

Grundlagen der Materialwissenschaften

**Praktikum zur Einführung in die Röntgenanalytik
(Röntgenpulverdiffraktometrie)**

Priv.-Doz. Dr. Tom Nilges
Universität Münster
nilges@uni-muenster.de

1. Theorie

1.0 Literatur

1.1 Röntgenstrahlung, Erzeugung und Beugung an Elektronen

1.2 Beugung am Kristall

1.3 Indizierung

1.4 Verfeinerung

1.5 MgO, TiO₂ und Ultramarin

2. Praxis

2.1 Probennahme

2.2 Probenvorbereitung

2.3 Messung der Proben

2.4 Auswertung der Diffraktogramme

2.5 Anwendungen der Pulverdiffraktometrie

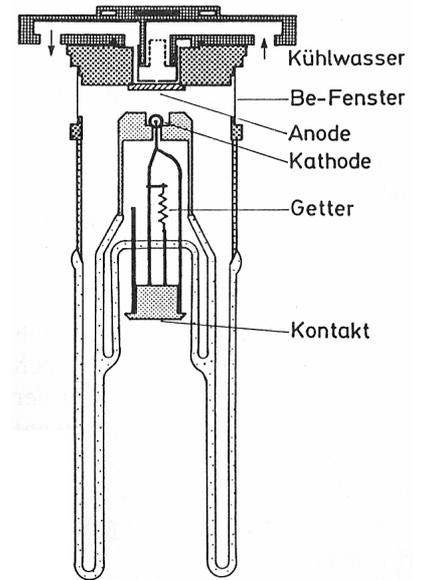
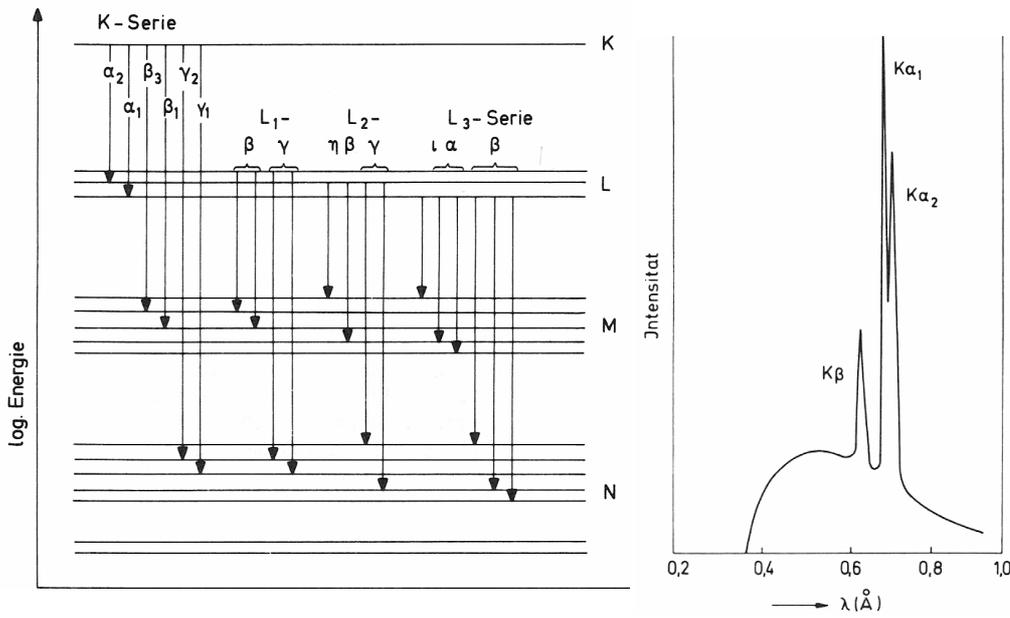
2.6 Fragen und Antworten

1.0 Literatur

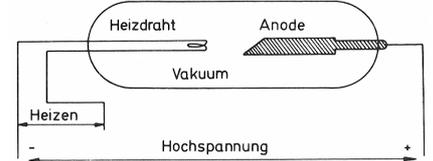
- M. J. Buerger, Kristallographie, W. de Gruyter Verlag, 1. Aufl. 1977
- H. Krischner, B. Koppelhuber-Bitschnau, Röntgenstrukturanalyse und Rietveldmethode, Vieweg Verlag, 5. Auflage. 1994
- W. Massa, Kristallstrukturbestimmung, Teubner Verlag, 2. Auflage 1996

1.1 Erzeugung von Röntgenstrahlung

Charakteristische Röntgenlinien und Bremspektrum



Aufbau Röntgenröhre

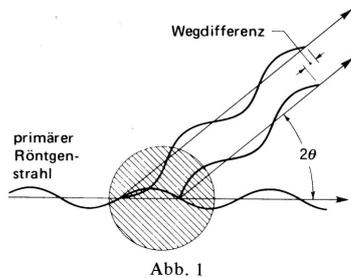


1. Theorie

1.2 Beugung am Kristall

Beugung an Elektronen

Bragg-Gleichung
 $n \lambda = 2 d \sin \theta$



Herleitung:

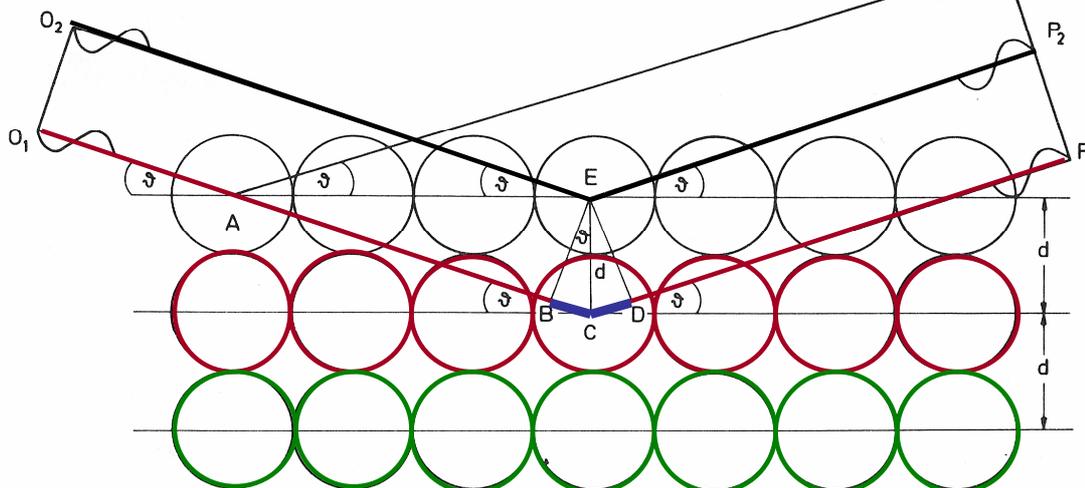
Wegstreckendifferenz: $\Delta = BC + CD$

