin(\theta). \quad (2.2)$$

Setzt man die Gleichung (2.2) in Gleichung (2.1) ein, so erhält man die Bragg-Gleichung:

$$n\lambda = 2d \sin \theta. \quad (2.3)$$

Dabei sei angemerkt, dass Beugung an nur zwei Netzebenen wie in Abbildung 2 zu kaum messbarer reflektierter Röntgenstrahlung führen würde. Hierfür ist die Beugung an einer ganzen Schar von Netzebenen nötig. In einem Einkristall können beliebig viele Netzebenenscharen existieren. Die Bragg-Gleichung wird nur von den Ebenenscharen erfüllt, für die gilt:

$$d \geq \frac{\lambda}{2} \quad (2.4)$$

mit dem Netzebenenabstand d .

2.3 Kristallstruktur

Kristalline Festkörper bestehen aus periodisch angeordneten Atomen. Die Orte der Atome – die Gitterpositionen – wiederholen sich periodisch in festen Abständen, man spricht dabei von einem Raumgitter. Ein Raumgitter besteht aus so genannten Elementarzellen, die in alle drei Translationsrichtungen periodisch aneinander gefügt sind. Die einfachste Elementarzelle ist

das kubisch primitive Gitter (sc, simple cubic, einfach kubisch). Dort besetzen die Atome nur die Ecken eines Würfels. Die Kantenlänge dieses Würfels bezeichnet man als Gitterkonstante a . Auf das kubische Kristallsystem beschränkt, gibt es außer dem primitiven Gitter noch das kubisch innenzentrierte Gitter (bcc, body centered cubic, kubisch raumzentriert), sowie das kubisch flächenzentrierte Gitter (fcc, face centered cubic, kubisch flächenzentriert). Beim kubisch innenzentrierten Gitter befindet sich zusätzlich zu den Atomen auf den Würfecken ein weiteres Atom im Mittelpunkt des Würfels und beim kubisch flächenzentrierten Gitter ist auf der Mitte jeder der sechs Würfelflächen ein zusätzliches Atom positioniert.

Neben dem einfachen Würfel als Grundbaustein des Gitters existieren noch sechs weitere Typen von Elementarzelle. Diese werden jeweils durch drei Gitterkonstanten a , b und c entlang der drei Raumrichtungen eines Koordinatensystems, sowie durch drei Winkel, α , β und γ , die von jeweils zwei Achsen eingeschlossen werden, charakterisiert. Beim kubischen Kristallsystem gilt $a = b = c$ und $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$. Insgesamt gibt es sieben mögliche Kristallsysteme. Daraus entstehen dann insgesamt 14 verschiedene sogenannte Bravais-Raumgitter (Gross und Marx, 2004, S. 11ff). Die drei Bravais-Gitter des kubischen Kristallsystems sind in Abbildung 3 dargestellt.

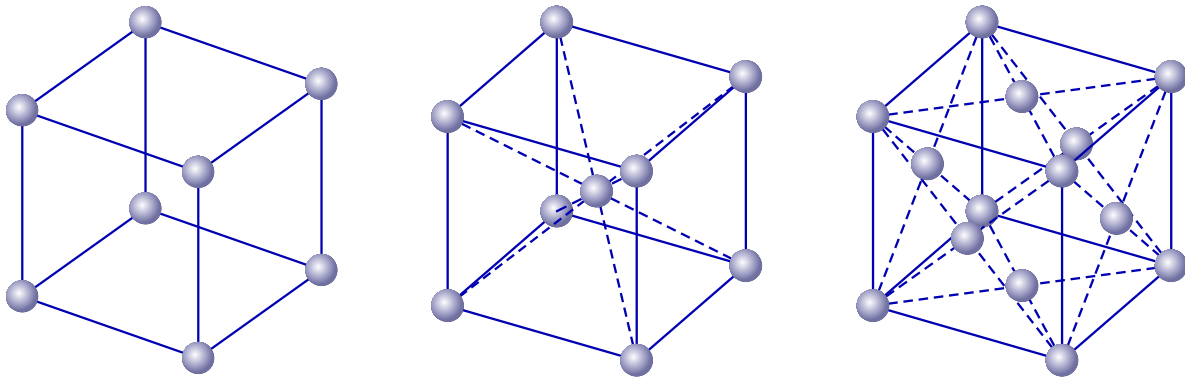


Abbildung 3: Bravais-Gitter beim kubische Kristallsystem: links primitive, mittig raumzentrierte und rechts flächenzentrierte Einheitszelle

Für die in einem Kristall angeordneten Atome können verschiedene Ebenen definiert werden, die sogenannten Netzebenen. Bedingt durch die periodische Anordnung der Atome in einem Kristall findet man ebenfalls eine periodische Anordnung dieser Netzebenen. Diese wird als Netzebenen-schar bezeichnet. Benachbarte Netzebenen einer Schar haben immer den gleichen Netzebenenabstand d . Um die Netzebenen eindeutig zu klassifizieren verwendet man die Millerschen Indizes h , k und l . Dabei handelt es sich um das kleinste gemeinsame Vielfache der reziproken Schnittpunkte einer Netzebene mit den Kristallachsen. In Abbildung 4 wurden verschiedene solche Netzebenen dargestellt.

