

Kristalluntersuchungen mit Hilfe des Debye-Scherrer-Verfahrens

Protokoll zum Versuch am 1.11.00
von Hannes Kurtze und Janina Messerschmidt

November 2000

1 Einleitung

In diesem Versuch werden Kristallstrukturen anhand des Debye-Scherrer-Verfahrens untersucht. Der Versuch teilt sich auf in zwei Teilversuche. Im ersten werden die Kristallstrukturen und die Gitterparameter von zwei bekannten Substanzen bestimmt, im zweiten Teil werden unbekannte Substanzen in einem Gemisch identifiziert.

2 Theoretische Grundlagen

2-1 Kristallgitter

Der periodische Atomaufbau in kristallinen Festkörpern kann durch ein Kristallgitter dargestellt werden. Kristallgitter entstehen durch Translation einer Basiseinheit, der sogenannten Elementarzelle. Die Elementarzelle wird durch die Vektoren \vec{a} , \vec{b} , \vec{c} und die Winkel α , β , γ gebildet und hat die Form eines Parallelepipeds (siehe Abb.1). Ein beliebiger Gitterpunkt kann dann durch ein Gittervektor

$$R = u\vec{a} + v\vec{b} + w\vec{c} \quad (1)$$

erreicht werden.

Die Kristallgitter werden anhand der Symmetrie der Elementarzelle in sieben Kristallsysteme unterteilt. Eine Elementarzelle ist primitiv (Symbol P), wenn sich alle Gitterpunkte auf den Eckpunkten befinden. Eine Elementarzelle kann aber auch innen zentriert (Symbol I) oder flächenzentriert (Symbol F) sein. Die Flächen nichtkubischer und nichttrigonaler Gitter besitzen nicht alle den gleichen Wert, weshalb bei diesen Kristallsystemen noch zwischen einer Zentrierung der Basisflächen (Symbol C) und der weiteren Flächen unterschieden wird. Es kann gezeigt werden, daß alle Kristalle durch 14 Gittertypen, die nach den obigen Merkmalen eingeteilt werden, beschrieben werden können. So kann z.B. die

Abbildung 1: Elementarzelle

Kristallsystem	Gitterparameter	Bravais-Gitter
kubisch	$a=b=c, \alpha = \beta = \gamma = \pi/2$	P,I,F
tetragonal	$a = b \neq c, \alpha = \beta = \gamma = \pi/2$	P,I
orthorhombisch	$a \neq b \neq c, \alpha = \beta = \gamma = \pi/2$	P,I,F,C
hexagonal	$a = b \neq c, \alpha = \beta = \pi/2, \gamma = \pi/3$	P
trigonal	$a=b=c, \alpha = \beta = \gamma \neq \pi/2$	P
monoklin	$a \neq b \neq c \neq, \alpha = \gamma = \pi/2, \beta \neq \pi/3$	P,C
triklin	$a \neq b \neq c \neq, \alpha \neq \beta \neq \gamma \neq \pi/2$	P

Tabelle 1: Beschreibung der sieben Kristallsysteme und der vierzehn Bravais-Gitter

dichteste Kugelpackung durch einen hexagonalen Gittertyp für die Anordnung ABAB und durch einen kubischen Gittertyp für die Anordnung ABCABC beschrieben werden. Diese 14 Gitter nennt man Bravais-Gitter. Einen Überblick über die Kristallsysteme und die Bravais-Gitter liefert Tabelle 1. Zu beachten ist, daß nicht jedes Atom in der Elementarzelle ein Gitterpunkt sein muß.

