Gruppe Nr. 24

Axel Öland	1279421	axel.oeland@gmx.de
Alexander Baumer	1264081	alexbaumer@gmx.net
Manuel Diehm	1230170	pmdiehm@web.de

Protokoll

Versuch Nr. 5: Röntgendiffraktometrie mit der Debye-Scherrer Kamera

Einleitung

Im Versuch soll durch Röntgenbeugung die Zentrierung sowie die Gitterkonstante eines unbekannten Metallpulvers ermittelt werden und daraus mit Hilfe von Werten aus der Fachliteratur auf das untersuchte Metall geschlossen werden.

Versuchsbeschreibung und -durchführung

Zu diesem Zweck wird zuerst das fein zermörserte Metallpulver in eine dünne Glaskapillare gefüllt, diese daraufhin auf eine Länge von ca. 1,5 cm zurechtgeschnitten und durch Verschmelzen der Schnittkante verschlossen. Daraufhin wird die Kapillare am Deckel der Kamera mit Wachs mittig fixiert und exakt ausgerichtet, damit bei der Rotation die Probe sich stets im Röntgenstrahl befindet. Der Zweck der Drehung ist ein von der Orientierung einzelner Kristalle möglichst unverfälschtes Ergebnis zu erreichen. Vor Verschließen der runden Kamera wird in der Dunkelkammer ein zugeschnittener und, zum Ein- und Austritt des Röntgenstrahls mit zwei Löchern versehener Fotofilm an der inneren Kamerawand fixiert. Daraufhin wird die verschlossene Kamera an der Röntgenquelle befestigt und für zwei Stunden der Strahlung ausgesetzt. Schließlich wird der Film noch entwickelt.

Versuchsauswertung

1. Zentrierung

Auf dem entwickelten Film wird zuerst die Zentrierung des Metalls bestimmt, indem man die Regelmäßigkeit der Abstände untersucht.

Unregelmäßige Abstände - fcc, kubisch flächenzentriert
Regelmäßige Abstände, auch zum 7. Ring - bcc, kubisch innenzentriert
Regelmäßige Abstände, außer zum 7. Ring - cp, kubisch primitiv

Der von uns untersuchte Fotofilm wies durchgängig regelmäßige Abstände zwischen den Ringen auf. Es handelt sich also um ein kubisch innenzentriertes Gitter.

2. Bestimmung der Gitterkonstante a

Durch Messung der Durchmesser der einzelnen Ringe lässt sich der zugehörige Netzebenenabstand *d* und zusammen mit den Miller'schen Indizes die Gitterkonstante *a* des Metalls berechnen.

Zuerst errechnet man nach $\frac{S}{2\pi R}=\frac{4\theta}{360°}$ den jedem *S* entsprechenden Winkel θ

Über die Bragg-Gleichung $n\cdot\lambda=2d_{hkl}\sin\theta$ lässt sich nun mit der bekannten Wellenlänge (λ=1.54178 Å) der Netzebenenabstand berechnen.

Mit dem Zusammenhang $d_{hkl}=\frac{a}{\sqrt{h^2+k^2+l^2}}$ kann man die Gitterkonstante *a* bestimmen.

Nr.	H	K	L	h²+k²+l²	**S in mm**	Θ in Grad	sin² Θ	d_{hkl} in Å	a in Å
1	1	0	0	1					
2	1	1	0	2	40	19,7802	0,1145	2,278	3,2216
3	1	1	1	3					
4	2	0	0	4	58	28,6813	0,2303	1,6062	3,2124
5	2	1	0	5					
6	2	1	1	6	74	36,5934	0,3554	1,2932	3,1677
7	2	2	0	8					
8	2	2	1	9	88	43,5165	0,4741	1,1196	3,3588
9	3	1	0	10					
10	3	1	1	11	102	50,4396	0,5944	0,9999	3,3163
11	2	2	2	12					
12	3	2	0	13	116	57,3626	0,7091	0,9154	3,3005
13	3	2	1	14					
14	4	0	0	16	133	65,7692	0,8316	0,8454	3,3816

3. Fehlerrechnung zur Bestimmung des relativen Fehlers Δa/a

Es gilt $\frac{\Delta a}{a}=\left|\frac{1}{a}\left(\frac{\partial a}{\partial S}\right)\right|\cdot\Delta S$

a wird nach Umstellen der quadratischen Form der Bragg-Gleichung $\sin^2\theta=\frac{\lambda^2}{4a^2}\cdot(h^2+k^2+l^2)$

ersetzt durch $a=\frac{\lambda}{2\sin\theta}\cdot\sqrt{h^2+k^2+l^2}$ und der konstante Teil $\frac{\lambda}{2}\cdot\sqrt{h^2+k^2+l^2}$ durch c substituiert,

sodass für a schließlich steht: $a=\frac{c}{\sin\theta}$.