Die Millerschen Indizes (h,k,l) können aus den relativen Achsenabschnitten, die auch als Weißsche Indizes (m,n,p) bezeichnet werden, wie folgt berechnet werden:

$$h = \frac{1}{m}\mu, \quad k = \frac{1}{n}\mu \quad \text{und} \quad l = \frac{1}{p}\mu \quad \text{mit} \quad \mu = \text{kgV}(m,n,p) \quad (2.5)$$

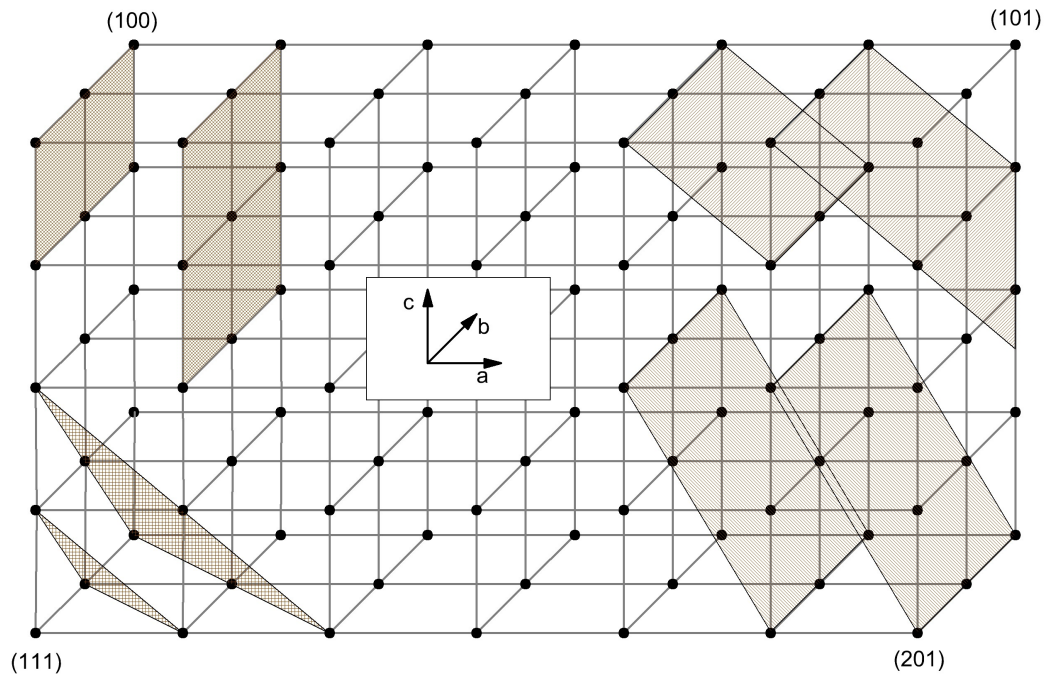


Abbildung 4: Millersche Indizes und Netzebenen

Das Zahlentripel (h,k,l) definiert eine ganz bestimmte Netzebenenschar im Kristall. Deshalb ist es möglich, den Braggreflexen passende Millersche Indizes zuzuordnen. Anhand geometrischen Überlegungen lässt sich zeigen, dass für einen kubischen Kristall mit der Gitterkonstante a die Beziehung

$$d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (2.6)$$

zwischen den Millerschen Indizes (h,k,l) und dem Netzebenenabstand d gilt. Setzt man dieses Ergebnis in die Bragg-Gleichung (Gleichung (2.3)) ein, erhält man

$$\lambda = \frac{2a}{\sqrt{(nh)^2 + (nk)^2 + (nl)^2}} \sin \theta. \quad (2.7)$$

Die (nh,nk,nl) charakterisieren eindeutig jeden möglichen Braggreflex.

2.4 Laue-Verfahren

Bei dem Laue-Verfahren wird ein feststehender Einkristall polychromatischer Röntgenstrahlung ausgesetzt. Für Röntgenstrahlung empfindliche Detektoren bzw. Photoplatten werden in der Regel vor der Probe montiert, können jedoch bei ausreichend dünnen Proben auch dahinter montiert werden. Die verschiedenen Netzebenenscharen mit dem Millerschen Indizes (h,k,l) suchen sich aus dem kontinuierlichen Röntgenspektrum die passende Wellenlänge heraus, die die Bragg-Bedingung erfüllt. Die verschiedenen Netzebenenscharen reflektieren dabei nur einen bestimmten Teil des einfallenden Röntgenstrahls. Diese reflektierten Teile der Strahlung

