Praktikum Materialwissenschaften I

Röntgendiffraktometrie mit der Debye-Scherrer-Kamera

Protokoll Gruppe 19

Arno Fey

Martin Hottes

Peter Bleith

01.12.2005

Einführung

Ein Metallpulver wird in der Debye-Scherrer-Kamera durch Röntgenbeugung untersucht. Dabei wird die Zentrierung und die Gitterkonstante des Metalls bestimmt. Mit Hilfe dieser Werte und Literaturwerten zum Vergleich kann auf das vorliegende Metall geschlossen werden.

Versuchsdurchführung

Ein unbekanntes Metallpulver wird fein gemörsert und in eine Kapillare eingefüllt. Die Kapillare wird verschlossen und in der Debye-Scherrer-Kamera zentral montiert, sodass sich die Probe bei der Rotation stets im Röntgenstrahl befindet. Die Rotation ist notwendig, damit das Ergebnis nicht durch eine zufällig gleiche Orientierung des Metalls verfälscht wird. Die monochromatischen Röntgenstrahlen, die an dem Metallgitter der Probe gebeugt werden, werden mit Hilfe eines an der Kamerawand befindlichen Films detektiert. Nach der Entwicklung sieht man Ausschnitte der Beugungskegel.

Versuchsauswertung

1. Berechnung der Packungsdichten der 3 kubischen Gitter

a. Kubisch Primitiv (cp)

Anzahl der Atome in der Elementarzelle: 8/8 = 1
Atomradius: r=a/2
Packungsdichte = VAtome in der Elementarzelle / VElementarzelle

$$\rho_{Packung} = \frac{\frac{4}{3}\pi\left(\frac{a}{2}\right)^3}{a^3} = \frac{\pi}{6} \approx 0{,}52$$

b. Kubisch raumzentriert (bcc)

Anzahl der Atome in der Elementarzelle: 8/8 +1 = 2

Atomradius: $r = \frac{Raumdiagonale}{4} = \frac{a}{4}\sqrt{3}$

Packungsdichte = VAtome in der Elementarzelle / VElementarzelle

$$\rho_{Packung} = 2 \cdot \frac{\frac{4}{3}\pi\left(\frac{a}{4}\sqrt{3}\right)^3}{a^3} = \frac{2\pi\sqrt{3}}{16} \approx 0{,}68$$

c. Kubisch flächenzentriert (fcc)

Anzahl der Atome in der Elementarzelle: 8/8 + 6/2 = 4

Atomradius: $r = \frac{Flächendiagonale}{4} = \frac{\sqrt{2}}{4}a$

Packungsdichte = VAtome in der Elementarzelle / VElementarzelle

$$\rho_{Packung} = 4 \cdot \frac{\frac{4}{3}\pi\left(\frac{a \cdot \sqrt{2}}{4}\right)^3}{a^3} = \frac{\pi \cdot \sqrt{2}}{6} \approx 0{,}74$$

2. Bestimmung der Zentrierung aus dem Beugungsbild der Probe

Nr.	(hkl)	$h^2+k^2+l^2$	cp	bcc	fcc
1	(100)	1	√	X	X
2	(110)	2	√	√	X
3	(111)	3	√	X	√
4	(200)	4	√	√	√
5	(210)	5	√	X	X
6	(211)	6	√	√	X
7	-	-	X	X	X
8	(220)	8	√	√	√

Aus dieser Aufstellung erkennt man, dass bei einem cp-Gitter die Abstände bis zum 7. Ring konstant sind; in einem bcc-Gitter die Abstände aller Ringe konstant sind und in einem fcc-Gitter keine Regelmäßigkeit erkennbar ist.

Alle Ringe der untersuchten Probe sind in einem konstanten Abstand. Es handelt sich um ein bcc-Gitter.

3. Bestimmung der Gitterkonstanten des Materials

Nr.	(hkl)	$h^2+k^2+l^2$	S / mm	θ / Grad	$\sin^2 \theta$	d_{hkl} / Å	a / Å	rel. Fehler von a
1	(110)	2	41	20,05	0,11759	2,25	3,18	0,0233
2	(200)	4	58	28,37	0,22577	1,62	3,24	0,0157
3	(211)	6	73	35,71	0,34063	1,32	3,24	0,0118
4	(220)	8	87	42,55	0,45737	1,14	3,22	0,0092
5	(310)	10	101	49,40	0,57653	1,02	3,21	0,0072
6	(222)	12	116	56,74	0,69920	0,92	3,19	0,0055
7	(321)	14	132	64,57	0,81554	0,85	3,19	0,0039

(*) Die angegeben S(*)-Werte sind die von der Kopie abgelesenen Werte.
92 mm (abgelesen von der Kopie) entsprechen 90 mm (abgelesen vom ursprünglichen Film) ⇒ 1 mm entspricht 2*(90/92)°

Fehlerrechnung für a:

$$\frac{\Delta a}{a} = \left|\frac{1}{a}\cdot\left(\frac{\partial a}{\partial S}\right)\right|\cdot\Delta S = \left|\frac{2\cdot\sin\left(\frac{S}{4R}\right)}{\lambda\cdot\sqrt{h^2+k^2+l^2}}\cdot\left(-\frac{\lambda\cdot\sqrt{h^2+k^2+l^2}}{2}\,\frac{1}{4R}\cdot\frac{\cos\left(\frac{S}{4R}\right)}{\sin^2\left[\frac{S}{4R}\right]}\right)\right|\cdot\Delta S$$

$$\frac{\Delta a}{a} = \frac{1}{4R}\cdot\left|\cot\left(\frac{S}{4R}\right)\right|\cdot\Delta S$$

Als Ablesefehler wird ΔS = 1 mm angenommen.

4. Bestimmung des Metalls aus Literaturwerten

<a>= 3,21 Å ==> Wolfram (Literaturwert: 3.16 Å, kubisch innenzentriertes Gitter)

Quelle:
http://www.tf.uni-kiel.de/matwis/amat/mw1_ge/kap_2/basics/6_ng_chrom.html

5. Berechnung des Atomradius und der Dichte

$$r = \frac{a}{4}\sqrt{3} = \frac{3{,}16\text{Å}}{4}\sqrt{3} = 1{,}37\text{Å}$$

$$\rho = \frac{2 \cdot 183{,}85}{6{,}022 \cdot 10^{23}} \cdot \frac{1}{\left(3{,}16 \cdot 10^{-8}\right)^{3}} \frac{g}{cm^3} = 19{,}35 \frac{\mathrm{g}}{\mathrm{cm}^3}$$

Bei der untersuchten Probe handelt es sich um Wolfram mit dem Atomradius von 1,37 Å und einer Dichte von 19,35 g * cm^{-3}.