2-2 Die Netzebenen und das reziproke Gitter

Eine Ebene, die durch 3 nicht kollineare Gitterpunkte definiert wird und unendliche viele Gitterpunkte enthält wird Netzebene genannt. Durch die Millerschen Indizes (hkl) wird eine Netzebene beschrieben. (Siehe auch [Ry] S.12 ff) Man erhält diese Indizes aus den ganzzahligen gemachten Kehrwerten der Achsenabschnitte der Ebene. Alle Ebenen im Abstand d mit den gleichen Indizes bilden eine Netzebenen-schar. Um eine Ebenenschar zu beschreiben braucht man 3 unabhängige Parameter (Orientierung; Normalenrichtung, Ebenenabstand). Eine Netzebenen-schar wird daher durch den Vektor \vec{g} , dessen Richtung die Normalenrichtung der Ebene und dessen Betrag gleich $1/d$ (Abstand der Netzebenen) ist, definiert. Zur weiteren Beschreibung eines Kristalls wird eine Basis ($\vec{a}^*, \vec{b}^*, \vec{c}^*$) definiert, die keine physikalische Bedeutung hat, mathematische Anschauungen

aber vereinfacht. Es ergibt sich:

$$\vec{g} = h\vec{a}^* + k\vec{b}^* + l\vec{c}^* \quad (2)$$

Diese Basis ist orthogonal zu der Basis des Kristallgitters. Deshalb spricht man von der Basis des reziproken Gitters. Die beiden Basen lassen sich wie folgt ineinander umrechnen:

$$\vec{a}^* = \frac{\vec{b} \times \vec{c}}{V}, \vec{b}^* = \frac{\vec{c} \times \vec{a}}{V}, \vec{c}^* = \frac{\vec{a} \times \vec{b}}{V} \quad (3)$$

mit $V = \vec{a}(\vec{b} \times \vec{c})$

Die Netzebenenabstände d berechnen sich aus dem Vektor \vec{g} nach der Gleichung:

$$g^2 = 1/d^2 = h^2 a^{*2} + k^2 b^{*2} + l^2 c^{*2} + 2(hka^*b^* \cos \gamma + klb^*c^* \cos \alpha + lhc^*a^* \cos \beta) \quad (4)$$

Für Kristallstrukturen hoher Symmetrie vereinfacht sich diese Gleichung. Man erhält so z.B. für die Abstände der Netzebenen in einem kubischen Kristall:

$$\frac{1}{d^2} = \frac{1}{a^2}(h^2 + k^2 + l^2), \quad (5)$$

in einen orthorhombischen Kristall:

$$\frac{1}{d^2} = \left(\frac{h}{a}\right)^2 + \left(\frac{k}{b}\right)^2 + \left(\frac{l}{c}\right)^2 \quad (6)$$

in einem tetragonalen Kristall:

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \left(\frac{l}{c}\right)^2 \quad (7)$$

oder in einen hexagonalen Kristall:

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4}{3a^2}(h^2 + hk + k^2) + \left(\frac{l}{c}\right)^2 \quad (8)$$

2-3 Beugung an Kristallgittern

2-3-1 Die Bragg-Gleichung

In der Abbildung 2 sind zwei Netzebenen dargestellt, auf die ein monochromatischer Röntgenstrahl unter dem Winkel θ fällt. Trifft eine Welle auf ein Atom, wird eine Streuwelle erzeugt. Damit für den roten Strahlengang die gebeugten Röntgenstrahlen wieder in Phase sind, muß der Einfallswinkel θ gleich dem Ausfallswinkel sein. Daher kann die Beugung an den Atomen immer als Reflexion an den Netzebenen angesehen werden.

Für konstruktive Interferenz muß der Gangunterschied des grünen Strahlenverlaufs $n\pi$ betragen. Aus der Abbildung kann man dann also die Bragg-Bedingung für konstruktive Interferenz ableiten:

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (9)$$

mit $n=1,2,3,\dots$

Abbildung 2: Beugung an Netzebenen

2-3-2 Der Strukturfaktor

Die Intensitäten der Reflexe von Beugungsbildern hängen von der Kristallstruktur ab. Da man durch Atome, die sich nicht auf Gitterpunkten befinden, zusätzliche Streuzentren erhält, können in nichtprimitiven Kristallsystemen einige Reflexe durch Interferenz mit Röntgenstrahlung von diesen Zentren ausgelöscht werden. Wir müssen also für den Atomstreu­faktor über alle Amplituden f_j , der in der Elementarzelle befindlichen Atome summieren. Die Summe der gestreuten Amplituden ist demnach:

$$F = \sum_j \exp(2i\pi\vec{r}_j\vec{g}) \quad (10)$$

mit

\vec{g} : Normalenvektor

$\phi_j = 2\pi\vec{r}_j\vec{g}$: die Phase der gestreuten Welle

$\vec{r}_j = x_j\vec{a} + y_j\vec{b} + z_j\vec{c}$: der Ortsvektor des Atoms

Die Intensitäten der Reflexe erhält man aus dem Betragsquadrat des Strukturfaktors:

$$|F|^2 = \left(\sum_j f_j \cos 2\pi(hx_j + ky_j + lz_j)\right)^2 + \left(\sum_j f_j \sin 2\pi(hx_j + ky_j + lz_j)\right)^2 \quad (11)$$

Wir werden nun die erlaubten Reflexe beispielhaft für das kubische raumzentrierte Gitter berechnen. Hierbei befinden sich die Atome der Elementarzelle bei

den Koordinaten $[000]$ und $[\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, \frac{1}{2}]$. Man erhält die folgenden Intensitäten:

$$|F|^2 = \begin{cases} 4f^2 \text{ mit } (h+k+l) \text{ gerade} \\ 0 \text{ mit } (h+k+l) \text{ ungerade} \end{cases} \quad (12)$$

Wenn das Gitter aus gleichen Atomen aufgebaut ist, sind die Amplituden der an den beiden Atomen gestreuten Wellen gleich. In der Tabelle 2 befindet sich eine Auflistung der möglichen Reflexe für primitive, raum- und flächenzentrierte kubische Kristalle und für Diamantgitter (Symbol D). Mit steigenden Symmetrieeigenschaften des Kristalls nehmen die zu beobachtenden Reflexe ab.

Abbildung 3: Erlaubte Reflexe für kubische Kristalle

Abbildung 4: Strahlengang in der Debye-Scherrer-Kamera

3 Das Debye-Scherrer-Verfahren

Bei dem Debye-Scherrer-Verfahren wird eine fein gemahlene Probe des zu untersuchenden Materials mit einem monochromatischen Röntgenstrahl beleuchtet. Die Reflexe bilden dann Kegel mit den Öffnungswinkeln 4θ . Auf der zylindrischen Oberfläche der Debye-Scherrer-Kamera mit der Probe als Achse wird ein Röntgenfilm eingelegt. In diesem befinden sich zwei Löcher für den Ein- und Austritt des Strahls. Auf dem Film erhält man als Beugungsbild Kreisbögen, die Kegelschnitte mit dem zylindrisch eingelegtem Film. Das charakteristische Beugungsbild liefert Aussagen über die Eigenschaften des Kristalls. Aus den Abständen der Kreisbögen kann man über die Bragg-Gleichung θ und damit d berechnen.

3-1 Aufbau und Durchführung

Zum Anfertigen von Debye-Scherrer-Aufnahmen benötigt man eine Kamera und eine Röntgenröhre mit einem Filter, um monochromatische Strahlung zu erhalten. Im Zentrum der Kamera, die aus einem zylindrischen Behälter besteht, befindet sich der drehbare Probenhalter. Die gemahlene Probe wird in

Glaskapillaren gefüllt und diese im Probenhalter zentriert. In der Dunkelkammer wird dann der Film an der Innenwand der Kamera befestigt. Die Kamera wird auf die Röntgenröhre gesteckt, die eine Kupferanode enthält. Wie Röntgenstrahlung entsteht und wie man sie monochromatisiert, beschreiben wir im folgenden Kapitel. Die zwei bekannten Substanzen Niob und Kupfer und die unbekannte Substanz werden nun der Röntgenstrahlung ausgesetzt. Die Filme mit den Debye-Scherrer-Ringen werden dann anschließend in der Dunkelkammer entwickelt.

