Praktikum Materialwissenschaft – Röntgendiffraktrometrie mit der Debye-Scherrer-Kamera

André Schwöbel 1234567,
Max Fries 1234567,
Jörg Schließer 1407149,
Tobias Brink 1400670
(Gruppe 17)
e-Mail: m.fries@stud.tu-darmstadt.de

Betreuer: Lars Giebeler

15. Januar 2007

Inhaltsverzeichnis

1 Einleitung

Ziel des Versuches ist es mit Hilfe von Röntgendiffraktrometrie die Zentrierung sowie die Gitterkonstante eines uns unbekannten Stoffes zu bestimmen und dadurch auf die Beschaffenheit des Stoffes zu schließen.

1.1 Aufbau und Versuchsdurchführung

Um die Gitterkonstante mit Hilfe der Debye-Scherrer-Kamera zu bestimmen, befüllen wir eine Glaskapilare mit einem feinen Metallpulver. Die Kapilare beeinflusst die Messung nicht, da Glas ein amorpher Stoff ist und somit die Röntgenstrahlung nicht beugt. Die Glaskapilare wird nun am Deckel der Kamera mittig befestigt. Im Anschluss zentrieren wir die Kamera, so dass der Röntgenstrahl mittig auf unsere Probe trifft. Durch Beugung am Kristallgitter ensteht ein Beugungsbild an der Rückseite der Kamera, welches mit einem Röntgenfilm aufgezeichnet wird. Dieser Film wird in der Dunkelkammer in die Kamera eingesetzt. Anschließend wird die Messung gestartet.

2 Auswertung

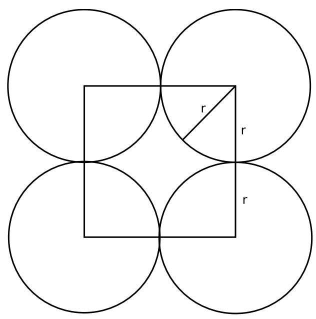
2.1 Bestimmung der Packungsdichte

Im folgenden wird die Packungsdichte p des kubisch primitiven, kubisch raumzentrierten und kubisch flächenzentrierten Gitters unter der Annahme, dass die Atome gleichartige, harte, aneinanderstoßende Kugeln sind, bestimmt. r ist der Radius der Atome des Stoffes.

2.1.1 Kubisch primitives Gitter

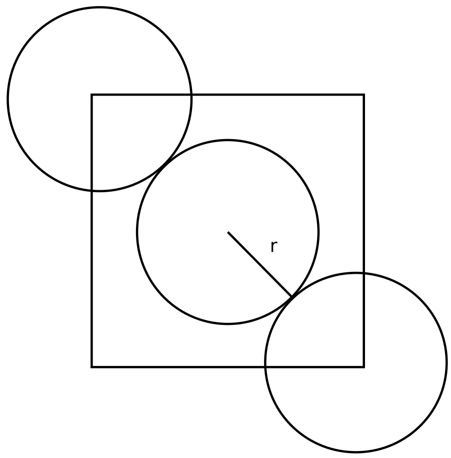
$$
\begin{aligned}
p &= \frac{V_{Atom}}{V_{Zelle}} \\
V_{Atom} &= \frac{4}{3}\pi r^3 \\
V_{Zelle} &= (2r)^3 = 8r^3 \\
p &= \frac{1}{6}\pi \approx 0,52
\end{aligned}
$$

Elementarzelle mit Atomen:



2.1.2 Kubisch raumzentriertes Gitter

Elementarzelle mit Atomen, Diagonale ist Raumdiagonale:



Die Zelle besitzt hier 2 Atome:

$$p = \frac{2V_{Atom}}{V_{Zelle}}$$

Herleitung über die Raumdiagonale der Elementarzelle:

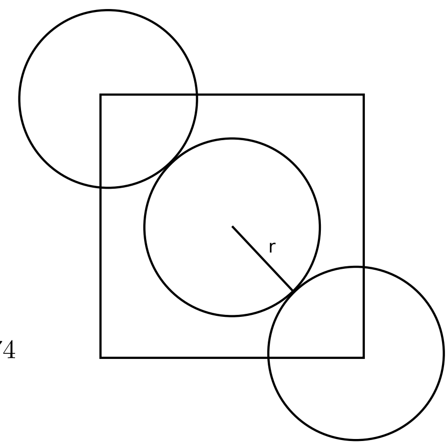
$$d = a\sqrt{3} = 4r$$

$$V_{Zelle} = a^3 = (\frac{4r}{\sqrt{3}})^3 = \frac{64r^3}{3\sqrt{3}}$$

$$p = \frac{8\pi r^3}{3} \cdot \frac{3\sqrt{3}}{64r^3} = \frac{1}{8}\pi\sqrt{3} \approx 0.68$$

2.1.3 Kubisch flächenzentriertes Gitter

Elementarzelle mit Atomen, Diagonale ist Flächendiagonale:



Die Zelle besitzt hier 4 Atome:

$$p = \frac{4V_{Atom}}{V_{Zelle}}$$

Herleitung über die Flächendiagonale der Elementarzelle:

$$d = a\sqrt{2} = 4r$$

$$V_{Zelle} = a^3 = (\frac{4r}{\sqrt{2}})^2 = \frac{64r^3}{2\sqrt{2}}$$

$$p = \frac{16\pi\sqrt{2}}{3} \cdot \frac{2\sqrt{2}}{64\pi r^3} = \frac{1}{6}\pi\sqrt{2} \approx 0,74$$

Weißsche Indices	$h^2 + k^2 + l^2$	**kp**	**krz**	**kfz**
100	1	ja	nein	nein
110	2	ja	ja	nein
111	3	ja	nein	ja
200	4	ja	ja	ja
210	5	ja	nein	nein
211	6	ja	ja	nein
220	8	ja	ja	ja
221/300	9	ja	nein	nein
310	10	ja	ja	nein
311	11	ja	nein	ja
222	12	ja	ja	ja
320	13	ja	nein	nein
321	14	ja	ja	nein
400	16	ja	ja	ja
410/322	17	ja	nein	nein
411/330	18	ja	ja	nein
331	19	ja	nein	ja

Tabelle 1: Weißsche Indices und erwartete Linien für verschiedene Gittertypen

2.2 Bestimmung der Gitterkonstante a

Zur Bestimmung der Gitterkonstante verwenden wir die von uns gemessen Strecken S. Mit Hilfe der Tabelle 1, Seite 4 errechnen wir daraus die Gitterkonstante a.

2.2.1 Benutzte Formeln:

Berechnung von θ:

$$\theta = \frac{S}{4R}$$

Da der Radius der Kamera geschickt gewählt ist ($R = 28.56\,mm$) gilt:

$$2S = \theta$$

Berechnung des Netzebenabstandes d_{hkl}:

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

da in unserem Fall $n = 1$

$$\lambda = 2d_{hkl}\sin\theta$$
$$d_{hkl} = \frac{\lambda}{2\sin\theta}$$

Berechnung der Gitterkonstante a mit Hilfe der Braggschen Gleichung:

$$\sin^2\theta = \frac{\lambda^2}{4a^2}\cdot(h^2+k^2+l^2)$$
$$a = \sqrt{\frac{\lambda^2}{4\sin^2\theta}\cdot(h^2+k^2+l^2)}$$

$\frac{S}{mm}$	$\frac{\theta}{grad}$	$\sin^2(\theta)$	$\frac{d_{hkl}}{\mathring{A}}$	$\frac{\theta}{rad}$	$\frac{a_{kp}}{\mathring{A}}$	$\frac{a_{krz}}{\mathring{A}}$	$\frac{a_{kfz}}{\mathring{A}}$
21	42	0.1284	2.1511	0.3665	2.1511	3.0421	3.7258
30	60	0.25	1.5417	0.5235	2.1804	3.0835	3.0835
37.5	75	0.3705	1.2663	0.6544	2.1933	3.1018	3.5817
44.5	89	0.4912	1.0998	0.7766	2.1996	3.1108	3.6477
51.5	103	0.6124	0.9850	0.8988	2.4128	3.1149	3.4122
59	118	0.7347	0.8993	1.0297	2.5437	3.1154	3.5973
67	134	0.8473	0.8374	1.169	2.5123	3.1335	3.6504
				Mittelwert	**2.3134**	**3.1003**	**3.5284**
				Stdabw	*0.1702*	*0.0298*	*0.2187*

Tabelle 2: Messung 1

$\frac{S}{mm}$	$\frac{\theta}{grad}$	$\sin^2(\theta)$	$\frac{d_{hkl}}{\mathring{A}}$	$\frac{\theta}{rad}$	$\frac{a_{kp}}{\mathring{A}}$	$\frac{a_{krz}}{\mathring{A}}$	$\frac{a_{kfz}}{\mathring{A}}$
22	44	0.1403	2.0578	0.3839	2.0578	2.9102	3.5643
31	62	0.2652	1.4967	0.5410	2.1167	2.9935	2.9935
38.5	77	0.3875	1.2383	0.6719	2.1448	3.0333	3.5025
45.5	91	0.5087	1.0808	0.7941	2.1616	3.0569	3.5846
52.5	105	0.6294	0.9716	0.9162	2.1727	3.0727	3.3660
60	120	0.75	0.8901	1.0472	2.1804	3.0835	3.5605
68	136	0.8596	0.8314	1.1868	2.3516	3.1109	3.6241
				Mittelwert	**2.1694**	**3.0373**	**3.4565**
				Standardabweichung	*0.0905*	*0.0624*	*0.2204*