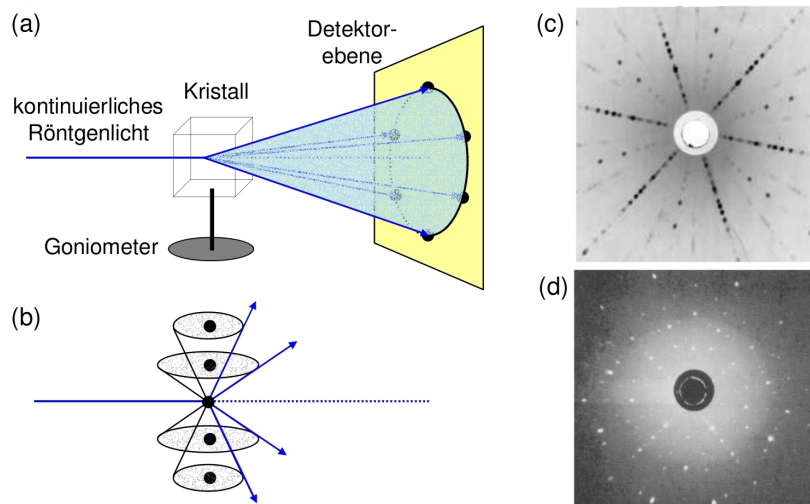


Abbildung 5: (a) Schematische Darstellung des Laue-Verfahrens. (b) Zur Veranschaulichung der Entstehung des Punktgitters beim Laue-Verfahren. (c) Laue-Aufnahme von 6H-SiC in (0001)-Orientierung. Man erkennt die 6-zählige Symmetrie der hexagonalen Struktur. (d) Laue-Aufnahme eines Si-Kristalls (4-zählige Symmetrie des Diamantgitters). (Gross und Marx, 2004, S. 74)

sind monochromatisch. Der Schematische Aufbau, sowie zwei typische Punktmuster einer Laue-Aufnahme wurden in Abbildung 5 dargestellt. Das Punktmuster hängt von der Orientierung des Einkristalls gegen den einfallenden Röntgenstrahl ab. Fällt die Strahlung entlang einer n -zähligen Symmetrieachse ein, so weist auch das Punktmuster der entsprechenden Laue-Aufnahme eine n -zählige Symmetrie auf. Das Laue-Verfahren ist einfach, aber nicht sehr präzise. Man benutzt es daher meist nur zur Bestimmung der Kristallsymmetrie und der Orientierung von Einkristallen.

2.5 Debye-Scherrer-Verfahren

Liegt eine polykristalline Substanz vor, so wählt man das Debye-Scherrer-Verfahren zur ihrer Analyse. Die Probe kann dabei pulverförmig oder ein relativ dünner Polykristall sein. Auf die von einem für Röntgenstrahlen empfindlichen Film vollständig umgebene Probe, wird ein monochromatischer Röntgenstrahl gelenkt. Die einzelnen Kristallite der Probe sind bezüglich des Röntgenstrahls so orientiert, dass die Bragg-Bedingung für beliebige Netzebenenscharen mit den Millerschen Indizes (h,k,l) erfüllt werden kann. Die an einer bestimmten Netzebenenschar reflektierten Röntgenstrahlen liegen auf einem Kegelmantel, der den Film schneidet. An der Schnittlinie wird der Film geschwärzt, je nach Intensität mehr oder weniger. Der Streukegel hat den Öffnungswinkel 2θ , wobei θ der Bragg-Winkel ist. Eine Rückrechnung von den Schnittlinien auf dem Film auf Ebenenabstände der Kristallprobe ist leicht möglich. Die Abbildung 6 zeigt die Anordnung bei einer Debye-Scherrer-Aufnahme schematisch sowie einen belichteten Film.

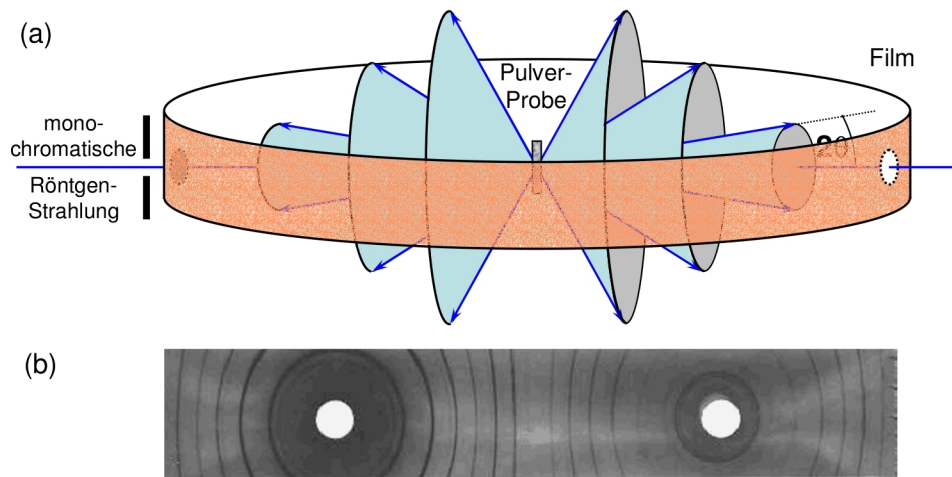


Abbildung 6: (a) Schematische Darstellung des Debye-Scherrer-Verfahrens. (b) Typische Debye-Scherrer-Aufnahme. (Gross und Marx, 2004, S. 76)

