

Pulver-Diffraktometrie (D8, Bruker AXS)

Messgrößen

- Intensität, Winkellage und Anordnung von Röntgeninterferenzen

Prinzip

Das D8-Pulverdiffraktometer wird für die qualitative und halbquantitative Analyse von kristallinen Stoffgemischen, in Pulvern, Sinterkörpern oder Verbundwerkstoffen eingesetzt. Nach dem Prinzip der Beugung monochromatischer Röntgenstrahlung an kristallinen Strukturgittern, erfasst das Gerät winkelabhängig Röntgeninterferenzen, deren Zuordnung nach Winkellage, Anordnung und relativer Intensität eine Identifikation der Bestandteile des Stoffgemisches ermöglichen.

Ein Atom, dessen Elektronenhülle von monochromatischer Röntgenstrahlung getroffen und angeregt wird, sendet kugelförmige Sekundärstrahlung gleicher Wellenlänge aber geringerer Intensität aus. Da diese Streuung an nahezu unendlich vielen Atomen gleichzeitig auftritt, kann es bei einer definierten Wellenlänge λ ; und unter einem bestimmten Einstrahlwinkel θ ; zu gegenseitiger Verstärkung oder Auslöschung der Streustrahlung kommen. Nach der Bragg-Gleichung wird die Beugung der Röntgenstrahlung ($\lambda = 1,5405 \text{ \AA}$) wie eine Reflexion an Netzebenen betrachtet:

$$(n = 1, 2, 3, \dots)$$

Demzufolge muss es, je nach Netzebenenabstand d und dem so genannten Glanzwinkel θ ; zur Interferenz n -ter Ordnung kommen. Das im Messkreis mitbewegte Zählrohr misst die Intensität der am Kristallgitter gebeugten Röntgenstrahlung in Abhängigkeit vom Einstrahlwinkel θ ; . Durch das Erscheinen, die relative Anordnung, die Intensität sowie die Form und Ausprägung der

Röntgeninterferenzen kann auf die Art und eventuell auch den Zustand des beugenden Kristallgitters und damit auf Art und Zusammensetzung der kristallinen Bestandteile in der Probe geschlossen werden. Die Messanordnung (Bragg-Brentano Geometrie) des Pulverdiffraktometers setzt allerdings voraus, dass allein durch die statistische Verteilung der Kristallkörner für jede denkbare Netzebenenschar (hkl) jeweils genügend Kristallite vorhanden sind, für die die betreffenden Netzebenen parallel zur Probenoberfläche orientiert sind, so dass die Bedingungen zur Interferenz unter dem entsprechenden Glanzwinkel (Einstrahlwinkel) erfüllt sind. Am leichtesten lässt sich dies mit einem feinen Pulver erreichen, woraus sich die Bezeichnung („Pulver-Diffraktometer“) des Gerätes ableitet. Aber auch gesinterte keramische Körper mit einem feinkörnigen Gefüge können diese Voraussetzungen erfüllen.

Kommt es zu einer auffallenden Abweichung der relativen Intensitäten einiger wichtiger Röntgeninterferenzen, kann dies ein Hinweis auf ein texturiertes Gefüge in der Probe sein. Bei einer Textur kommen bestimmte Netzebenenscharen mit bevorzugter Häufigkeit in „Reflexionsstellung“ und zeigen deshalb ungewöhnlich hohe Intensitäten, während andere auffallend schwach in Erscheinung treten, weil nur relativ wenige Kristallite die dafür erforderliche Orientierung zu Probenoberfläche aufweisen.

Anwendung

Neben einer rein qualitativen Aufklärung von Phasenzusammensetzungen in Pulvern oder gesinterten Keramikkörpern bietet das Pulver-Diffraktometer die Möglichkeit durch vergleichende Probenreihen stoffliche Veränderungen und chemische Reaktionen, die zu einem



Modifikationswechsel oder zum Auftreten neuer Phasen führt, nachzuweisen. Auffallende Veränderungen im Auftreten wichtiger Interferenzen lassen zum Teil auch Aussagen über den Zustand der enthaltenen kristallinen Phasen zu (z.B. Textur, mechanische Spannungen, eventuell sogar Fehlorderungen im Kristallgitter).

- Qualitative Analyse eines kristallinen Mehrphasen-Gemisches
- Bestimmung der wichtigsten Gitterparameter (d.h. Geometrie der Elementarzelle und die Gitterkonstanten) der in der Probe enthaltenen kristallinen Phasen
- Halbquantitative Analyse der Zusammensetzung bei mehrphasigen Proben mittels Intensitätsvergleich und Vergleich mit Eichproben als Referenz (Nachweisgrenze ca. 5 Vol.-%)
- Aussagen über eventuell vorhandene Texturen durch veränderte Intensitäten oder über mechanische Verspannungen im Kristallgitter durch in ihren Winkellagen verschobene Interferenzen
- Aussagen über auftretende Modifikationswechsel, Kristallinität (Restglasgehalte) und mögliche Mischkristallbildungen

Literatur / Referenzen

- ➔ 1. W. Borchardt-Ott: Kristallographie. 3. Aufl., Berlin Heidelberg: Springer Verl. (1990), ISBN 3-540-52931-4
- ➔ 2. F. Raaz: Röntgenkristallographie. Sammlung Götschen, Berlin: Walter de Gruyter Verl. (1975), ISBN 3-110-03913-3
- ➔ 3. M. J. Buerger: Kristallographie – Einführung in die geometrische und röntgenographische Kristallkunde. Berlin, New York: Walter de Gruyter Verl. (1977), ISBN 3-110-04286-X
- ➔ 4. H. Krischner: Einführung in die Röntgen-Feinstruktur-Analyse. 4. Aufl., Braunschweig: Vieweg Verl.

(1990), ISBN 3-528-38324-0

- ➔ 5. E. R. Wölfel: Theorie und Praxis der Röntgen-Strukturanalyse. 3. Aufl., Braunschweig: Vieweg Verl. (1987), ISBN 3-528-28349-1

Kontakt

- ➔ Thomas Ullmann, , Tel: +49 711 6862 8497, Fax: +49 711 6862 227
- ➔ Dr. phil. nat. Dorothee Maria Rück, Technologiemarketing

Dieses Handout sowie Querverweise zu verwandten Messtechniken und Anlagen finden Sie unter: <http://messtec.dlr.de/link-172-de>.