$BC = d \sin \vartheta$

bei 2 * Wegstrecke: $\Delta = 2 BC = 2 d \sin \vartheta$

Röntgenstrahl

gebeugter Röntgenstrahl



pos. Interferenz bei $n \lambda$

Netzebene 1

Netzebene 2

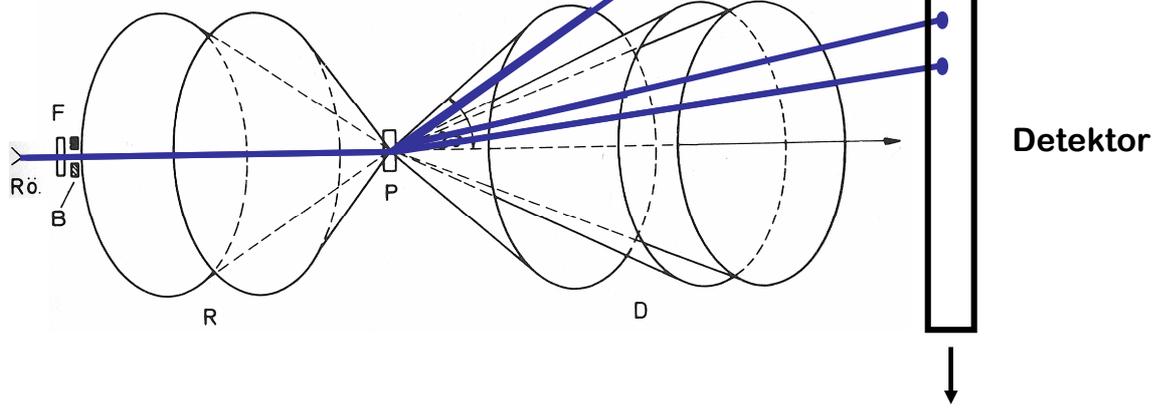
Netzebene 3

1. Theorie

1.2 Beugung am Kristall

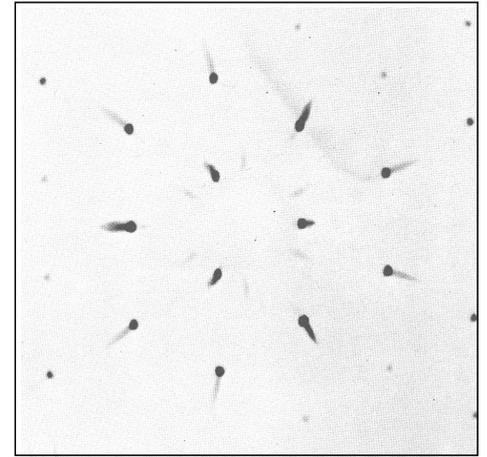
Einkristalldiffraktion

Das Resultat der Beugung am Einkristall



Einkristall

Calcit

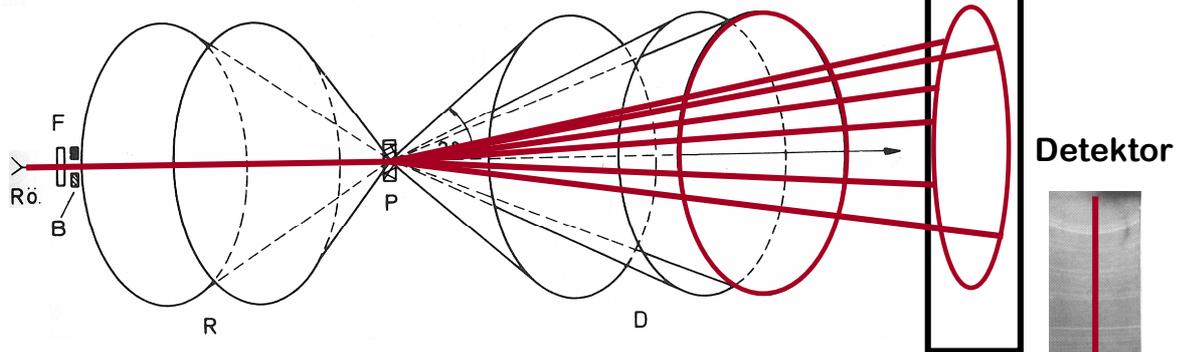


1. Theorie

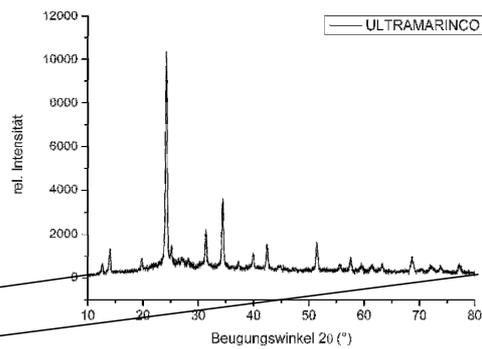
1.2 Beugung am Kristall

Pulverdiffraktion

Das Resultat der Beugung am Pulver



Polykristallines Material

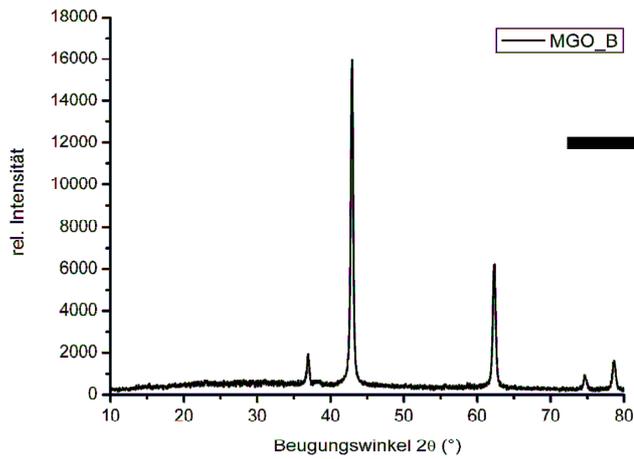


Scan entlang der Beugungskegel

Pulverdiffraktogramm

1. Theorie

Messinformation



Frage 1: Kristallsystem und Gitterparameter?

- Bragg
- Symmetrie

Kristallsysteme:

Kristallsystem	Achsenabschnitte	Achsenwinkel	
triklin	$a \neq b \neq c$	$\alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90^\circ$	
monoklin.(2.Aufst.)	$a \neq b \neq c$	$\alpha = \gamma = 90^\circ, \beta \neq 90^\circ$	gebräuchlich
monoklin.(1.Aufst.)	$a \neq b \neq c$	$\alpha = \beta = 90^\circ, \gamma \neq 90^\circ$	
rhombisch	$a \neq b \neq c$	$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	
hexagonal	$a = b \neq c$	$\alpha = \beta = 90^\circ, \gamma = 120^\circ$	
tetragonal	$a = b \neq c$	$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	
kubisch	$a = b = c$	$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	

Reflexliste (2θ in $^\circ$):

- 36.937
- 42.917
- 62.304
- 74.691
- 78.630

Intensitäten

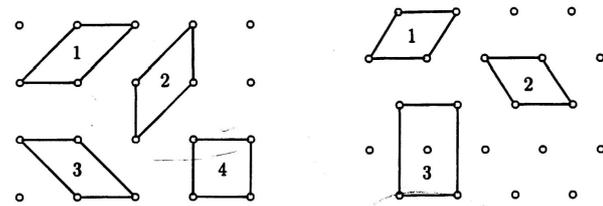
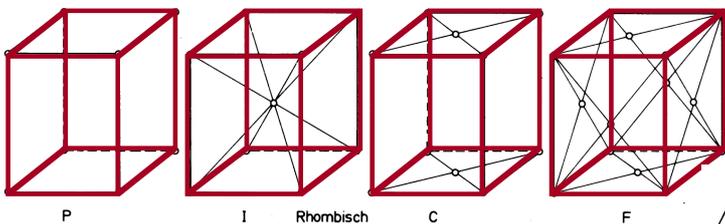
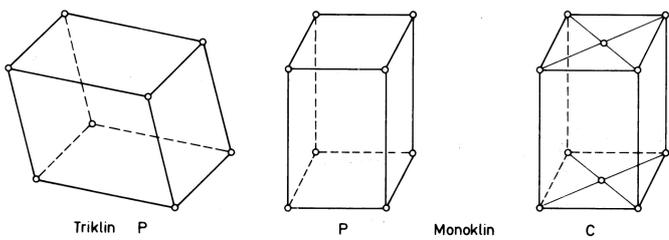
Frage 2: Zentrierung und Struktur?

- Bravaisgitter-Typen
- Auslöschungen
- Rietveld-Analysen

1. Theorie

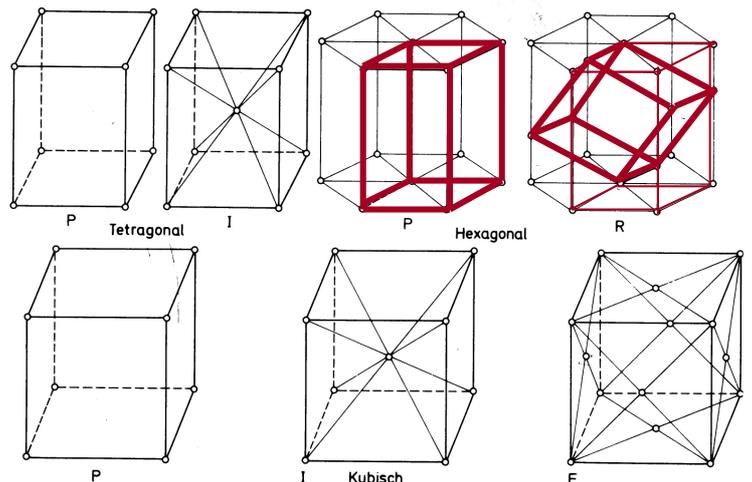
1.3 Indizierung

14 Bravais-Gitter



Bravaisgitter-Typen

- 14 Typen
- P, C (A, B), I, F - Zentrierung



Mögliche Gitter mit und ohne Zentrierung

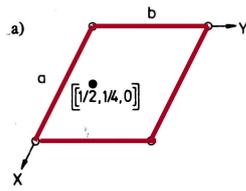
1. Theorie

1.3 Indizierung

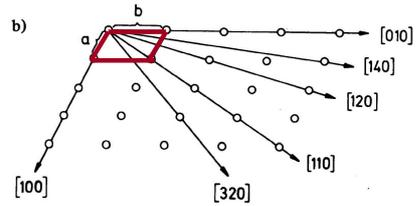
Miller'sche Indizes

Miller Indizes: "Miller Indizes sind die reziproken, auf einen Nenner gebrachten Schnittpunkte von Ebenen mit den kristallographischen Achsen"

Konstruktion von Punkten und Richtungen

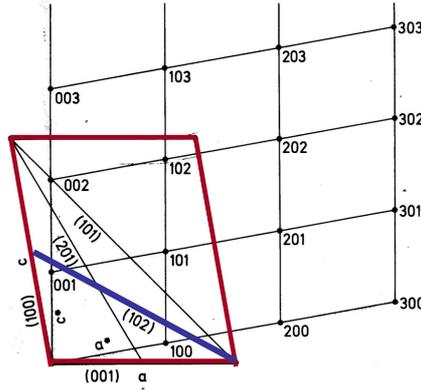


Punkt in der Zelle

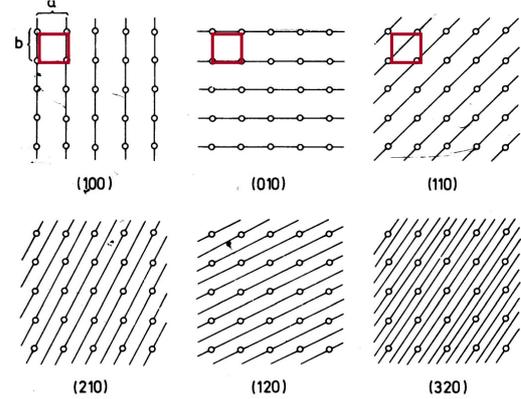


Richtung im Kristall []

Konstruktion des reziproken Raumes



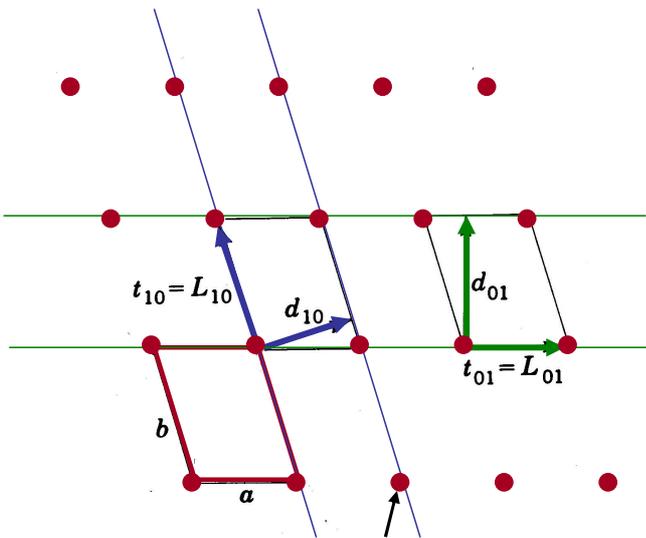
Netzebenen im Kristall sind Punkte im reziproken Raum ()