3 Versuchsbeschreibung und -durchführung

Für die Debye-Scherrer-Aufnahmen der zwei zu untersuchenden Kristallsystem von Molybdän (bcc-Gitter, Raumgruppe $Im\bar{3}m$) und Silber (fcc-Gitter, Raumgruppe $Fm\bar{3}m$) stehen zwei Kameras zur Verfügung, in denen sich jeweils ein Molybdän- bzw. Silberdraht befindet. Um Beeinflussungen der Belichtung durch Unregelmäßigkeiten zu vermeiden, rotiert der Draht während der Belichtung und muß daher vorher lichtoptisch zentriert werden. Hierfür wird die Kamera auf eine Halterung gesetzt, die an einem Ende mit einer Lichtquelle bestückt ist. Auf die Kollimatoröffnung wird eine Lupe aufgesetzt und mit den an der Kamera befestigten Einstellschraube der Draht exakt in die Mitte der Kamera zentriert. Dies erfolgt, indem man den Draht so dreht, daß dieser nach oben herausläuft und ihn dann mit der Einstellschraube wieder in die Mitte der Kollimatoröffnung schiebt. Dies wird so lange iterativ durchgeführt, bis der Draht bei Drehungen zentriert vor der Kollimatoröffnung sichtbar bleibt.

Unter Rotlicht wurde dann der Film für die Debye-Scherrer-Kameras zugeschnitten – für die Laue-Aufnahmen waren noch geschnittene Filme vorhanden – und zwei Löcher für den Kollimator und Endstück (mit Absorber) eingestanz, in die Kamera eingesetzt und diese lichtdicht mit der Abdeckung verschlossen. Für die Laue-Aufnahme mußte nur ein Loch für die Halterungsschraube eingestanzt werden und der Film in die Halterung eingesetzt werden, wobei die Halterung ebenfalls eine lichtdichte Abdeckung beinhaltete.

Sind die Filme eingesetzt, konnte bei Normallicht eine Debye-Scherrer-Kamera und die Halterung für Laue-Aufnahme an die Röntgenröhre montiert werden. Die Debye-Scherrer-Kamera wurde direkt an die Austrittsöffnung der Röntgenröhre herangeschoben – an dieser Öffnung waren auch verschiedene Filter angebracht, wobei der benötigte Nickelfilter über ein Drehrad ausgewählt werden konnte.

Die Laue-Halterung wurde auf der anderen Seite zwischen Röntgenröhre und Saphir-Kristall-

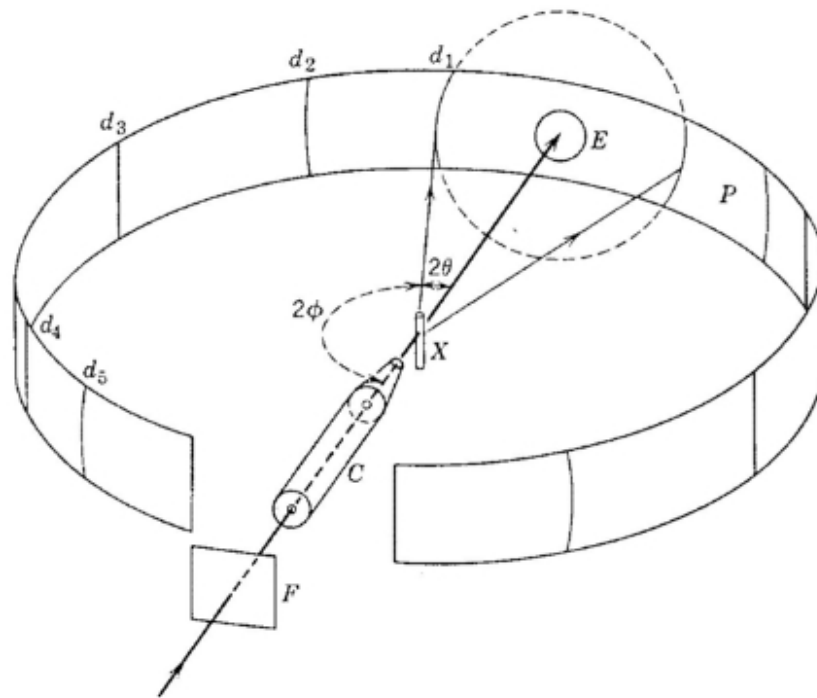


Abbildung 7: Geometrie der Debye-Scherrer-Technik

(F: Filter, C: Kollimator, X: Probe, P: Film, E: Filmöffnung, d: Debye-Scherrer-Ringe, θ : Beugungswinkel, ϕ : Komplementwinkel) (Bickmann (2004) nach Klug und Alexander (1974))

halterung angebracht. Der Kristall wurde in einem Abstand von 3 cm vom Film planparallel zu diesem ausgerichtet, ein Filter für die Röntgenstrahlung wird nicht benötigt.

Bei der Montage war darauf zu achten, dass ein Stiftkontakt der Kamera bzw. der Laue-Halterung die Kontakte an der Röntgenröhre berühren, da andernfalls die Röntgenröhre nicht aktiviert werden kann. Zusätzliche Schutzmaßnahme waren die Abschirmungstüren, die für eine Aktivierung der Röhre geschlossen werden mußten.

Insgesamt wurden zwei Durchläufe gemacht, jeweils mit einer Debye-Scherrer-Kamera und einer Laue-Aufnahme (mit zwei unterschiedlich geschnittenen Saphir-Kristallen). Die erste Belichtung wurde ca. 40 min durchgeführt, für den zweiten Durchlauf wurde eine Belichtungszeit von ca. 90 min verwendet. Bei beiden Durchläufen wurde die Röntgenröhre bei 30 kV und 20 mA betrieben.