Tabelle 3: Messung 2

2.3 Zentrierung des Metalls

Zur Bestimmung der Zentrierung des Metalls vergleichen wir den Fehler. Die Fehler bei der richtigen Zentrierung sind nur noch Messfehler, wogegen bei den beiden falschen Zentrierungen Fehler durch fehlende Linien aufzeigen. Der kubisch raumzentrierte Kristall weist die geringste Standardabweichung der 3 Kristallstrukturtypen auf. Wir machen uns hierbei zu Nutze, dass nicht alle Netzebenenschaaren bei kubisch-raumzentrierten und kubisch-flächenzentrierten Kristalltypen spiegeln. Am kubisch primitiven Gitter spiegelt jede Netzebenschar, der Wert ist jedoch auch hier fehlerbehaftet, da die 7. Linie nicht im gleichen Abstand von der 6. Linie liegt, wie die vorherigen Linien voneinander liegen, weil $h^2+k^2+l^2$ nie den Wert 7 annehmen kann. Den zu untersuchenden Kristalltyp können wir somit der Gruppe der kubisch raumzentrierten Kristaltypen zuweisen. Siehe Tabellen 2 und 3 auf Seite 5.

2.4 Bestimmung des Elements

Bei den beiden Messungen erhielten wir einen Mittelwert von $a = 3.0688\,\AA$. Nach einem Vergleich mit der Literatur[1] folgern wir, dass es sich um Molybdän handelt, da dieses eine Gitterkonstante von $a_L = 3.15\,\AA$ hat und kubisch raumzentriert ist.

2.5 Fehlerrechnung

Die gesuchte Ableitung $\frac{\delta a}{\delta S}$ ergibt sich durch :

$$\frac{\Delta a}{a} = \left|\frac{1}{a}\left(\frac{\delta a}{\delta S}\right)\right| \cdot \Delta S \tag{1}$$

$$\frac{\delta a}{\delta S} = \frac{\delta\theta}{\delta S}\cdot\frac{\delta a}{\delta\theta} \tag{2}$$

Für $\frac{\delta a}{\delta\theta}$:

$$\tag{3}$$

$$\sin^2\theta = \frac{\lambda^2}{4a^2}\cdot(h^2+k^2+l^2) \tag{4}$$

$$a = \frac{\lambda}{2\sin\theta}\cdot\sqrt{h^2+k^2+l^2} \tag{5}$$

$$\text{folglich: } \frac{\delta a}{\delta\theta} = \frac{\lambda}{2}\sqrt{h^2+k^2+l^2}\cdot\left(-\frac{\cos\theta}{\sin^2\theta}\right) \tag{6}$$

Für $\frac{\delta\theta}{\delta S}$:

$$\frac{s}{2\pi r} = \frac{4\theta}{\pi} \tag{7}$$

$$\theta = \frac{S}{4r} \tag{8}$$

$$\text{folglich: } \frac{\delta\theta}{\delta S} = \frac{1}{4r} \tag{9}$$

Daraus folgt:

$$\frac{\delta a}{\delta S} = \frac{1}{4r}\cdot\frac{\lambda}{2}\cdot\sqrt{h^2+k^2+l^2}\cdot\left(-\frac{\cos\theta}{\sin^2\theta}\right) \tag{10}$$

$$\text{aus (8) und (10): } \frac{\delta a}{\delta S} = \frac{1}{4r}\cdot\frac{\lambda}{2}\cdot\sqrt{h^2+k^2+l^2}\cdot\left(-\frac{\cos\frac{S}{4r}}{\sin^2\frac{S}{4r}}\right) \tag{11}$$

$$\text{aus (1): } \frac{\Delta a}{a} = \frac{1}{4r}\cdot\left|\cot\left(\frac{S}{4r}\right)\right|\cdot\Delta S \tag{12}$$

[1] Quelle: Mortimer

Wir nehmen für ΔS einen Wert von $1\,mm$ an und setzen ein.

$$\frac{\Delta a}{a} = \frac{1}{0.11424\,m} \cdot \left|\cot\left(\frac{S}{0.11424\,m}\right)\right| \cdot 0.001\,m \tag{13}$$

	Messung 1	Messung 2
1	0.0471	0.0449
2	0.0326	0.0315
3	0.0257	0.0250
4	0.0213	0.0208
5	0.0181	0.0177
6	0.0154	0.0151
7	0.0132	0.0129
Mittelwert	0.0248	0,0240

Tabelle 4: Relativer Fehler für a

2.5.1 Atomradius r

$$\begin{aligned} d &= Raumdiagonale \\ d &= a\sqrt{3} \\ 4r &= a\sqrt{3} \\ r &= \frac{a\sqrt{3}}{4} \\ r &\approx 1,364\text{Å} \end{aligned}$$

2.5.2 Dichte ρ

$$\begin{aligned} \rho &= \frac{m}{V} \\ V &= a^3 \\ m &= n \cdot M \\ m &= \frac{2Atome}{6 \cdot 10^{23}\frac{Atome}{mol}} \cdot 95.94\frac{g}{mol} \\ &= 3.198 \cdot 10^{-22} g \end{aligned}$$

$$\rho = \frac{3.198 \cdot 10^{-22}\,g}{(3.06883 \cdot 10^{-8}\,cm)^3} \approx 11.07\frac{g}{cm^3}$$