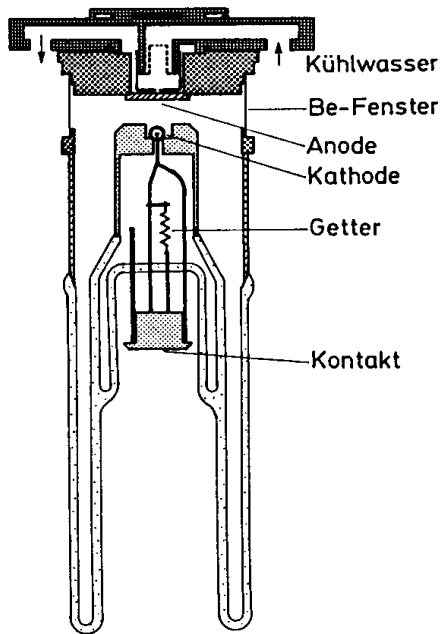


RÖNTGEN-PULVERDIFFRAKTOMETRIE (XRPD)

Emissionsspektrum einer Röntgenröhre

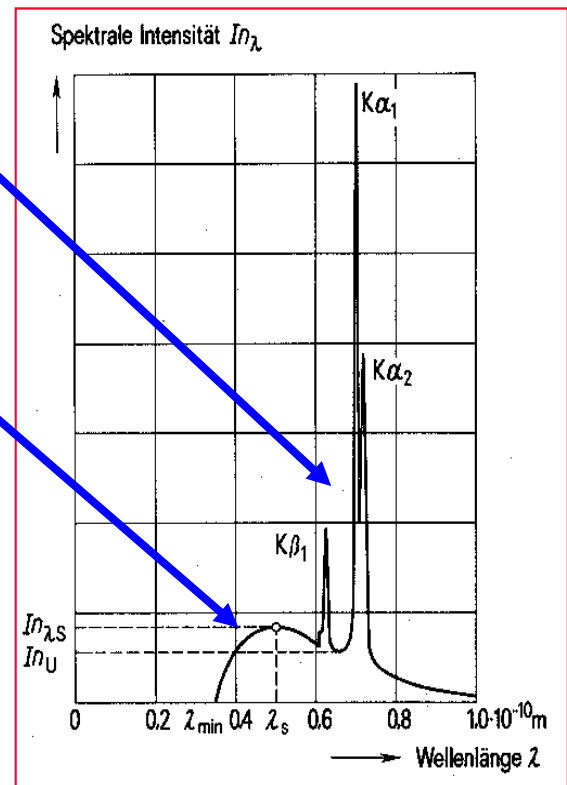
Röntgenröhre (Mo)