Nach der Belichtung wurden die Filme unter Rotlicht entwickelt. Dabei verblieben die Filme nur kurz im Entwickler, bis die ersten Strukturen zu erkennen waren, anschließend kurz gewässert, um den Entwickler abzuspülen, und nachfolgend für ca. 5 min in den Fixierer gehängt. Zum Abschluß wurden sie unter fließendem Wasser abgespült und zum Trocknen aufgehängt.

Die Debye-Scherrer-Aufnahmen wurden, nachdem die Filme trocken waren, auf einem Lichttisch befestigt und mit einem Koinzidenzmaßstab ($\Delta x = 0,01$ mm) die Position der zu den Glanzwinkeln θ_i gehörigen Linien ausgemessen.

4 Auswertung

4.1 Auswertung Debye-Scherrer-Aufnahmen

In den Tabellen 1 und 2 sind die ausgemessenen Werte und die berechneten Öffnungswinkel aufgeführt. Aus dem Durchmesser d der Ringe lässt sich dabei einfach der Winkel 4θ bestimmen (vgl. Abbildung 6), da der innere Kameraumfang 180 mm beträgt und somit 1 mm Film 2° entspricht. Die Reflexe, die mit einem L gekennzeichnet sind, sind diejenigen, die auf der Kollimatorseite bestimmt wurden, so dass über den Ringdurchmesser gerade der Komplementwinkel 4ϕ bestimmt wird und es gilt: $4\theta = 360^\circ - 4\phi$.

i	Reflex	x_1 [mm]	x_2 [mm]	d [mm]	4θ [°]	θ [°]
1	R1	152,58	192,07	39,49	78,98	19,75
2	R2	149,52	195,21	45,69	91,38	22,85
3	R3	139,48	205,22	65,74	131,48	32,87
4	R4	133,10	211,71	78,61	157,22	39,31
5	L1	70,94	93,90	22,96	314,08	78,52
6	L2	60,40	104,54	44,14	271,72	67,93
7	L3	50,38	114,49	64,11	231,78	57,95
8	L4	48,32	116,56	68,24	223,52	55,88

Tabelle 1: Messwerte und bestimmte Winkel der 1. Probe

i	Reflex	x_1 [mm]	x_2 [mm]	d [mm]	4θ [°]	θ [°]
1	R1	156,98	198,56	41,58	83,16	20,79
2	R2	148,00	207,50	59,50	119,00	29,75
3	R3	140,56	214,85	74,29	148,58	37,15
4	L1	74,63	100,86	26,23	307,54	76,89
5	L2	63,39	111,73	48,34	263,32	65,83
6	L3	55,40	119,76	64,36	231,28	57,82

Tabelle 2: Messwerte und bestimmte Winkel der 2. Probe

Um die Gitterkonstante nach Gleichung (2.7) zu bestimmen, wurde, beginnend bei niedrigen Miller'schen Indizes (h, k, l) diese so gewählt, dass

$$\frac{m_i}{\sin^2(\theta_i)} = \text{const.} \quad (4.1)$$

gilt („trial and error“-Verfahren). Dieses Verfahren lässt sich begründen durch Quadrieren und Umstellung von Gleichung (2.7) nach

$$\left(\frac{2a}{\lambda}\right)^2 = \frac{(nh)^2 + (nk)^2 + (nl)^2}{\sin^2(\theta)} = \frac{m}{\sin^2(\theta_i)} = \text{const.} \quad (4.2)$$

i	$\sin^2(\theta)$	hkl	m_i	$\frac{m}{\sin^2(\theta)}$	$\cos^2(\theta)$	a [nm]
1	0,11413	1 1 1	3	26,285	0,88587	0,39523
2	0,15073	2 0 0	4	26,538	0,84927	0,39713
3	0,29456	2 2 0	8	27,159	0,70544	0,40175
4	0,40126	3 1 1	11	27,414	0,59874	0,40363
5	0,96039	4 3 1	26	27,072	0,03961	0,40111
6	0,85882	4 2 2	24	27,945	0,14118	0,40752
7	0,71832	4 2 0	20	27,843	0,28168	0,40677
8	0,68536	3 3 1	19	27,723	0,31464	0,40590

Tabelle 3: Bestimmte Werte für die 1. Probe

i	$\sin^2(\theta)$	hkl	m_i	$\frac{m}{\sin^2(\theta)}$	$\cos^2(\theta)$	a [nm]
1	0,12599	1 1 0	2	15,875	0,87401	0,30715
2	0,24623	2 0 0	4	16,245	0,75377	0,31071
3	0,36462	2 1 1	6	16,456	0,63538	0,31272
4	0,94851	4 0 0	16	16,868	0,05149	0,31662
5	0,83235	3 2 1	14	16,820	0,16765	0,31616
6	0,71636	3 2 2	12	16,751	0,28364	0,31552

Tabelle 4: Bestimmte Werte für 2. Probe

mit $m \in \mathbb{N}$ und da a sowie λ konstant sind. Sind die entsprechenden Miller'schen Indizes gefunden, konnte über Gleichung (2.7) mit der Wellenlänge der Kupfer-Röntgenröhre $\lambda_{K\alpha} = 0,15418 \text{ nm}$ die Gitterkonstante bestimmt werden. Die bestimmten Werte sind in den Tabellen 3 und 4 aufgeführt.