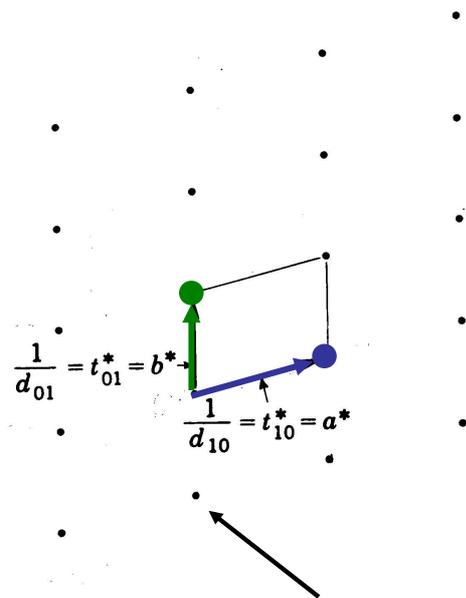
1. Theorie

1.3 Indizierung

Konstruktion des reziproken Gitters aus dem Realraum



Realer Kristall, Atome im Realraum

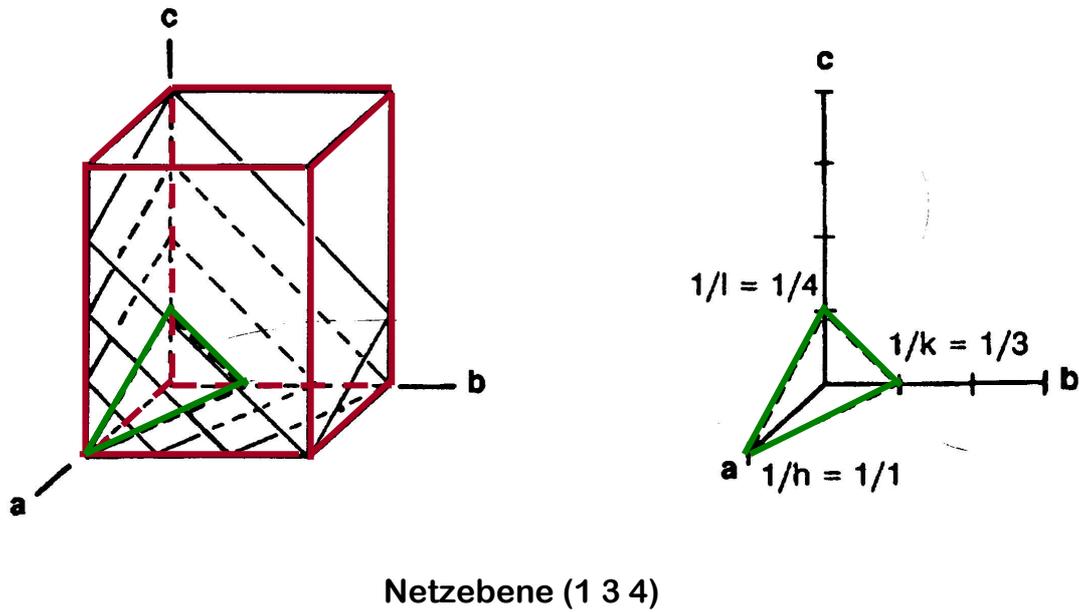


Punkte bilden Netzebenen im reziproken Raum ab

1. Theorie

1.3 Indizierung

Konstruktion des reziproken Gitters aus dem Realraum (3-dimensional)

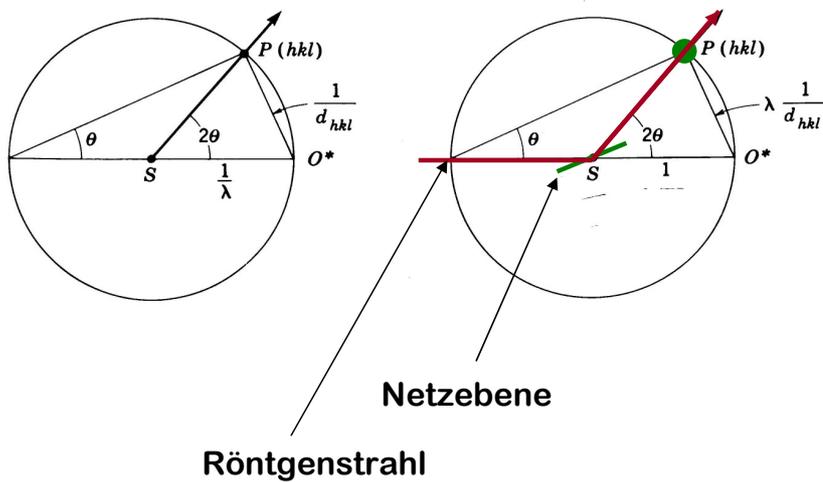


1. Theorie

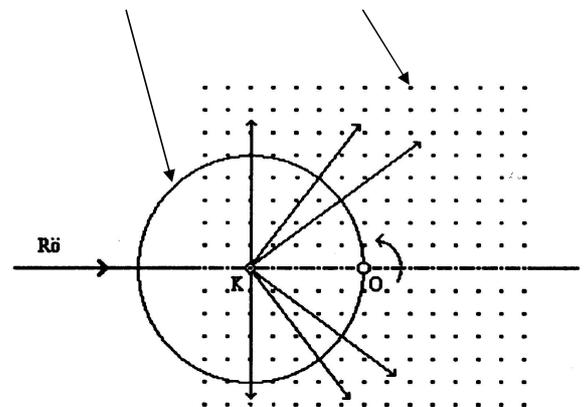
1.3 Indizierung

Ewald-Konstruktion

- Kugel mit Radius $1/\lambda$
- O: Ursprung d. rez. Gitters
- Durchtritt eines rez. Punktes
- Braggbedingung erfüllt
- Reflex wird beobachtet



Ewald Kugel reziprokes Gitter

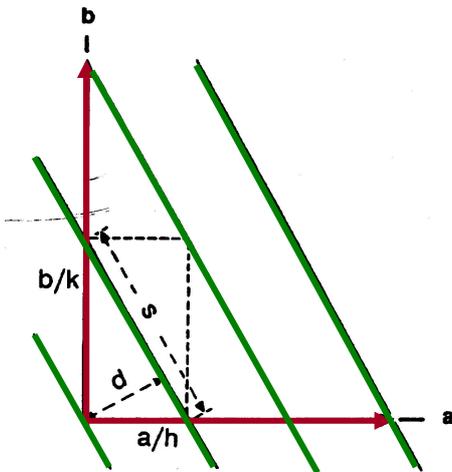


1. Theorie

1.3 Indizierung

Zusammenhang zwischen den Gitterparametern, den (h,k,l)-Indizes und den Beugungswinkeln

2-dimensionaler Fall



Pythagoras: $s^2 = \frac{a^2}{h^2} + \frac{b^2}{k^2}$

Fläche des Dreiecks: $2F = \frac{a}{h} \cdot \frac{b}{k} = s \cdot d$

nach quadrieren und einsetzen: $\frac{a^2}{h^2} \cdot \frac{b^2}{k^2} = \left(\frac{a^2}{h^2} + \frac{b^2}{k^2} \right) \cdot d^2$

$$\frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} = \frac{1}{d^2}$$

3-dimensionaler Fall und orthogonales Gitter: $\frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} = \frac{1}{d_{hkl}^2}$

1. Theorie

1.3 Indizierung

Zusammenhang zwischen den Gitterparametern, den (h,k,l)-Indizes und den Beugungswinkeln

orthorhombisches Gitter

$$\frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} = \frac{1}{d_{hkl}^2}$$

kubisches Gitter

$$\frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} = \frac{1}{d_{hkl}^2}$$

quadratische Bragg'sche Gleichung

$$\sin^2 \theta = \frac{\lambda^2}{4d^2}$$

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

Beugungswinkel

Gitterparameter

(h k l) Indizes

1. Theorie

1.3 Indizierung

Auslöschungen bezeichnen das Fehlen bestimmter Reflexe und Reflexgruppen im Beugungsdiagramm.

Anhand der Indizierung der fehlenden Reflexe kann auf die Symmetrie bzw. das verursachende Symmetrieelement geschlossen werden

Auslöschungs-Typ	Reflex-klasse	Auslöschungsbedingung	Verursachendes Element	Bemerkung
integral	hkl	$h + k + l \neq 2n$	P	s.Kap. 2.2.1
		$h + k \neq 2n$	I	
		$k + l \neq 2n$	C	
		$h + l \neq 2n$	A	
		$-h + k + l \neq 3n$	B	
		$h - k + l \neq 3n$	$R(\text{obvers})$ $R(\text{revers})$	
zonal	$0kl$	$k \neq 2n$	$b \perp a$	nur bei F
		$l \neq 2n$	$c \perp a$	
		$k + l \neq 2n$	$n \perp a$	
		$k + l \neq 4n$	$d \perp a$	

komplette Tabelle mit zonalen und seriellen Auslöschungen im Anhang!

1.3 Indizierung

Rechenroutinen zur Indizierung

- ITO - Methode (Visser)
 - Indizierung im reziproken Raum
 - unabhängig vom Kristallsystem

- Werner-Methode
 - Permutation von Miller Indizes für ausgesuchte Startreflexe
 - Start im kubischen; iterativer Symmetrieabbau

- Louer -Methode
 - Veränderung von Gitterparametern und Winkel
 - Intervallverkleinerung

1.3 Indizierung

Indizierung bei unbekannter Gitterkonstante

$\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$, kubisch

Bragg-Gleichung

$$n \lambda = 2 d \sin \theta$$

gesucht $\sin^2 \theta_{100}$ Wert für (100):

$$\sin^2 \theta_{100} = \frac{\lambda^2}{4a^2}$$

Tabelle 3.4 Daten einer Röntgenaufnahme von Kalialaun

2θ	I/I_1	d_{hkl} (Å)	$\sin^2\theta$	Σ	$h k l$
12,61	10	7,02	0,01206	3	1 1 1
16,30	39	5,44	0,02010	5	2 1 0
17,78	20	4,96	0,02412	6	2 1 1
20,66	100	4,298	0,03216	8	2 2 0
21,93	47	4,053	0,03618	9	2 2 1
24,28	11	3,667	0,04422	11	3 1 1
27,45	54	3,250	0,05628	14	3 2 1
29,38	27	3,039	0,06432	16	4 0 0
30,31	19	2,950	0,06834	17	4 1 0
31,21	15	2,866	0,07236	18	4 1 1
32,09	36	2,789	0,07638	19	3 3 1
32,95	16	2,719	0,08040	20	4 2 0
33,78	12	2,654	0,08442	21	4 2 1
34,60	10	2,593	0,08844	22	3 3 2
36,19	7	2,482	0,09648	24	4 2 2
37,73	4	2,385	0,10452	26	4 3 1
38,47	9	2,340	0,10854	27	5 1 1
39,20	3	2,259	0,11656	29	4 3 2
40,64	7	2,220	0,12060	30	5 2 1
42,04	2	2,150	0,12864	32	4 4 0

Tabelle 3.4a Bestimmung von $\sin^2\theta_{100}$

Zahl	$\sin^2\theta$ (1)	$\sin^2\theta$ (2)	$\sin^2\theta$ (3)
1	0,01206	0,02010	0,02412
2	0,00603	0,01005	0,01206
3	0,00402	0,00670	0,00804
4	0,00302	0,00503	0,00603
5	0,00241	0,00402	0,00482
6	0,00201	0,00335	0,00402

Gitterkonstantenberechnung

$$a^2 = \frac{\lambda^2}{4} \cdot \frac{1}{\sin^2 \theta_{100}} = \frac{0,59427}{0,00402} = 147,83$$

$$a^2 = 147,83 \quad a = 12,158 \text{ \AA}$$

1. Theorie

1.3 Verfeinerung

Die Verfeinerung der Gitterparameter dient der exakten Bestimmung der 'wahren' Werte. Die Qualität der Bestimmung hängt direkt von der Qualität der Messung ab.