3-2 Das Röntgenspektrum und Filter für Röntgenstrahlung

In der Röntgenröhre werden von einer geheizten Kathode Elektronen emittiert, die dann in einem elektrischen Feld zwischen Kathode und Anode auf eine kinetische Energie von einigen zehntausend Elektronenvolt beschleunigt werden. Die energiereichen Elektronen treffen auf die Target-Anode, werden abgebremst und geben ihre Energie in Form von Röntgenstrahlung ab. Ein wesentlicher Teil der Energie der Elektronen wird von den Atomen selbst absorbiert und als elektromagnetische Strahlung diskreter Wellenlängen wieder emittiert, die sogenannte charakteristische Strahlung. Bei der Absorption werden die Elektronen im Anodenmaterial herausgeschlagen, und das "Loch" wird durch ein Elektron aus einer höheren Schale wieder aufgefüllt, wobei das Atom wieder in ein energetisch niederen Zustand fällt.

Schließlich können die Elektronen ihre Energie ganz oder teilweise beim Abbremsen im Feld der Atomkerne des Anodenmaterials abgeben, die sogenannte kontinuierliche Bremsstrahlung.

Ein Röntgenspektrum ist schematisch in Abbildung 5 dargestellt.

Die Benennung der Elektronenschalen erfolgt von innen nach außen mit den Buchstaben K,L,M,... Fällt ein Elektron von der L-Schale in die K-Schale, spricht man von K_α -Strahlung. Der griechische Buchstabe gibt an, aus welcher Schale das Elektron stammt. Um zu kennzeichnen welchen Drehimpulszustand das Elektron besitzt, verwendet man einen weiteren Index. Der Übergang $P_{\frac{1}{2}} \mapsto S_{\frac{1}{2}}$ von der L-Schale in die K-Schale wird mit $K_\alpha 1$ -Strahlung bezeichnet und der Übergang $P_{\frac{3}{2}} \mapsto S_{\frac{1}{2}}$ mit $K_\alpha 2$ -Strahlung. Die Frequenz der K_α -Strahlung erhält man aus dem Mosleyschen Gesetz:

$$\nu_{K_\alpha} = \frac{3}{4} R_\infty (Z - 1)^2 \quad (13)$$

mit

R_∞ : Rydbergkonstante, Z: Ordnungszahl

Da wir, wie oben erwähnt, monochromatische Röntgenstrahlung benötigen, selektieren wir die K_α -Linie mit einem geeigneten Filter. Dafür betrachten wir ein Absorptionsspektrum für Röntgenstrahlung (siehe Abbildung 4). Allgemein kann man sagen, daß energiereiche, d.h. kurzwellige Strahlung Materialien leichter durchdringt als langwellige Strahlung. Daher nimmt der Absorptionskoeffizient mit der Wellenlänge ab. Reicht die Energie, um Elektronen aus einer der

Abbildung 5: Röntgenspektrum

Schalen herauszuschlagen, steigt die Absorption schlagartig an. Diese Wellenlängen nennt man Absorptionskanten. Um eine Wellenlänge aus dem Röntgenspektrum herauszufiltern, muß man ein Material wählen, bei dem ein Absorptionsminimum mit der gewünschten Wellenlänge zusammenfällt. Ein geeignetes Absorbermaterial für eine Kupferanode ist Nickel.

Abbildung 6: Verlauf des Absorptionskoeffizienten

4 Auswertung und Ergebnisse

4-1 Meßwerterfassung

Die belichteten Filme weisen um Eintritts- und Austrittsloch zentrierte Linienpaare auf. Der Abstand x zwischen zwei Linien eines Paares - über das Austrittsloch hinweg gemessen - steht zum Beugungswinkel θ in linearer Beziehung, wie geometrisch anhand Abbildung 5 direkt einsichtig ist. Die 360° des Kamerazylinders werden auf 360mm Film abgebildet, daher gilt

$$\theta = \frac{\pi}{720mm} x \quad (14)$$

Für Braggwinkel $\theta > \frac{\pi}{4}$ kann x nicht direkt gemessen werden. Wir messen stattdessen x' wie in Abbildung 7 gezeigt und erhalten x aus der Beziehung

$$x = 360mm - x' \quad (15)$$

Zur Streckenmessung benutzen wir ein Präzisionslineal mit Milimeter-Skala

Abbildung 7: Messung von x und x'