Aus der Messungenauigkeit für den Durchmesser ($\Delta x = 0,01 \text{ mm} \Rightarrow \Delta \theta = 0,02^\circ$) und Anwendung der Gauß'sche Fehlerfortpflanzung auf Gleichung (2.7) lässt sich der Fehler für die Gitterkonstante abschätzen mittels

$$\Delta a = a \cot(\theta) \Delta \theta \quad (4.3)$$

Als erste Abschätzung für die Gitterkonstanten der beiden Proben erhält man über gewichtete Mittelwertbildung:

Probe 1:	$\bar{a}_1 = (0,39990 \pm 0,00006) \text{ nm}$
Probe 2:	$\bar{a}_2 = (0,31076 \pm 0,00004) \text{ nm}$

Tabelle 5: Bestimmte mittlere Gitterkonstanten

Bekannt ist, dass eine Probe aus Molybdän, die andere aus Silber besteht. Vergleich mit den in der Literatur angegebenen Gitterkonstanten von $a_{Mo} = 0,3147 \text{ nm}$ (WebElements.com, 2009)

und $a_{Ag} = 0,407724$ nm (Becherer und Ifland, 1954) zeigt, das die erste Probe aus Silber und die zweite aus Molybdän bestand – die Abweichungen vom Literaturwert betragen jeweils unter 2 % und beide Gitterkonstanten sind zu niedrig bestimmt.

Um die stark winkelabhängigen systematischen Fehler beim Debye-Scherrer-Verfahren zu berücksichtigen wurde dann die „verfeinerte“ Gitterkonstante bestimmt. Der durch Filmschrumpfung und Radiusfehler der Kamera hervorgerufene Fehler läßt sich über logarithmisches Differenzieren von Gleichung (2.7) abschätzen über

$$\frac{\Delta a}{a} = -\cot \theta \cdot \Delta \theta. \quad (4.4)$$

Dieser Fehler wird für große Beugungswinkel ($\theta \rightarrow 90^\circ$) klein, da $\Delta a/a \rightarrow 0$. Stimmen Filmachse und Probendrehachse nicht überein (Fehljustierung der Probe), so ist dieser Fehler ebenfalls stark winkelabhängig und läßt sich abschätzen über

$$\frac{\Delta a}{a} \approx \cos^2(\theta). \quad (4.5)$$

Zusätzlich verschiebt eine starke Eigenabsorption in der Probe die Schwerpunkte der Linien, der hierdurch entstehende Fehler läßt sich ebenfalls über Gleichung (4.5) abschätzen. Die beiden zuletzt genannten Effekte dominieren den Fehler und lassen sich durch Auftragen von a über $\cos^2(\theta)$ und Extrapolation der Gitterkonstanten gegen $\cos^2(\theta) \rightarrow 0$ korrigieren und man erhält die sogenannte „verfeinerte“ Gitterkonstante.

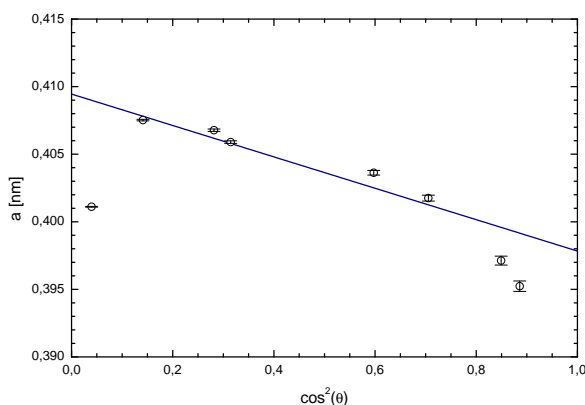


Abbildung 8: Probe 1

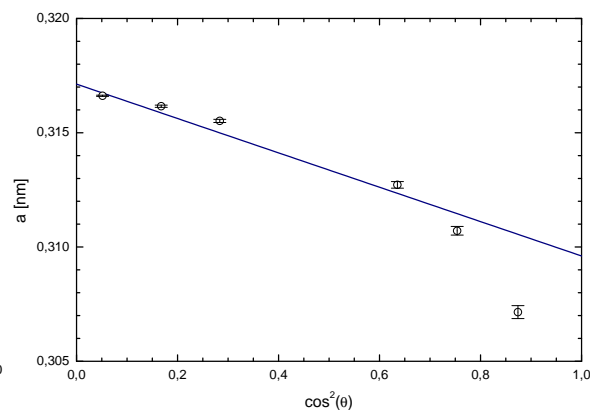


Abbildung 9: Probe 2

In Abbildung 8 und 9 sind für beide Proben a über $\cos^2(\theta)$ aufgetragen und mit einem linearen Modell unter Berücksichtigung des Fehlers nach Gleichung (4.3) angefitet worden. Die erhaltenen Werte sind in den Tabellen 6 und 7 aufgeführt. Dabei wurde bei der ersten Probe der Wert $i = 5$ (vgl. Tabelle 3) für das lineare Modell nicht berücksichtigt, da dieser, wie in Abbildung 8 ersichtlich, zu stark von der Tendenz der anderen Werten abweicht und eine fehlerhafte Bestimmung des Durchmessers sehr wahrscheinlich ist – der hierzu gehörende Ring auf der Aufnahme war sehr breit, wodurch der Fehler in der Durchmesserbestimmung erklärbar ist.