Anwendung der Methode der kleinsten Fehlerquadrate:

- Die physikalische Größe muss linear von den interessierenden Variablen abhängen
- Iterativer Lösungsprozess unter Minimierung der Summe der quadrierten Fehler der Variablen

Phasenanalyse

- Bestimmung der Gitterparameter und Vergleich mit bekannten Daten
- Indizierung und

Strukturanalyse

- Bestimmung der Gitterparameter
- Findung der Raumgruppe (anhand der Auslöschungen nach Indizierung)
- Anpassung eines Strukturmodells (Startmodell bekannt; in Lösungsroutinen bestimmt)
- Beurteilung der Ergebnisse (sog. Gütefaktoren, R-Werte)

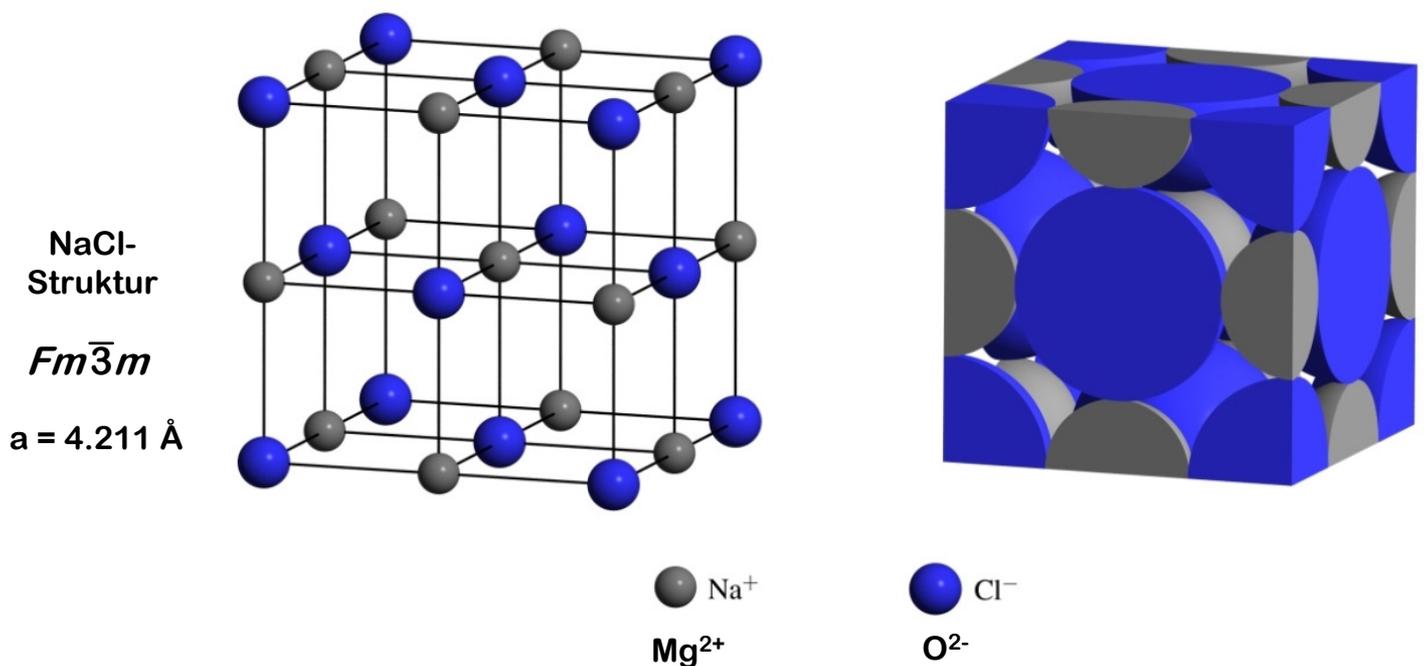
1. Theorie

Aufgabenstellungen im Praktikum

MgO	Indizierung und Verfeinerung
TiO₂ (nano)	Phasenanalyse (Rutil, Anatas, Brookit)
Ultramarin	Pseudosymmetrie, Grenzen d. Methode

1.4 Proben: MgO, TiO₂ und Ultramarin

MgO



Aus "Allgemeine und Anorganische Chemie" (Binnewies, Jäckel, Willner, Rayner-Canham), erschienen bei Spektrum Akademischer Verlag, Heidelberg; © 2004 Elsevier GmbH München. Abbildung04-14.jpg

1.4 Proben: MgO, TiO₂ und Ultramarin

TiO₂

TiO₂ Varietäten



Rutil
(tetragonal)



Sagenit
(tetragonal)



Anatas
(tetragonal)



Brookit
(rhomboedrisch)

1. Theorie

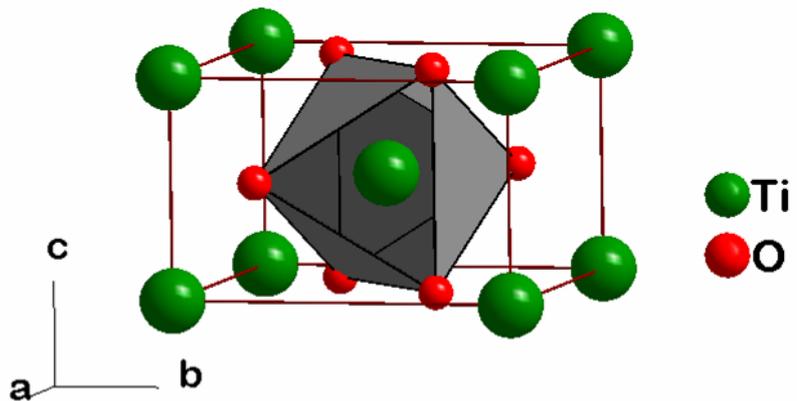
Bilder: J. Bauer, F. Tvrz, Kosmos Mineralführer, 5. Aufl. 1993, Franckh V. Stuttgart

1.4 Proben: MgO, TiO₂ und Ultramarin



Rutil
(tetragonal)

Durch Beimengung von
Fe rot gefärbt!



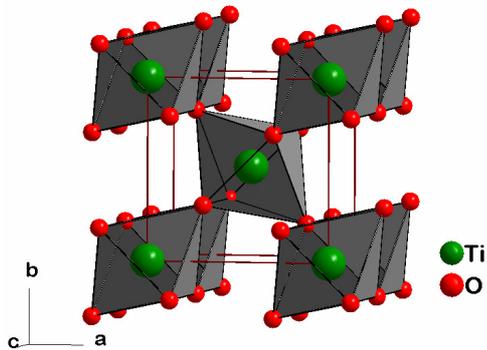
verzerrt hexagonal-dichteste Packung von O²⁻;
Hälfte der Oktaederlücken wird mit Ti⁴⁺ besetzt,
so dass diese eine raumzentrierte tetragonale
Zelle bildet

Beispiele: ionische Metalldioxyde und -fluoride
VO₂, NbO₂, CrO₂, MnO₂, RuO₂, OsO₂, ...
MnF₂, FeF₂, CoF₂, NiF₂, PdF₂, ...

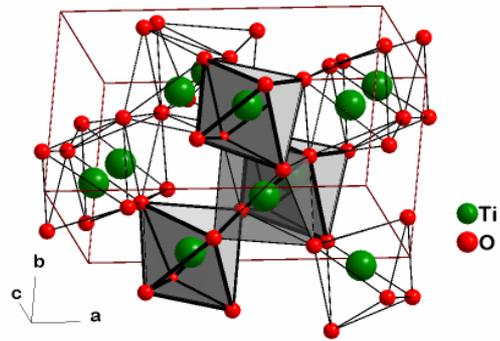
1. Theorie

1.4 Proben: MgO, TiO₂ und Ultramarin

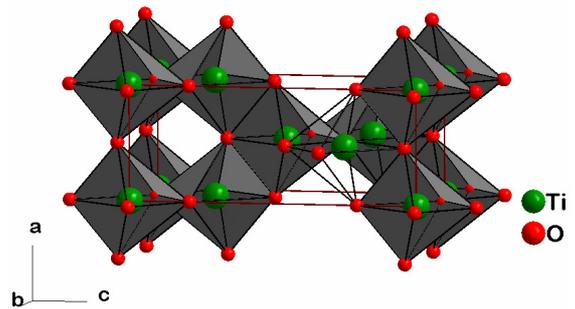
TiO₂ Varietäten



Rutil
Hexagonal-dichteste Packung von O²⁻
Ketten von Oktaedern mit
2 gemeinsamen Kanten



Brookit
Kubisch-dichteste Packung von O²⁻
Doppeloktaeder mit 3 gemeinsamen Kanten

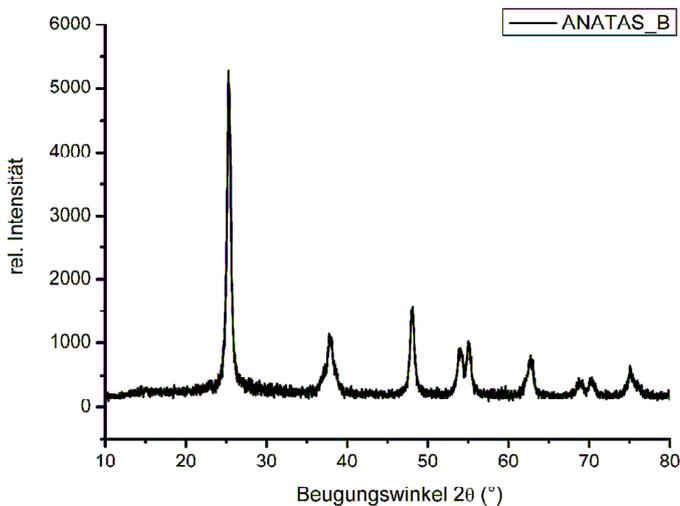


Anatas
Kubisch-dichteste Packung von O²⁻; 4 gemeinsame Kanten

1. Theorie

1.4 Proben: MgO, TiO₂ und Ultramarin

TiO₂



Scherrer-Formel*:

Teilchengrößenbestimmung
aus der Halbwertsbreite (H_b)

$$H_b = \frac{K \cdot \lambda \cdot 57,3}{D \cdot \cos \theta}$$

D = mittlere Primärteilchengröße
senkrecht zur reflektierenden
Netzebene

K = Formfaktor 0,89 - 1,39

Formel in Winkelgraden (Faktor 57,3)

Probleme und Fallen:

- spektrale und geometrische Verbreiterung der Reflexe muß korrigiert werden
- Primärteilchengröße und Kristallitgröße können differieren
- Agglomeration nicht erkennbar
- nicht überlagerte Reflexe zur Bestimmung heranziehen!

1. Theorie

* A. Brown, J. W. Edmonds, Advances on X-ray Analysis 1980, 23, 361-374.

