

Röntgenpulverdiffraktometrie Strukturanalyse

Fortgeschrittenenpraktikum

Physikalisches Institut
Fachbereich Physik
Johann Wolfgang Goethe-Universität Frankfurt am Main

Betreuer Kontaktdaten

Pascal Puphal

Raum-Nr: _0.408

Tel.: 069079847256

E-Mail: puphal@physik.uni-frankfurt.de

Arbeitsgruppe: Prof. C. Krellner

Versuchs idee

Aus Röntgenbeugungsverfahren lassen sich Aussagen über den kristallinen Aufbau von Materialien erhalten. In der Materialentwicklung liegt die Hauptanwendung in der strukturellen Charakterisierung pulverförmiger Proben. Neben qualitativer und quantitativer Phasenanalyse können Kristallitgrößen, Gitterparameter und Realstrukturen (Abweichungen vom idealen Kristallgitter) ermittelt werden.

Insbesondere in der Entwicklung und Optimierung von Funktionsmaterialien erhält man in Kombination mit weiteren Analysemethoden wertvolle Informationen über die Zusammenhänge zwischen Synthese, Struktur und Eigenschaften.

Material zur Vorbereitung

- **Ch. Kittel, Einführung in die Festkörperphysik, 14. Auflage, Oldenbourg Verlag 2005. (Kapitel 1 und 2)**
Empfehlung!
- W. Massa, Kristallstrukturbestimmung, 4. Auflage, Teubner Verlag 2004.
- Vorlesung "Einführung in die Festkörperphysik" (Version Lang Kapitel 2 und 3)

Besondere Hinweise zum Versuch

Die Röntgenanlage darf nur nach erfolgter Einweisung durch den Assistenten in Betrieb genommen werden. Das hier verwendete Röntgengerät ist ein "Vollschutzgerät", d.h. ohne vorsätzliche Überbrückung der vorhandenen Sicherheitseinrichtung wird der Experimentator keiner gesundheitsgefährdenden Röntgenstrahlung ausgesetzt. Besteht aber eine Schwangerschaft, sollte es gemeldet werden.

Ausarbeitungsthemen zur Vorbereitung

1) Erklären Sie folgende Begriffe:

- Erzeugung von Röntgenstrahlung
- Bezeichnung charakteristischer Linien des Röntgenspektrums Bsp: $K_{\alpha 1}$
- Bragg- und Laue-Gleichungen (Zusammenhang?)
- Strukturfaktor (Formel !), Formfaktor (Auslöschbedingungen)
- Debye-Waller-Faktor (nur die Auswirkungen)
- Kristallsysteme und Bravais-Gitter (Unterschied?)
- Reziprokes Gitter
- Millersche Indizes (Beziehung zum Netzebenenabstand?)
- Bragg-Brentano-Geometrie

2) Beschreiben Sie den Vorgang des Sinterns (was passiert mikroskopisch, Sinterhalse).

3) Welche Einsatzgebiete sehen Sie für die Röntgendiffraktometrie? Betrachten Sie diesen Aspekt unter Berücksichtigung der Rietfeld-Verfeinerung. Welche Informationen lassen sich über den untersuchten Festkörper ermitteln, wenn bei verschiedenen Temperaturen gemessen wird?

Durchführung

Ihre Aufgabe ist es, ein Röntgendiffraktogramm polykristalliner pulverisierter Proben mit dem Röntgendiffraktometer D8 (Bruker), welches auf der Bragg-Brentano Geometrie basiert, aufzunehmen. Der dabei zu durchlaufende Winkelbereich sollte zwischen 10° und 90° liegen (2θ). Die Auflösung wird bestimmt durch die Schrittweite und die Messzeit jeden Schrittes (Bsp.: 0.02° Schritte über 2s).

Die verwendete Wellenlänge der Cu- $K\alpha$ -Strahlung beträgt: $K\alpha_1 = 0.154051$ nm

1) Mischen Sie die Chemikalien BaCO_3 , CuO und SiO_2 stöchiometrisch um 1g der Verbindung $\text{BaCuSi}_2\text{O}_6$ zu erhalten. Erstellen Sie ein Diffraktogramm der Ausgangskomponenten und heizen Sie das restliche Pulver auf 1035°C in einem Muffelofen auf.

Während das Diffraktogramm aufgenommen wird Arbeiten ohne Programm: Analyse eines unbekanntes diffraktogramms.

a) Nummerieren Sie die Reflexe durch und bestimmen Sie die Netzebenenabstände (es wird nur die erste Ordnung angeregt).

b) Sortieren Sie die Netzebenenabstände nach Intensität und identifizieren Sie mit Hilfe des "*Hanawalt d-spacing index*" die Verbindung und schlagen Sie die Gitterkonstante für die Verbindung nach.

c) Leiten Sie eine Beziehung her, die die Millerschen Indizes, die Gitterkonstanten und den Netzebenenabstand verknüpft. (Annahme eines kubischen Kristallsystems).

d) Geben Sie jedem Peak seinen Millerschen Index.

e) Reflexe treten für die unterschiedlichen kubischen Gitter auf, wenn:

- sc Σhkl gerade

- fcc alle hkl sind entweder gerade oder ungerade

- bcc Σhkl ungerade

Welchen Gittertyp hat die Probe?

2) Erstellen Sie ein Diffraktogramm des eine Woche gesinterten Pulvers der vorherigen Gruppe und vergleichen Sie die vorkommenden Phasen des Diffraktogramms von BaCO_3 , CuO und SiO_2 damit (Verbindungen) über das Programm EVA (Dieses Programm verwendet eine Datenbank und geht letztlich die Schritte aus Aufgabe 1 durch).

Zusatz Master: Vergleichen Sie das Aufgenommene Diffraktogramm mit dem einer Probe mit 30% Strontium Substitution ($\text{Ba}_{0,7}\text{Sr}_{0,3}\text{CuSi}_2\text{O}_6$). Was hat sich verändert und was bedeutet dies (unter Verwendung von Bragg und 1c)?