Die „verfeinerte“ Gitterkonstante ist dann jeweils der Parameter a im Fit-Modell und man erhält:

Fit-Modell: $y = a + bx$	
a	$(0,4095 \pm 0,0005) \text{ nm}$
b	$(-0,0116 \pm 0,0017) \text{ nm}$
kor. R^2	88,0 %

Tabelle 6: Probe 1

Fit-Modell: $y = a + bx$	
a	$(0,31713 \pm 0,00023) \text{ nm}$
b	$(-0,0075 \pm 0,0013) \text{ nm}$
kor. R^2	87,4 %

Tabelle 7: Probe 2

Probe 1:	$a_{Ag} = (0,4095 \pm 0,0005) \text{ nm}$
Probe 2:	$a_{Mo} = (0,31713 \pm 0,00023) \text{ nm}$

Tabelle 8: Bestimmte „verfeinerte“ Gitterkonstanten

Die so erhaltenen Gitterkonstanten weichen nur um 0,4 % bei Silber und um 0,8 % bei Molybdän ab – also wesentlich genauer als oben über die erste Abschätzung – aber beide Gitterkonstanten sind nun größer als die Literaturwerte.

Fehler, die diese Abweichung erklären können, sind vermutlich dominiert von systematischen Anteilen. Die Kreisstücke auf den Aufnahmen sind teilweise, im Verhältnis zur Genauigkeit der Längenmessung mit dem Koinzidenzmaßstab, sehr breit – teilweise auch auf der linken und rechten Seite uneinheitlich. Hier wurden jeweils die äußeren Ränder der Kreisstücke für die Durchmesserbestimmung verwendet. Ein zusätzliche systematische Fehler kann dadurch auftreten, dass ggf. die Kreisstücke nicht an ihrer breitesten Stelle gemessen wurden.

4.2 Laue-Aufnahmen

Für die Laue-Aufnahmen wurden zwei Saphir-Kristalle (Al_2O_3), die in unterschiedlichen Ebenen geschnitten waren, verwendet. Das Kristallsystem von Saphir (Korund) ist rhomboedrisch (trigonal) – siehe auch Abbildung 10(a) –, die Kristallklasse ditrigonal-skalenoedrisch ($\bar{3}2/m$) – das heißt, es gibt eine 3-zählige Drehinversionsachse sowie eine 2-zählige Drehachse und einer Spiegelebene senkrecht zur Drehachse – siehe auch Abbildung 10 (b) (Wikipedia, 2009a,b).

Die erste Aufnahme (a -plane) ist kaum zu erkennen – diese war zu lange im Entwickler und ist sehr dunkel geworden, so dass die Reflexe sich kaum vom Hintergrund abheben. Erkennen kann man aber an den wenigen zu erkennen Punkten eine zweizählige Symmetrie – d. h. die Reflexfolge und -intensitäten wiederholen sich nach einer Drehung um 180° . Anhand von Abbildung 10 (b) und (c) erkennt man, das in der a -Ebene nur eine Symmetrie bei einer vollen Drehung oder bei Drehung um 180° mit anschließender Spiegelung an einer Spiegelebene, die senkrecht auf der Drehebene steht, möglich ist, wodurch eine zweizählige Symmetrie entsteht. Bei der zweiten Aufnahme (r -plane), die wesentlich besser gelungen ist, sind viele deutliche Reflexfolgen zu erkennen, die jeweils bei Drehung um 180° in sich selbst übergehen. Auch hier ist eine zweizählige Symmetrie zu erkennen, die anhand von Abbildung 10 (b) und (d) erklärbar ist. Bei einer Drehung um 180° kann dabei eine Symmetrie erreicht werden, wenn nach der Drehung eine Spiegelung an einer Ebene durchgeführt wird, die Senkrecht auf der r -Ebene steht.