1.4 Proben: MgO, TiO₂ und Ultramarin

Bedeutung des TiO₂

TiO₂ als Weißpigment:
> 3 Mio t / Jahr

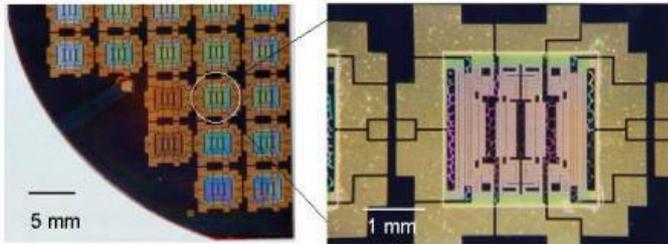
- hoher Brechungsindex
- Ungiftigkeit

Lacke, Fasern, Papier, Email, Keramik, Zahnpasta, Zigarren (weiße Asche)

Buntpigmente: Chrom-Rutil-Gelb
Nickel-Rutil-Gelb
Mangan-Rutil-Braun
Vanadium-Rutil-Schwarz

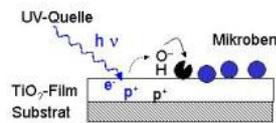
TiO₂ in der Elektroindustrie als Kondensatoren

TiO₂ als Schmuck oder Beschichtung

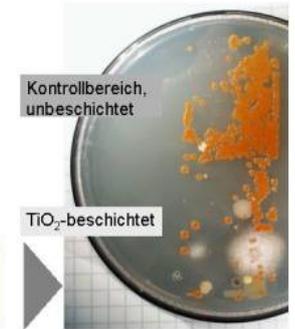


Photobiozider Effekt

TiO₂ mit UV-Strahlung:
→ reaktive Radikale: HOO[•], HO[•]
→ Zerstörung der Zellmembran



Abdruck einer TiO₂-Probe:



Untersuchung der Wirksamkeit:
Sol-Gel TiO₂ auf Natriumkalkglas,
Inkubation mit Bakterien und
Bestrahlung mit UV-Licht.

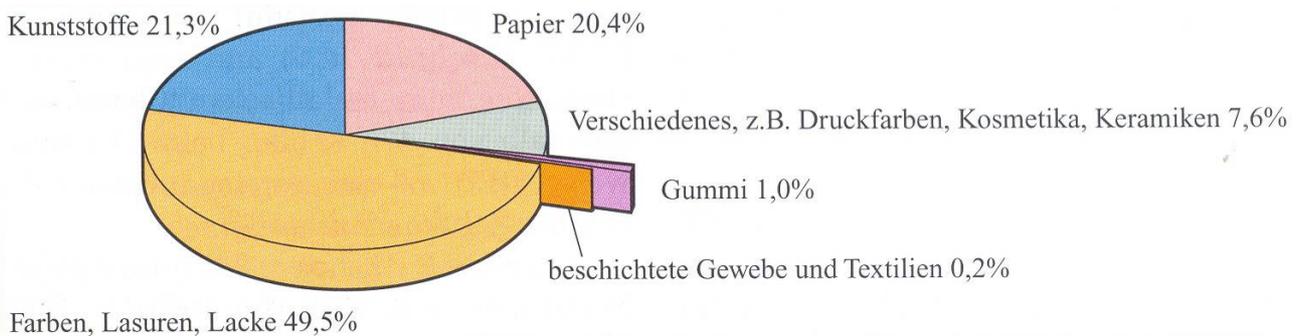
IWT Bremen Werkstofftechnik Photobiozide Sol-Gel-TiO₂-Schichten

1. Theorie

Bilder: <http://www.iwt-bremen.de/wt/wb/solgel/anwendungen.php>

1.4 Proben: MgO, TiO₂ und Ultramarin

Anwendungsgebiete von TiO₂:



1. Theorie

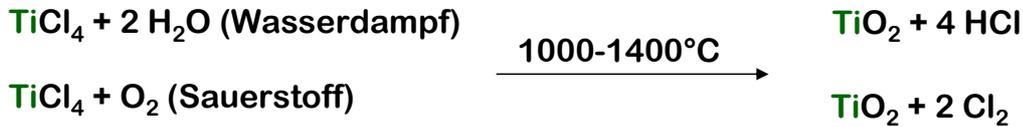
4.1.2 Die Gruppe Ti, Zr, Hf

Sauerstoffverbindungen

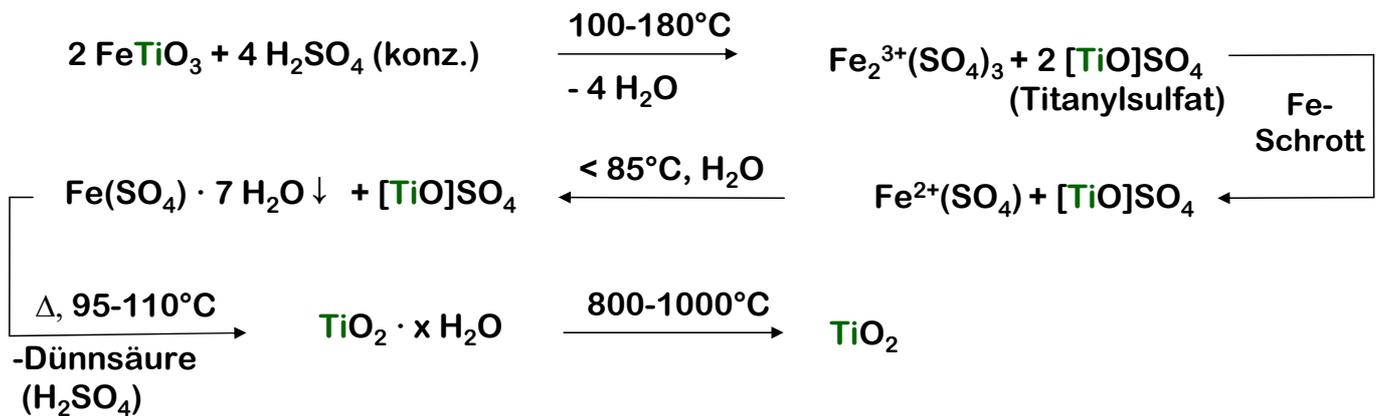
TiO_2 als wichtigstes Weißpigment

Zwei großtechnische Verfahren nach der Aufarbeitung des Roherzes:

Chlorid-Verfahren (Produkt Rutil)



Sulfat-Verfahren (Produkt Anatas oder Rutil)

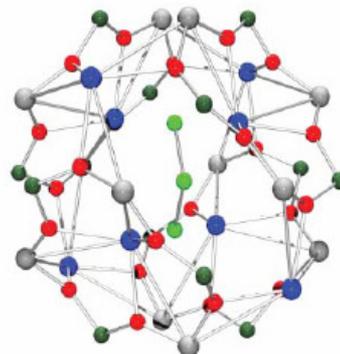


1. Theorie

1.4 Proben: MgO, TiO_2 und Ultramarin

Ultramarin

- lichtechtes, blaues Farbpigment
- aus Lapislazuli gewonnen; auch technisch darzustellen
- Mineral: Lasurit $(Na, Ca)_8(AlSiO_{12})(S, SO_4, Cl)$
- Wichtiges Bauelement: Sodalith-Käfige, S_3^- im Inneren der Käfige



Na: grau
Si: dunkelgrün
Al: blau
O: rot
S: hellgrün

Sodalith-Käfig: $[Na_8Al_6Si_6O_{24}]^{2+}$
 Cl^- in der Wand; im Käfig durch S_3^- ersetzt

1. Theorie

Grundlagen der Materialwissenschaften

Praktikum zur Einführung in die Röntgenanalytik

1. Theorie

- 1.1 Röntgenstrahlung
- 1.2 Beugung am Kristall
- 1.3 Indizierung
- 1.4 Verfeinerung
- 1.5 MgO, TiO₂ und Ultramarin

2. Praxis

- 2.1 Probennahme
- 2.2 Probenvorbereitung
- 2.3 Messung der Proben
- 2.4 Auswertung der Diffraktogramme
- 2.5 Anwendungen der Pulverdiffraktometrie
- 2.6 Fragen und Antworten

2.1 Probennahme

Wichtigster Aspekt der Probennahme ist die homogene Verteilung der Substanz/Mischung vor der Messung!

- Wenn möglich, Probe komplett homogenisieren
- Probe durch mehrere **Teilproben** aus der Gesamtprobe entnehmen
 - Homogenisieren der **Teilproben**
- mind. 5-10 Min. pulverisieren; alternativ Kugelmühle
- Einheitliche Teilchengrößen; Teilchengrößenverteilung schmal
- Elementzusammensetzung sollte bekannt sein

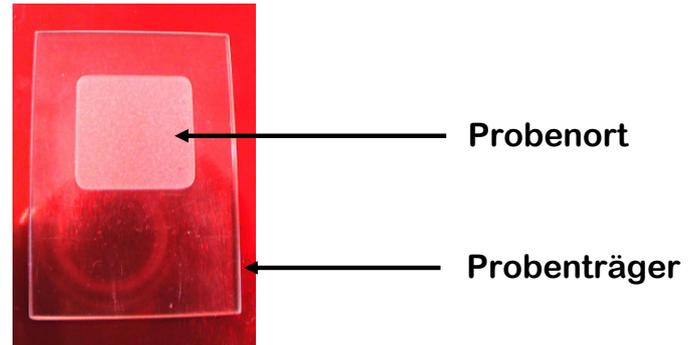
2.1 Probenvorbereitung

Allgemeine Aspekte

- homogene Korngrößenverteilung
- dünne Präparation der Probe auf dem Träger
- Absorptionsvermögen der Probe abschätzen

Miniflex II

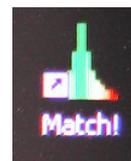
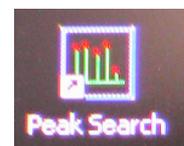
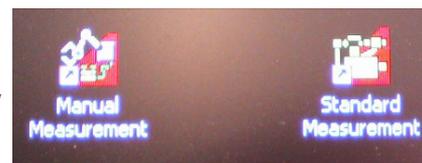
- Probe auf Glasträger verteilen
- gleichmäßig verstreichen
- überschüssiges Pulver abtrennen
- Träger einspannen



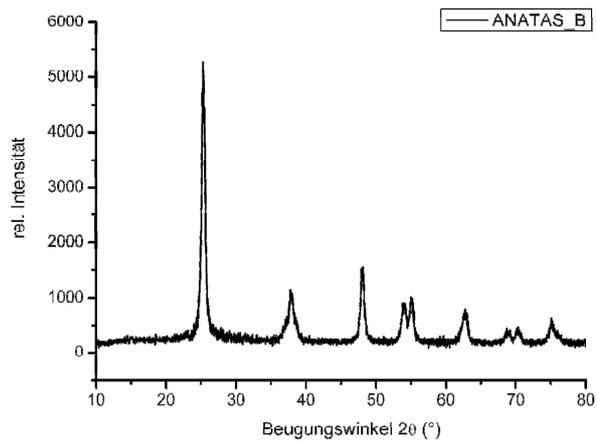
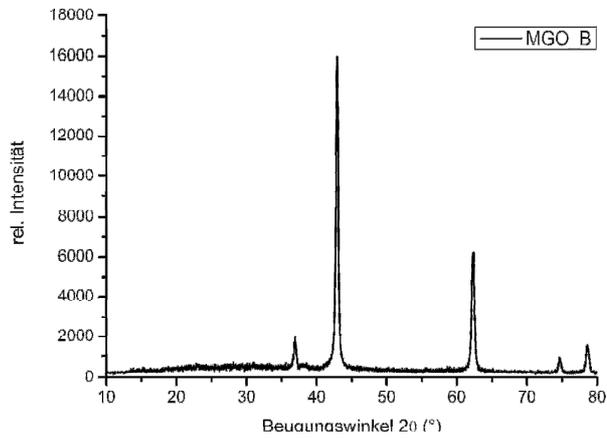
2.3 Messung der Proben