Die Ableitung $\frac{da}{d\theta}$ ergibt $\frac{da}{d\theta}=\frac{d}{d\theta}\frac{c}{\sin\theta}=-c\frac{\cos\theta}{\sin^2\theta}$,

die gesuchte Ableitung $\frac{da}{dS}$ ergibt sich mit θ als Funktion von S

$\frac{S}{2\pi R}=\frac{4\theta}{360°}=\frac{4\theta}{2\pi}\rightarrow\theta=\frac{1}{4R}\cdot S$ zu $\frac{da}{dS}=\frac{da}{d\theta}\cdot\frac{d\theta}{dS}=-c\frac{\cos\theta}{\sin^2\theta}\frac{1}{4R}$.

Die erhalten Gleichungen für a und $\frac{da}{dS}$ werden in die Gleichung für die Fehlerrechnung

$\frac{\Delta a}{a}=\left|\frac{1}{a}\left(\frac{\partial a}{\partial S}\right)\right|\cdot\Delta S$ eingesetzt. Man erhält $\frac{\Delta a}{a}=\left|\frac{\sin\theta}{c}(-c)\frac{\cos\theta}{\sin^2\theta}\frac{1}{4R}\right|\cdot\Delta S$ und nach Kürzen

und Umformen $\frac{\Delta a}{a}=\left|\frac{1}{4R}\cdot\cot\theta\right|\cdot\Delta S$.

Der Winkel θ wird nun noch durch $\theta=\frac{1}{4R}\cdot S$ ersetzt und man erhält

$\frac{\Delta a}{a}=\frac{1}{4R}\cdot\left|\cot\left(\frac{S}{4R}\right)\right|\cdot\Delta S$ als abschließenden Ausdruck für den relativen Fehler $\frac{\Delta a}{a}$,
der nur noch von *S, ΔS* und dem Kameraradius *R* abhängt.

Bei einem angenommenen *ΔS* von 0,5 mm ergeben sich für die relativen und absoluten Fehler folgende Werte:

a in Å	Δa/a	a +/- abs.Fehler (in Å)
3,2215	0,012	3,2215 +/− 0,0387
3,2125	0,0079	3,2125 +/− 0,0254
3,1676	0,0058	3,1676 +/− 0,0184
3,3587	0,0045	3,3587 +/− 0,0151
3,3164	0,0035	3,3164 +/− 0,0116
3,3007	0,0027	3,3007 +/− 0,0089
3,3815	0,0019	3,3815 +/− 0,0064

Aufgaben

Aufgabe 1)

Allgemein: $\rho_{Packung} = N_{Atome/Zelle} \frac{V_{Atom}}{V_{Zelle}} = N_{Atome/Zelle} \frac{\frac{4}{3}\pi r^3}{a^3}$

kubisch primitiv: 1 Atom/Zelle $r = \frac{a}{2}$ $\rho_{packung} = \frac{4\pi a^3}{24 a^3} = \frac{1}{6}\pi = 0{,}52$

kubisch raumzentriert: 2 Atome/Zelle $r = \frac{1}{4}\cdot\sqrt{3}\cdot a$ $\rho_{packung} = 2\frac{\frac{4}{3}\cdot\pi\cdot(\frac{1}{4}\sqrt{3}\,a)^3}{a^3} = 0{,}68$

kubisch flächenzentriert: 4 Atome/Zelle $r = \frac{1}{4}\cdot\sqrt{2}\cdot a$ $\rho_{packung} = 4\frac{\frac{4}{3}\cdot\pi\cdot(\frac{1}{4}\sqrt{2}\,a)^3}{a^3} = 0{,}74$

Aufgabe 2) 3) siehe oben

Aufgabe 4)
<a>= 3,28908 Å ==> Molybdän (Literaturwert*: 3.15 Å, kubisch innenzentriertes Gitter)

Aufgabe 5)

$V_{gesamt} = a^3 \qquad V_{atom} = \frac{\rho_{packung}}{N_{Atome/Zelle}}\cdot a^3$

$V_{atom} = \frac{4}{3}\cdot\pi r^3 \quad \rightarrow \quad r = \sqrt[3]{\frac{3}{4\pi}\cdot V_{atom}}$

$\rightarrow r = \sqrt[3]{\frac{\frac{3}{4\pi}\cdot\rho_{packung}}{N_{Atome/Zelle}}\cdot a^3}$

$r = 0{,}1424\,\mathrm{nm}$

$\rho = \frac{m}{V}$

$m = n\cdot M \qquad V = a^3 \qquad n = \frac{2\,\mathrm{Atome}}{\frac{6\cdot 10^{23}\,\mathrm{Atome}}{\mathrm{mol}}}$

$M_{Mo} = 95{,}94\frac{g}{mol}$

$$\rightarrow \rho = \frac{\frac{2\,\mathrm{mol}}{6\cdot 10^{23}\cdot 95{,}94\frac{g}{mol}}}{(0{,}328908\,\mathrm{nm})^3} = 8{,}99\frac{g}{cm^3}$$

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