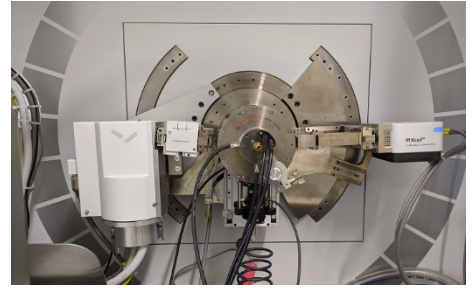


Röntgendiffraktometrie:

Quantitative Phasenanalyse bei Raum-Temperatur und *in-situ* Messungen bis 1200°C



X-ray diffractometry:

Quantitative phase analysis at room-temperature and *in-situ* measurements at temperatures up to 1200°C

Messprinzip

Mit der Methode der Röntgendiffraktometrie kann eine Vielzahl von Stoffeigenschaften bestimmt werden. Dies reicht von der qualitativen und quantitativen Phasenzusammensetzung bis zu Parametern der Kristallstruktur einzelner Phasen. Diese Eigenschaften bestimmen neben der rein chemischen Zusammensetzung das Verhalten von Stoffen. Die Methode basiert auf der elastischen Streuung von Röntgenstrahlung an den Atomen im Kristallgitter. Voraussetzung ist das Vorhandensein einer 3-dimensional geordneten Kristallstruktur in der gemessenen Substanz.

Method

X-ray diffractometry (XRD) is a method for investigation of various material properties, like the qualitative and quantitative phase composition or parameters of the crystal structures of individual phases. Apart from the chemical composition, these properties determine the behavior of materials. XRD utilizes the phenomenon of inelastic scattering of X-rays by periodic array of atoms within the crystal lattice. Thus, X-ray diffraction is limited essentially to crystalline samples with 3-dimensional ordered crystal structures.

Anwendungen:

Phasen Identifikation und Quantifizierung von kristallinen und nano-kristallinen Bestandteilen, Bestimmung der Kristallinität, Strukturbestimmung und Verfeinerung, Messungen unter nicht-ambienten Bedingungen, *In situ* Kristallisation, Rekristallisation und Reaktionskinetik.

Application:

Phase identification and quantification of crystalline and nano-crystalline substances, determination of crystallinity, structure solution and refinement, non-ambient measurements, *in-situ* crystallization, recrystallization and reaction kinetics.

Proben:

Pulver, stückige Proben, Pasten, Suspensionen (Slurries), dünne Schichten etc. Probenmenge: 1mg - 5g. Für die quantitative Analyse wird ein Standard (z.B. Korund) zugemischt. Dies ermöglicht neben der Bestimmung der kristallinen Anteile auch die Berechnung der Gesamtmenge des nicht-kristallinen Anteils der Probe.

Samples:

Powder, sample fragments, pastes, suspensions (slurries), thin layers etc. Amount of sample: 1mg-5g. Standard (e.g. Corundum) is added for quantitative analysis. This enables the determination of crystalline content and the calculation of amorphous content.

Gerät:

Malvern –Panalytical Empyrean Diffraktometer. Cu Röhre, Bragg-Brentano HD Optik, Feste Blenden, PIXcel 3D Detektor, Parallelstrahlkollimator, Kleinwinkelblende, Probenwechsler für bis zu 45 Proben.

Diffractometer:

Malvern –Panalytical Empyrean diffractometer. Cu tube, Bragg-Brentano HD optics, fixed slits, PIXcel 3D detector, soller slits (parallel collimators), divergence slit, sample changer for up to 45 samples.

Messanordnung:

Weitwinkelstreuung (WAXS) Messungen können in Bragg-Brentano $\theta/\theta\theta$ reflexion, sowie in Transmission durchgeführt werden, Kleinwinkelstreuung (SAXS).

Measurement geometry:

Wide-angle X-ray scattering (WAXS) measurements in Bragg-Brentano $\theta/\theta\theta$ reflexion, transmission and small-angle x-ray scattering (SAXS).

Software: HighscorePlus, Easy SAXS, Topas 4.2, DiffracPlus, CrystalDiffract, Datenbanken: PDF2, COD19.

Software: HighscorePlus, Easy SAXS, Topas 4.2, DiffracPlus, CrystalDiffract, databases: PDF2, COD19.

Probenträger: Backloading, Frontloading, Si Plättchen, Transmissionsprobenträger, Probenträger für Luftpempfindliche Materialien

Sample holder: Backloading, frontloading, Si discs, sample carriers for transmission and for samples that are sensitive to air

In-situ:

Zusätzlich zur Analytik bei Raumtemperatur kann mit einer Hochtemperatur-Ofenkammer (HTK1200N Anton Paar) *in-situ* das Verhalten von Stoffen bis 1200°C an Luft, N₂ und unter Vakuum untersucht werden. Die Messungen dienen dem Monitoring von Kristallisations- und- Re-Kristallisationsprozessen, der Ermittlung von thermischen Eigenschaften (Ausdehnungskoeffizienten, Dichte, Strukturparameter) und der Untersuchung von thermisch induzierten Phasentransformationen.

In-situ:

In addition to room temperature analytics, material properties can be investigated *in-situ* in a high-temperature chamber (HTK1200 Anton Paar). Maximum temperature is 1200°C and samples can be measured in air, N₂ and vacuum. Such measurements are used for monitoring of crystallization and re-crystallization processes, determination of thermal properties (expansion coefficient, density, structure parameter) and for the investigation of thermal-induced phase transformations.

Messungen mit Standard liefern ein vom Gerät weitestgehend unabhängiges vergleichbares quantitatives Ergebnis. Für die Messungen in der Hochtemperatur Kammer kann aufgrund möglicher Reaktionen der Standardsubstanz mit der Probe kein Standard eingesetzt werden.

Room temperature measurements with standard provide comparable quantitative results. For the measurements in the high-temperature chamber, no standard is added in order to prohibit reactions between the standard substance and the sample.