Vorgehen im praktischen Teil

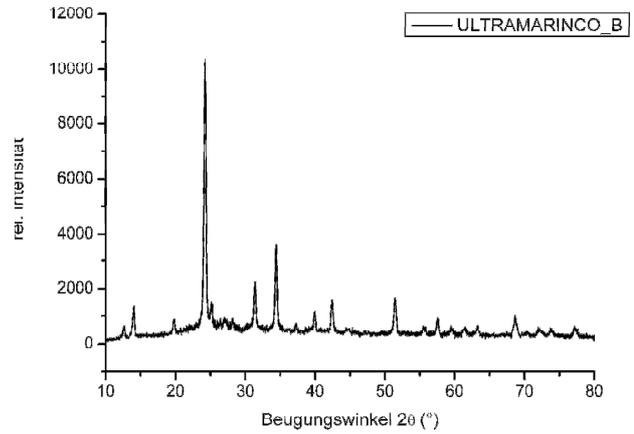
- Messung mit der Miniflex II Anlage
- Auswertung der Rohdaten
- Bestimmung der Reflexpositionen
- Vergleich mit Datenbank
- Indizierung von MgO
- ...



2.4 Auswertung der Diffraktogramme



Gemessene Diffraktogramme



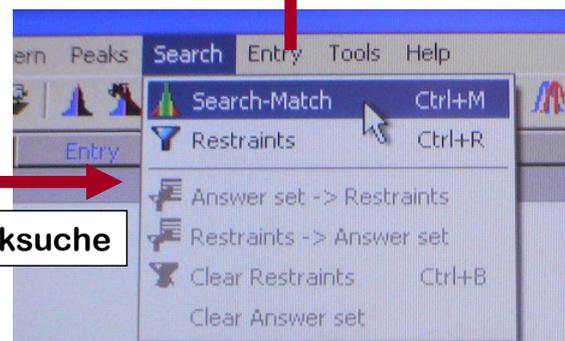
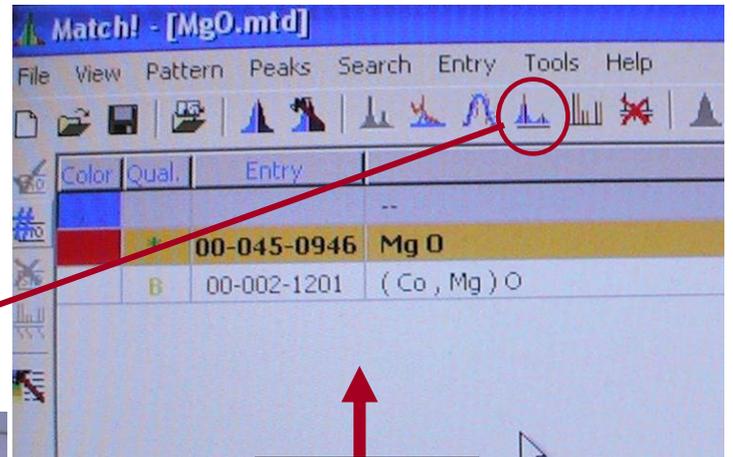
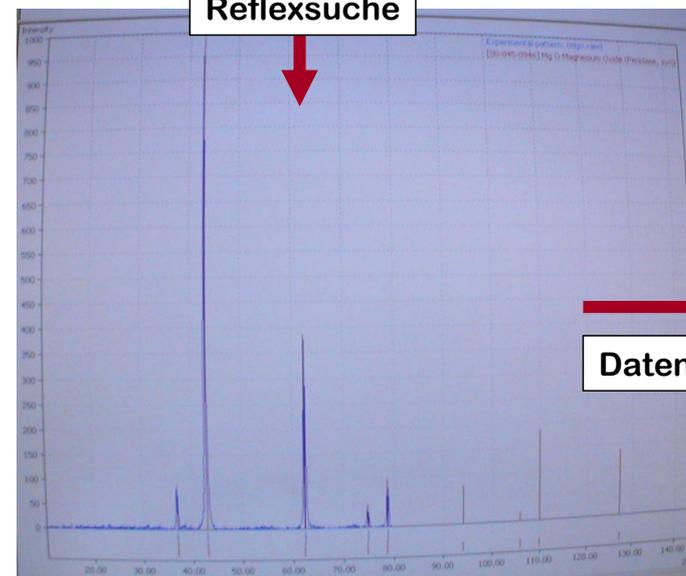
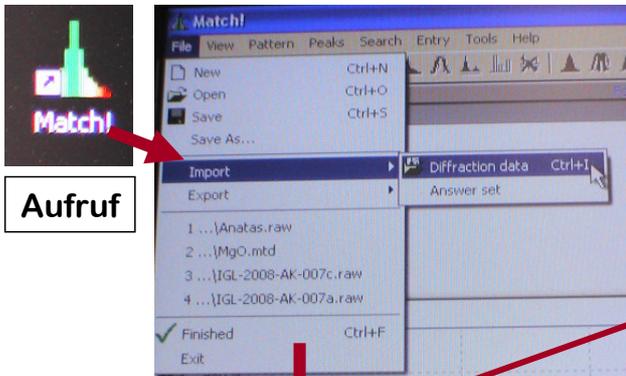
Unterschiede

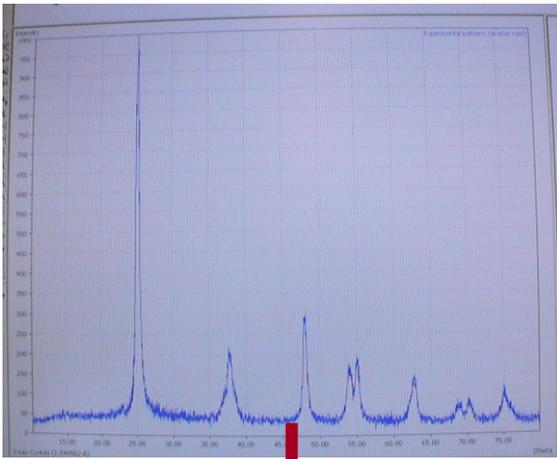
- Reflexanzahl
- Reflexbreiten
- Intensitäten

2. Praxis

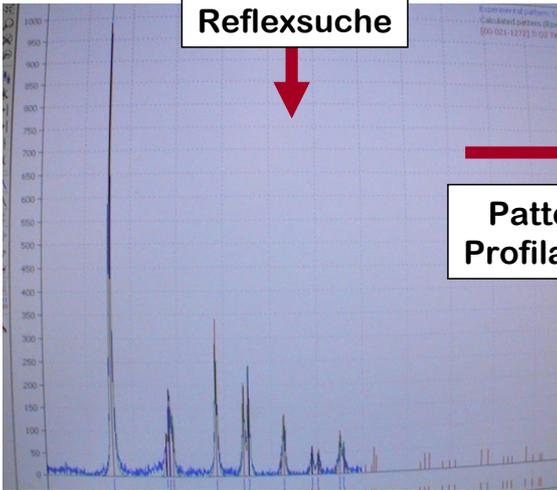
2.4 Auswertung der Diffraktogramme

Match Datenbank





Reflexsuche

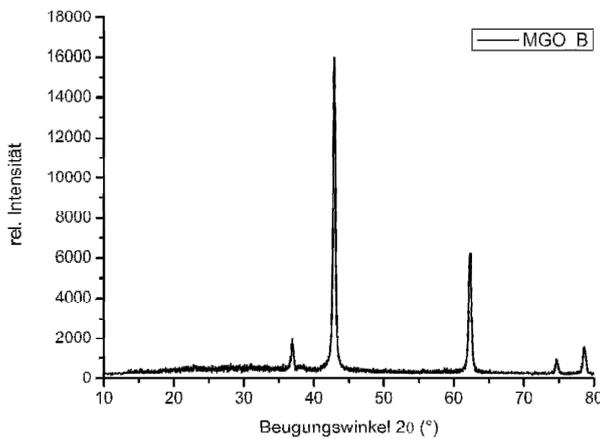
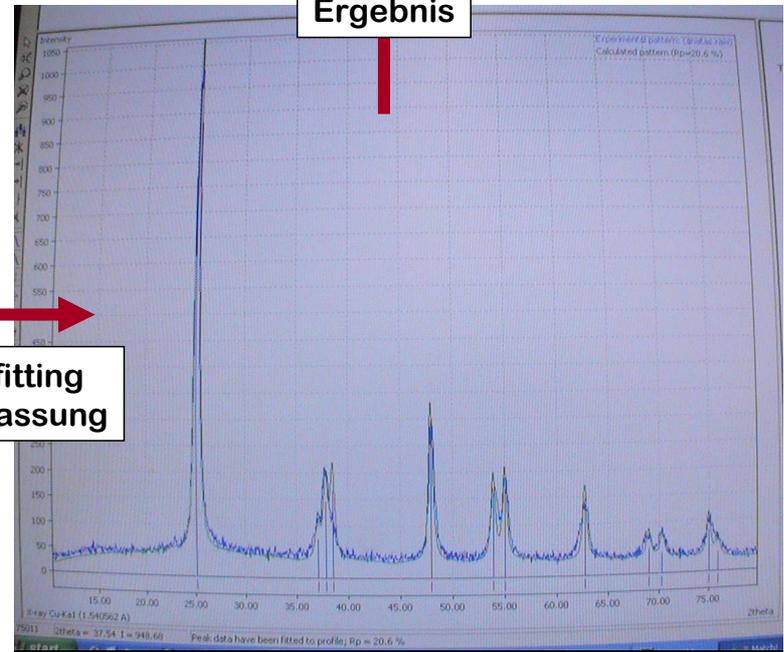


Patternfitting
Profilanpassung

Match!