und 10-Mikrometer-Schraube. Für eine Messung bringen wir eine Skalenteilung mit der gewünschten Linie in Deckung und ziehen dann die Anzeige der Mikrometerschraube vom Skalenwert des Lineals ab. Im Bereich kleiner Winkel zeigen unsere Aufnahmen von den bekannten Proben abwechselnd starke und schwache Linien. Zu größeren Winkeln hin verschwinden die schwachen Linien, wohingegen die starken Linien in Paare aufspalten. Die schwachen Linien gehören zur K_β -Linie unserer Röntgenquelle, die von dem vorgeschalteten Ni-Filter nicht vollständig eliminiert wird. Die starken Linien sind $K_{\alpha 1}$ und $K_{\alpha 2}$, deren Aufspaltung für $\theta \rightarrow \frac{\pi}{2}$ das wachsende Auflösungsvermögen der Debye-Scherrer-Kamera bei größeren Beugungswinkeln verdeutlicht. Die Aufnahmen bekannter kubischer Kristallstrukturen des ersten Versuchsteils indizieren wir nach der Quotientenmethode, die die Beziehung

$$\sin^2(\theta_n) = \left[\frac{\lambda}{2a} \right]^2 Q_n \quad (16)$$

benutzt. Da aus

$$Q_n = \frac{\sin^2(\theta_n) \lambda_1^2}{\sin^2(\theta_1) \lambda_n^2} Q_1 \quad (17)$$

folgt, daß die Sinusquadrate zu verschiedenen Beugungswinkeln nur ganzzahlige Verhältnisse bilden, wenn $\lambda = \text{const.}$.

Aus unserer Aufnahme läßt sich ferner für jeden Braggwinkel separat ein Wert für den einzigen freien Parameter kubischer Kristallgitter, a , ableiten, denn

$$a = d\sqrt{Q_n} = \frac{\lambda\sqrt{Q_n}}{2\sin(\theta_n)} \quad (18)$$

4-2 Fehlerrechnung

Das Präzisionslineal ermöglicht Streckenmessungen mit einem Fehler $\Delta = 0,05 \text{ mm}$. Aufgrund der Struktur der Beugungslinien rechnen wir allerdings mit größeren Fehlern (siehe Auswertungstabellen).

Für die indirekten Größen berechnen wir die mittleren Fehler mit:

$$\Delta I_n = 2\sqrt{\frac{\Delta\theta_n^2}{\tan^2\theta_n} + \frac{\Delta\theta_1^2}{\tan^2\theta_1}} I_n \quad (19)$$

$$\Delta d = d \frac{\Delta\theta_n}{\tan\theta_n} \quad (20)$$

(Siehe auch hierzu [GP] Abschnitt 1.1.7)

4-3 Bestimmung der Kristallstruktur der bekannten Proben

4-3-1 Kupfer Cu

Beim Betrachten des Filmstreifens erkennt man, dass die Abstände der Linien untereinander eine Regelmäßigkeit aufweisen: 1[LE], 4[LE], 3[LE], 1[LE], 4[LE], [3] usw. (LE: Längeneinheit) Wir identifizieren so Kupfer zum Typ kubisch-flächenzentriert mit der Indextendifferenzfolge 1,4,3,1,4,3... (siehe auch EIN S.2). Betrachten wir nun Tabelle 1: In der Spalte "x Ring" wird die Nummer des auf dem Film betrachteten Ringes eingetragen. Die nächste Spalte gibt an, ob der Winkel θ in Spalte " θ [rad]" per (14) oder per (15) errechnet wird. Die Spalte " δx " gibt den Fehler beim Ablesen an. Wir ordneten den schwachen Linien die Wellenlänge des K_β -Übergangs zu und den stärkeren die $K_{\alpha 1}$ und $K_{\alpha 2}$ Übergängen. Für kleiner Winkel unterscheiden sich diese beiden Linien nicht sichtbar, so dass wir nun gezwungen waren, den Mittelwert beider Wellenlängen zur weiteren Berechnung zu verwenden. Gemäß der Quotientenmethode für kubische Kristalle wird ein kleinstes $(h^2 + k^2 + l^2)$ bzw. (Q_n) angenommen, worüber sich die anderen Quadratsummen Q_n von $(h^2 + k^2 + l^2)$ ausrechnen lassen (gemäß 17). Q_1 bildet den Referenzwert für folgende Q_n . So wird in Tabelle 1 ab Ring 2 die Summe $(h^2 + k^2 + l^2)$ berechnet. Es folgen Spalten für d (per (9)) und a (gemäß (17) und (18)). Weiter sind die Fehler dieser Größen angegeben, siehe dazu (Kap. 4.2) Wir indizierten nun unseren ersten Beugungsring gem. [EIN Tabelle