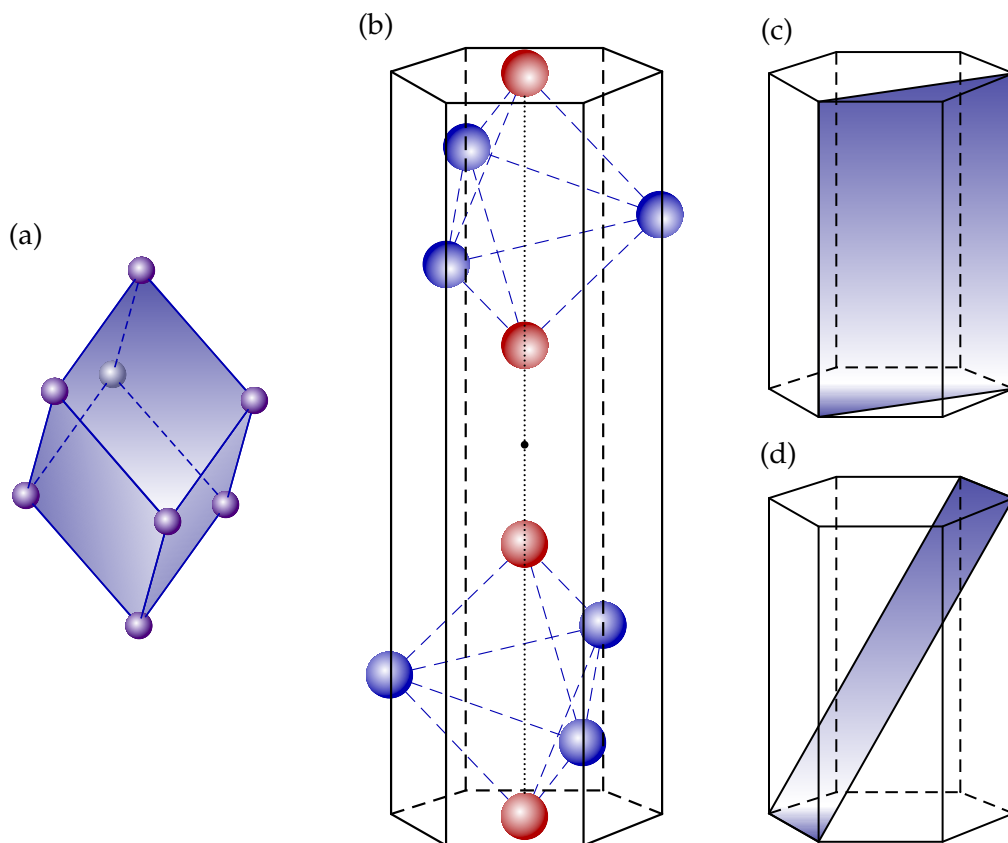


Abbildung 10: (a) Rhomboedrisches (trigonales) Gitter. (b) Saphir-Gitter (Rhomboedrische Zentrierung bei Korund), rot dargestellt sind die Aluminium-, blau die Sauerstoffatome. (c) a-Plane des Saphirkristalls. (d) r-plane des Saphirkristalls.

5 Fazit

Der Versuch zeigt, dass auch mit dem verhältnismäßig einfachen Debye-Scherrer-Verfahren die Gitterkonstante von Kristallen präzise bestimmt werden kann. Trotz der einfachen Technik mittels Ausmessen der Kreisstücke auf der Photoaufnahme weichen die bestimmten Gitterkonstanten nur geringfügig von den Literaturwerten ab. Für Silber konnten wir eine Gitterkonstante von $a_{Ag} = (0,4095 \pm 0,0005)$ nm bestimmen, für Molybdän eine von $a_{Mo} = (0,31713 \pm 0,00023)$ nm, und weichen nur um 0,4 % respektive 0,8 % von den Literaturwerten ab.

Symmetrieeigenschaften von Saphir-Kristallen konnte mittels Laue-Aufnahmen bestätigt werden – die theoretisch erwarteten Symmetrien auf den Aufnahmen konnten beobachtet und zugeordnet werden.

Literatur

Gerhard Becherer und Rudolf Ifland. Über eine Präzisionsbestimmung der Gitterkonstanten von Silber nach dem Rückstrahlverfahren. *Naturwissenschaften*, 41(20):471, Jan 1954. DOI: 10.1007/BF00628793.

Ingrid Bickmann. Versuch 502: Kristalluntersuchungen mit Hilfe von Debye-Scherrer-Aufnahmen, Feb. 2004. Physikalisches Praktikum für Fortgeschrittene an der Ruhr-Universität Bochum, Versuchsanleitung.

Rudolf Gross und Achim Marx. Festkörperphysik. Vorlesungsskript zur Vorlesung im WS 2004/2005, Walther-Meissner-Institut. Lehrstuhl für Technische Physik. Garching., 2004.

H. P. Klug und L. E. Alexander. *X-ray Diffraction Procedures*. John Wiley & Sons New York, 2. Auflage, 1974. ISBN 0471493694.

WebElements.com. Molybdenum: crystal structure. [www.webelements.com](http://www.webelements.com/molybdenum/crystal_structure.html), 2009. URL http://www.webelements.com/molybdenum/crystal_structure.html. [Online; Zugriff 21.05.09].

Wikipedia. Saphir — Wikipedia, Die freie Enzyklopädie, 2009a. URL <http://de.wikipedia.org/w/index.php?title=Saphir&oldid=55673886>. [Online; Stand 30. Mai 2009].

Wikipedia. Trigonales Kristallsystem — Wikipedia, Die freie Enzyklopädie, 2009b. URL http://de.wikipedia.org/w/index.php?title=Trigonales_Kristallsystem&oldid=56850642. [Online; Stand 30. Mai 2009].

Liste der Versionen

Version	Datum	Bearbeiter	Bemerkung
0.9	20.05.2009	Kat/Krä	Versuchsdurchführung
1.0	30.05.2009	Kat/Krä	Versuchsauswertung
1.1	07.08.2009	Krä	Korrekturen