Color	Qual.	Entry	Formula	Name
		--	--	Experimental pattern: (anatas.raw)
A	00-021-1272	Ti O2		Titanium Oxide (Anatas, syn)
B	00-040-0578	H Nb W O6		Niobium Tungsten Hydrogen Oxide
I	00-041-0370	12 W O3 *0.5 Al2 O3 * Si O2		Aluminum Tungsten Oxide Silicate

Ergebnis



Indizierung und Verfeinerung

Peak File : K:\Uni\Vorlesung_Steinfurt\Verfeinerung\MgO45-946.pks
File title : Magnesium Oxide / Periclase, syn

Wavelength : 1.540598

Number of accepted peaks : 10

2Theta window : 0.050

2Theta zeropoint : 0.0000 (fixed)

Symmetry : Cubic F

Initial cell parameters :

Cell_A : 4.2115

Refined cell parameters :

Cell_A : 4.21151(3)

Cell_Volume: 74.6988(9)

Number of single indexed lines : 10

Number of unindexed lines : 0

Final 2Theta window : 0.0100

N	2Th[obs]	H	K	L	2Th[calc]	obs-calc	Int.	d[obs]	d[calc]
1	36.937	1	1	1	36.939	-0.0017	4.0	2.4316	2.4315
2	42.917	2	0	0	42.914	0.0025	100.0	2.1056	2.1058
3	62.304	2	2	0	62.306	-0.0026	39.0	1.4891	1.4890
4	74.691	3	1	1	74.691	-0.0001	5.0	1.2698	1.2698
5	78.630	2	2	2	78.632	-0.0017	10.0	1.2158	1.2158
6	94.051	4	0	0	94.044	0.0079	8.0	1.0528	1.0529
7	105.734	3	3	1	105.738	-0.0040	2.0	0.9662	0.9662
8	109.765	4	2	0	109.764	0.0011	19.0	0.9417	0.9417
9	127.285	4	2	2	127.284	0.0005	14.0	0.8597	0.8597
10	143.754	5	1	1	143.755	-0.0010	4.0	0.8105	0.8105

Average delta(2Theta) = 0.002

Maximum delta(2Theta) = 0.008 (peak 6) = 3.4 * average

Figure of Merit F(10) = 392.5 (0.002, 11)

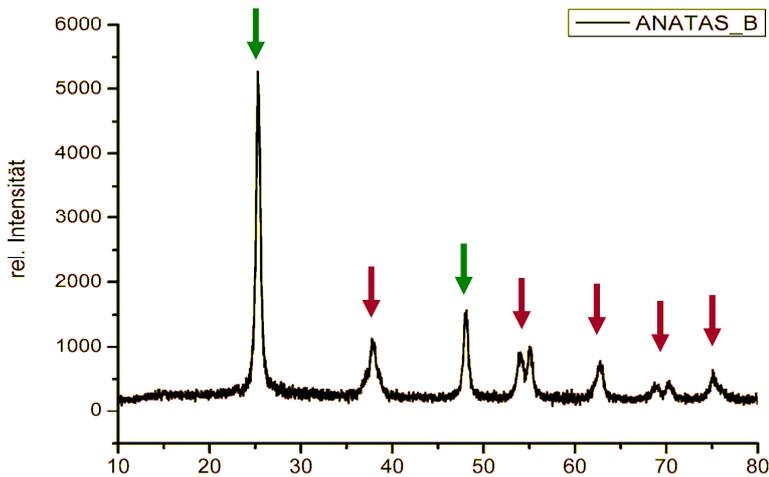
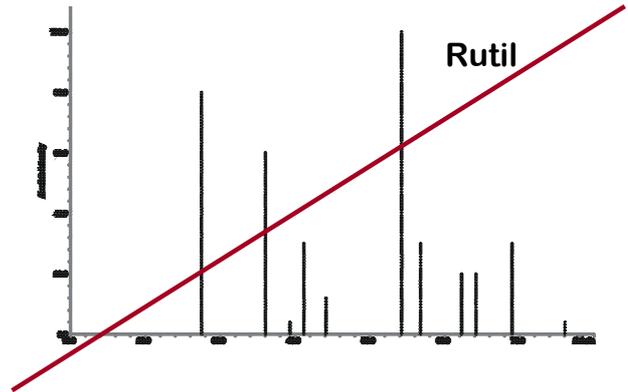
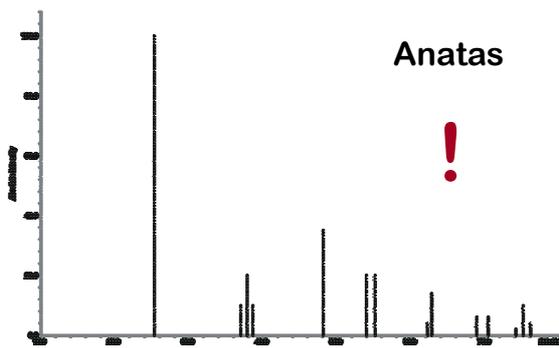
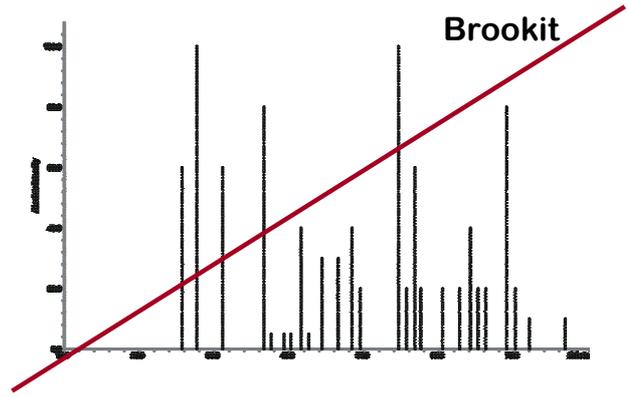
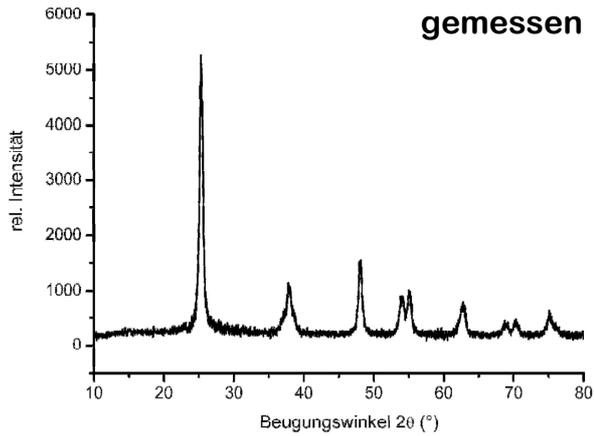
Durbin-Watson serial correlation = 3.132 (not significant)

Sqrt[sum(w * delta(q)^2) / (Nobs - Nvar)] = 2.5989e-005

Vorgehensweise:

- Messung mit Miniflex II
- Peaksuche
- Indizierung der Reflexe
- Verfeinerung der Zelle
- Vergleich mit Datenbank (z.B. Match Datenbank)

Phasenanalyse des TiO₂; Vergleich mit Diffraktogrammen aus der Datenbank



Teilchengrößenbestimmung

Scherrer-Formel:

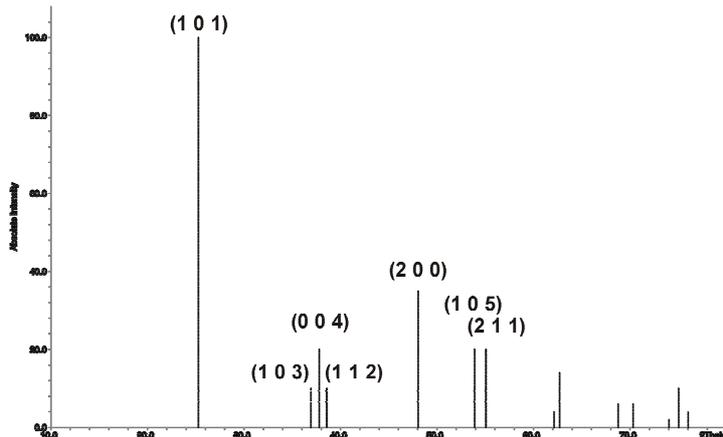
$$H_b = \frac{K \cdot \lambda \cdot 57,3}{D \cdot \cos \theta}$$



nicht überlagert,
zur Bestimmung zu verwenden

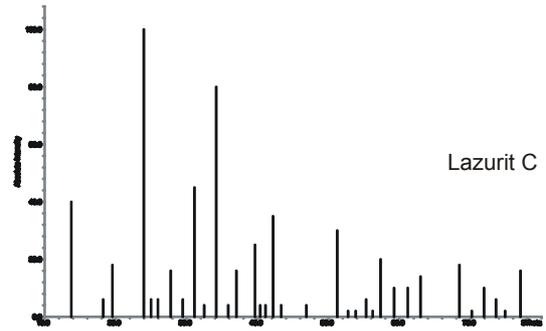
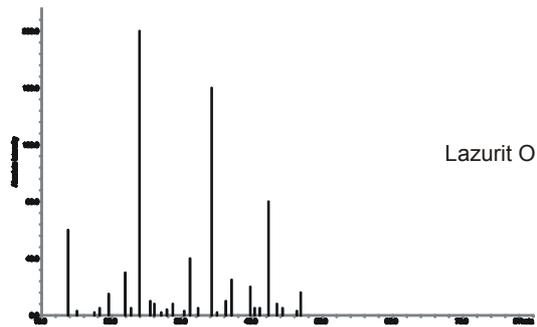
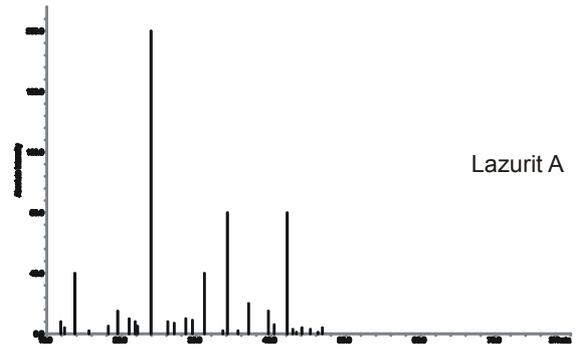
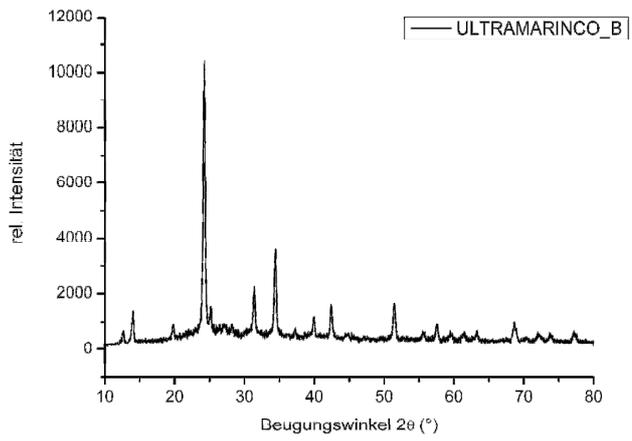