1] zu $(h^2 + k^2 + l^2) = 3$. In den Berechnungen zu a_n kürzen sich aber nun alle zu n gehörigen Werte heraus, so dass a_n nur noch von a_1 abhängig ist. Es ist daher genauso legitim, die Indizierung beispielsweise am letzten Beugungsring zu beginnen. So geschehen in Tabelle 2: Hier zählten wir die Ringe durch bis zum letzten und kamen so für den Ring 12b zu einem $(h^2 + k^2 + l^2)$ von 20. Diese Indizierung birgt den Vorteil, daß der bevorzugte Wert I_1 nun eine höhere Genauigkeit hat als in Tabelle 1: Denn der Ring 12b gehört definitiv zum $K_{\alpha 2}$ -Übergang und nicht zu einer gemittelten Wellenlänge wie in Tabelle 1 (Ring 1). Jedenfalls enthalten nun die Tabellen 1 und 2 eindeutige Hinweise, welchen Ringen welches $(h^2 + k^2 + l^2)$ zuzuordnen ist. Diese Zuordnung fand in Tabelle 3 Berücksichtigung: Hier sind die $(h^2 + k^2 + l^2)$ nicht errechnet, sondern zugeordnet.

Ergebnisse:

Tabelle	\bar{a}
Tabelle 1	$3,598 \cdot 10^{-10} \pm 2 \cdot 10^{-12} \text{ m}$
Tabelle 2	$3,612 \cdot 10^{-10} \pm 2 \cdot 10^{-12} \text{ m}$
Tabelle 3	$3,611 \cdot 10^{-10} \pm 2 \cdot 10^{-12} \text{ m}$
Literatur	$3,607 \cdot 10^{-10} \text{ m}$

Tabelle 2: Berechnete Werte für Cu

Alle berechneten Werte liegen innerhalb der Fehlerintervalle zum Literaturwert von $3,607 \cdot 10^{-10} \text{ m}$ (Siehe [LB]).

4-3-2 Niob Nb

Die Berechnung der Gitterkonstanten a von Nb geht analog vonstatten: In Tabelle 4 wird eine Indizierung von 2 angenommen, da der qualitative Look des Filmes auf eine kubisch-raumzentrierte Struktur deutet. (Abstände äquidistant) Doch konnten hier nicht alle Beugungslinien indiziert werden, auch eine Unterscheidung von K_{α} und K_{β} -Übergängen ist schwer. Die in Tabelle 4 kursiv gedruckten $(h^2 + k^2 + l^2)$ sind von schwächeren Linien, die fettgedruckten stellen eine zufriedenstellende Indizierung dar. Die anderen Werte verhalten sich verschiedenen Indizierungen gegenüber äußerst widerspenstig; als Beispiel diene Tabelle 5, in der wir diese Werte mit der K_{β} Linie mit Start Q von 1 zu indizieren versuchten. Jedenfalls vermuten wir bei diesen Werten nun Beugungsmuster einer komplizierteren Verunreinigung. Die übriggebliebenen Werte findet man nun in Tabelle 6 wieder.