überlagert bzw. nicht aufgelöst,
zur Bestimmung nicht zu verwenden



2.4 Auswertung der Diffraktogramme

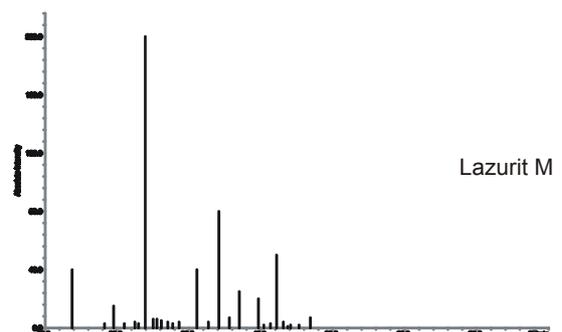
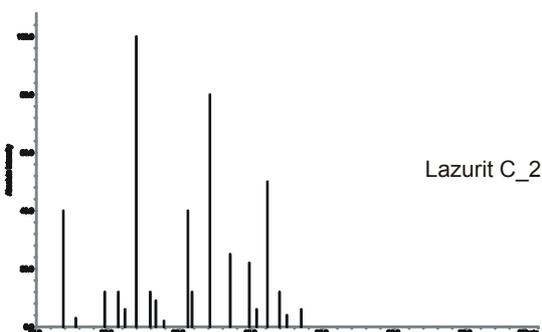
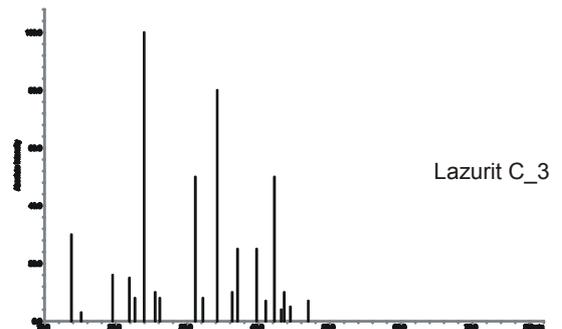
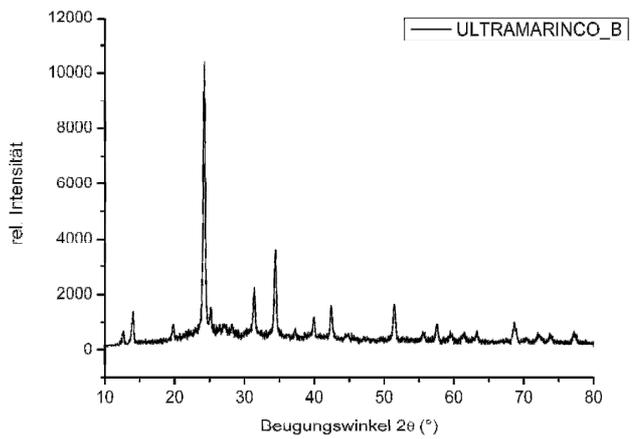
Ultramarin



2. Praxis

2.4 Auswertung der Diffraktogramme

Ultramarin



2. Praxis

Lazurite-A

PDF_Number : [41-1392]
Formula : $\text{Na}_6\text{Ca}_2\text{Al}_6\text{Si}_6\text{O}_{24}(\text{SO}_4)_2$
Symmetry : Triclinic P
Spacegroup : P1
Cell_A : 9.091 (3)
Cell_B : 12.857 (3)
Cell_C : 25.713 (5)
Cell_Alpha : 90.000
Cell_Beta : 90.000
Cell_Gamma : 90.000
Cell_Volume: 3005.41

Lazurite-M

PDF_Number : [41-1393]
Formula : $\text{Na}_6\text{Ca}_2\text{Al}_6\text{Si}_6\text{O}_{24}(\text{SO}_4)_2$
Symmetry : Monoclinic P
Spacegroup : P2/a
Cell_A : 36.360 (20)
Cell_B : 51.40 (3)
Cell_C : 51.40 (3)
Cell_Beta : 90.000
Cell_Volume: 96061.67

Pseudosymmetrie; aus Pulverdaten nicht unterscheidbar!

Lazurite-O

PDF_Number : [44-1458]
Formula : $(\text{Na}, \text{Ca}, \text{K})_8\text{Al}_6\text{Si}_6\text{O}_{24}(\text{SO}_4, \text{S}, \text{Cl})_2 \cdot x \text{H}_2\text{O}$
Symmetry : Orthorhombic P
Spacegroup : Pnaa
Cell_A : 9.072 (3)
Cell_B : 12.830 (3)
Cell_C : 38.490 (10)
Cell_Volume: 4480.00

Lazurite-C

PDF_Number : [44-1396]
Formula : $\text{Na}_6\text{Ca}_2\text{Al}_6\text{Si}_6\text{O}_{24}(\text{SO}_4)_2$
Symmetry : Cubic P
Spacegroup : P-43n
Cell_A : 9.0710
Cell_Volume: 746.39

2. Praxis

2.5 Anwendungen der Pulverdiffraktometrie

Industrielle Anwendungen

- Produktionsüberwachung
 - Restaustenitgehalt im Stahl
 - Freikalk im Zement
 - Quarz-Bestimmung in Gasen
- Phasenanalyse
- Quantitative Analyse von Phasengemischen
- Strukturbestimmung
- Qualitätskontrolle

Forschung

- Phasenanalyse
- Reaktionskontrolle
- Messungen unter Hochdruck
- Strukturbestimmung
- Methodenentwicklung

2. Praxis

2.6 Fragen und Antworten

Fragen: Gibt es sicherlich einige!?

Hier sind einige von mir:

Haben Sie das Prinzip der Indizierung verstanden?

Wie komme ich vom Diffraktogramm zu den Gitterparametern?

Wo ist der Nutzen und wo sind die Fallen der Pulverdiffraktometrie?

Wozu brauche ich die Methode?

Sind Röntgenstrahlen gefährlich?

Antworten: Hier im Skript und bei mir persönlich



PD DR. TOM NILGES

Institut für Anorganische und Analytische Chemie Universität Münster Corrensstraße 30 D-48149 Münster
Tel. +49 (0) 251/83-36645 Mail nilges@uni-muenster.de www.uni-muenster.de/Chemie.ac/nilges

Bitte kontaktieren Sie mich!

2. Praxis

Anhang

Tabelle 4: Die quadratischen Bragg'schen Gleichungen in den 7 Kristallsystemen

Triklin

$$\sin^2 \theta = \frac{\lambda^2}{4} [h^2 a^{*2} + k^2 b^{*2} + l^2 c^{*2} + 2klb^* c^* \cos \alpha^* + 2lhc^* a^* \cos \beta^* + 2hka^* b^* \cos \gamma^*]$$

$$a^* = \frac{1}{V} bc \sin \alpha, \quad \cos \alpha^* = \frac{\cos \beta \cos \gamma - \cos \alpha}{\sin \beta \sin \gamma}$$

$$b^* = \frac{1}{V} ca \sin \beta, \quad \cos \beta^* = \frac{\cos \gamma \cos \alpha - \cos \beta}{\sin \gamma \sin \alpha}$$

$$c^* = \frac{1}{V} ab \sin \gamma, \quad \cos \gamma^* = \frac{\cos \alpha \cos \beta - \cos \gamma}{\sin \alpha \sin \beta}$$

$$V = abc \sqrt{1 + 2 \cos \alpha \cos \beta \cos \gamma - \cos^2 \alpha - \cos^2 \beta - \cos^2 \gamma}$$

Monoklin

$$\sin^2 \theta = \frac{\lambda^2}{4} \left[\frac{h^2}{a^2 \sin^2 \beta} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2 \sin^2 \beta} - \frac{2hl \cos \beta}{ac \sin^2 \beta} \right]$$

Orthorhombisch

$$\sin^2 \theta = \frac{\lambda^2}{4} \left[\frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} \right]$$

Tetragonal

$$\sin^2 \theta = \frac{\lambda^2}{4a^2} [h^2 + k^2 + \left(\frac{a}{c}\right)^2 l^2]$$

Hexagonal und trigonal

$$\sin^2 \theta = \frac{\lambda^2}{4a^2} \left[\frac{4}{3} (h^2 + k^2 + hk) + \left(\frac{a}{c}\right)^2 l^2 \right]$$

Kubisch

$$\sin^2 \theta = \frac{\lambda^2}{4a^2} [h^2 + k^2 + l^2]$$

Auslöschungs- Typ	Reflex- klasse	Auslöschungs- bedingung	Verursachendes Element	Bemerkung
integral	<i>hkl</i>	$h+k+l$	P	s.Kap. 2.2.1
		$h+k+l \neq 2n$	I	
		$h+k \neq 2n$	C	
		$k+l \neq 2n$	A	
		$h+l \neq 2n$	B	
		$-h+k+l \neq 3n$	$R(\text{obvers})$	
		$h-k+l \neq 3n$	$R(\text{revers})$	
zonal	<i>0kl</i>	$k \neq 2n$	$b \perp a$	nur bei F
		$l \neq 2n$	$c \perp a$	
		$k+l \neq 2n$	$n \perp a$	
		$k+l \neq 4n$	$d \perp a$	
	<i>h0l</i>	$l \neq 2n$	$c \perp b$	nur bei F
		$h+l \neq 2n$	$n \perp b$	
		$h+l \neq 4n$	$d \perp b$	
	<i>hk0</i>	$h \neq 2n$	$a \perp c$	
	<i>0kl</i>	$k \neq 2n$	$b \perp c$	
	<i>0kl</i>	$h+k \neq 2n$	$n \perp c$	
	<i>0kl</i>	$h+k \neq 4n$	$d \perp c$	
	<i>hhl</i>	$l \neq 2n$	$c \perp [110]$	tetragonal und kubisch
			$c \perp [120]$	trigonal
		$2h+l \neq 4n$	$d \perp [110]$	tetragonal und kubisch I
	<i>hhl</i>	$l \neq 2n$	$c \perp a$	trigonal, hexagonal
seriell	<i>h00</i>	$h \neq 2n$	$2_1 \parallel a$	kubisch
		$h \neq 4n$	$4_1, 4_3 \parallel a$	
	<i>0k0</i>	$k \neq 2n$	$2_1 \parallel b$	kubisch
		$k \neq 4n$	$4_1, 4_3 \parallel b$	
	<i>00l</i>	$l \neq 2n$	$2_1, 4_2, 6_3 \parallel c$	trigonal, hexagonal tetragonal, kubisch hexagonal
	<i>00l</i>	$l \neq 3n$	$3_1, 3_2, 6_2, 6_4 \parallel c$	
	<i>00l</i>	$l \neq 4n$	$4_1, 4_3 \parallel c$	
	<i>00l</i>	$l \neq 6n$	$6_1, 6_5 \parallel c$	