Ergebnisse:

Tabelle	\bar{a}
Tabelle 4	$3,316 \cdot 10^{-10} \pm 1 \cdot 10^{-12} \text{ m}$
Tabelle 5	
Tabelle 6	$3,307 \cdot 10^{-10} \pm 8 \cdot 10^{-12} \text{ m}$
Literatur	$3,30 \cdot 10^{-10} \text{ m}$

Tabelle 3: Berechnete Werte für Nb

Die berechneten Werte für Nb liegen innerhalb der Fehlerintervalle zum Literaturwert von $3,30 \cdot 10^{-10} \text{ m}$ [LB].

4-4 Bestimmung der unbekanntnen Probe

Hier bestimmten wir aus sämtlichen Beugungslinien d per

$$d = \frac{\lambda}{2\sin(\theta_n)} \quad (21)$$

wobei wir bei den Winkelbereichen, in denen keine Differenzierung zwischen den $K_{\alpha 1}$ und $K_{\alpha 2}$ Linien möglich ist, folgendes Verfahren anwendeten: Wir benutzen λ aus den $K_{\alpha 1}$ -Übergängen und aus den $K_{\alpha 2}$ -Übergängen um für den Netzgitterabstand d einen Minimal- und Maximalwert zu erhalten. Die aus [EIN S. 7] gelieferten Netzebenenabstände von den vier möglichen Substanzen müssen dann innerhalb dieses Intervalles (inkl. Fehler) anzufinden sein. Für diejenigen Reflexe, die eine eindeute Zuordnung zulassen, wandten wir selbstverständlich eine solche Näherungsmethode nicht an; der entsprechende Wert für den „anderen Netzebenenabstand“ wird dann in der Tabelle weggelassen. Für $Hg(CN)_2$ konnten wir keine Übereinstimmung von Experiment und „Vorlagentabelle“ (respektive Theorie) ausmachen: Kein in der Tabelle enthaltenes d von $Hg(CN)_2$ konnte im Versuch nachgewiesen werden. Anders bei $CaCl_2$: Hier deuten drei Reflexe auf diese Substanz hin, dennoch konnten die vielen anderen Netzebenen nicht nachgewiesen werden. Wir nehmen daher an, dass diese drei Reflexe auch von einer Verunreinigung stammen können. Anders bei WC und CsCl. Hier konnten wir einen überzeugenden Großteil der in der Tabelle wiedergegebenen Netzebenen nachweisen. Wir identifizieren daher die untersuchte Substanz zu WC und CsCl. Dennoch bleiben einige Reflexe übrig, (in Tabelle 7 „ausgeixt“) die kein Äquivalent in der Tabelle finden konnten. Eben diese Reflexe schreiben wir auch der Verunreinigung zu, die uns bei den $CaCl_2$ -Beugungen begegnet ist.

5 Zusammenfassung

Wir identifizierten die beiden bekannten Proben Cu und Nb zu den Typen kfz und krz. Diese Typen sind in Übereinstimmung zu [MO S. 189]. Weiter

bestimmten wir auch die Gitterkonstante a innerhalb der Fehlergrenzen zu den Literaturwerten. Die unbekannte Substanz konnten wir mit großer Sicherheit zu aus WC und CsCl bestehend bestimmen. Hinsichtlich der Schärfe von dem Film der unbekannt Probe müssen wir allerdings eingestehen, dass wir bei Cu und Nb noch größere Genauigkeiten hätten erreichen können. Unsere Probe war wohl doch nicht optimal zentriert. Angesichts dieser Erkenntnisse lassen sich die Möglichkeiten dieser Methode erhahnen. Sie dürfte wohl ein Standardverfahren in der Physik geworden sein.

6 Literaturangaben

- EIN** Sven Einfeldt. FP4: Kristalluntersuchungen mit dem Debye-Scherrer-Verfahren (Versuchsanleitung Studiengang Physik). Universität Bremen
- MO** Charles Mortimer. Chemie. 6. Auflage 1996. Thieme Verlag Stuttgart
- GP** Gerthsen. Physik. 20. Auflage 1999. Springer Verlag
- Ry** Peter Ryder. Kristallographie. Vorlesungsskripte 1991. Universität Bremen
- LB** Landolt and Boernstein. Numerical data and functional relationships in science and technology. Band 3-6. Springer Verlag.