**charakteristische Strahlung
(Linienspektrum)**

**“Bremsstrahlung”
(kontinuierliches Spektrum)**

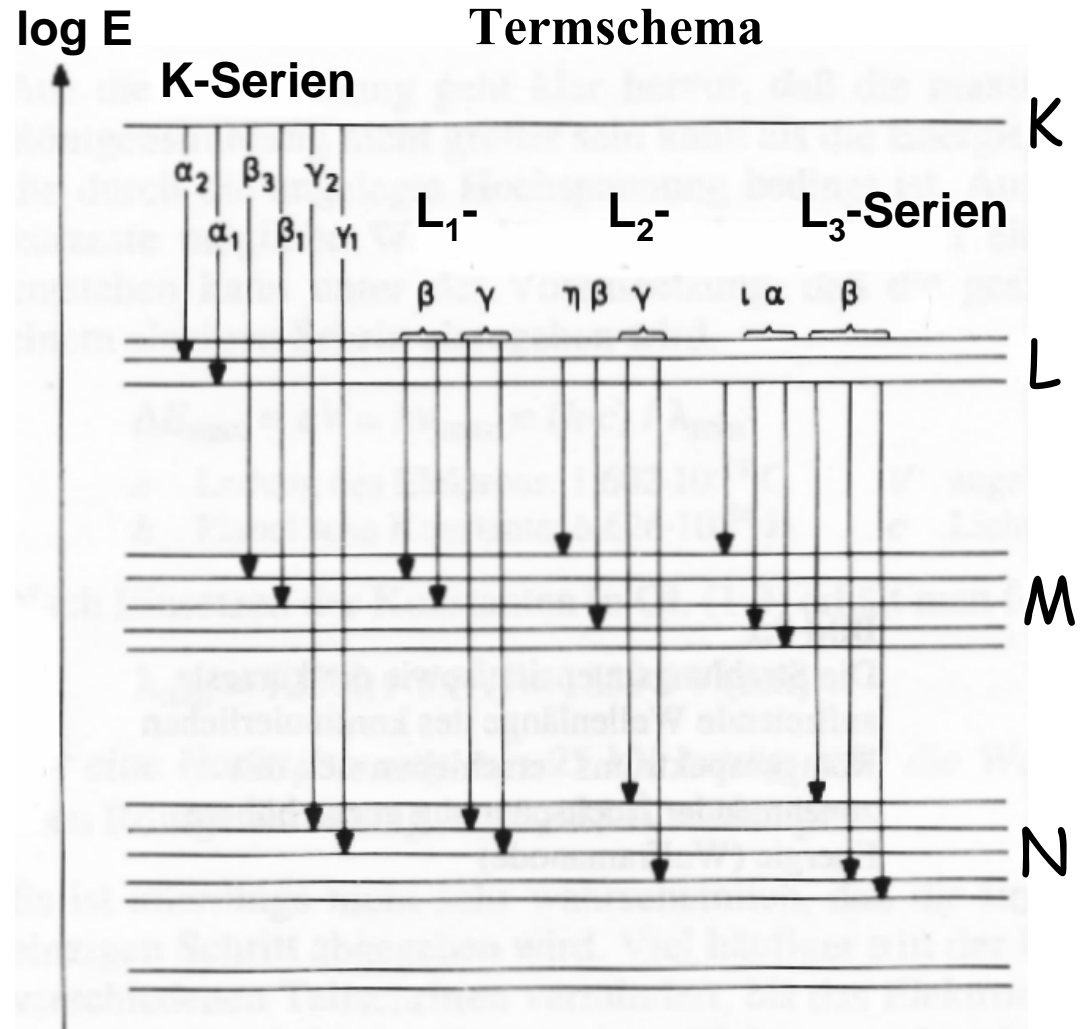
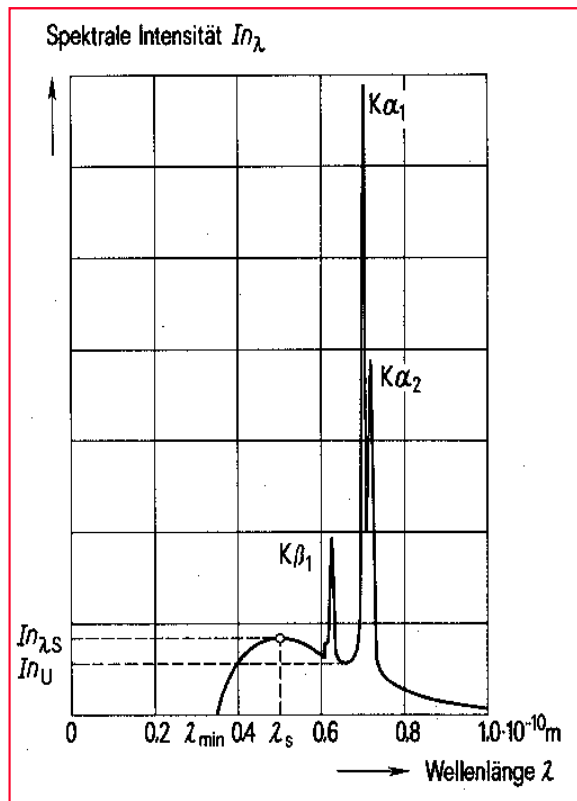
Brems-/Emissionsspektren



RÖNTGEN-PULVERDIFFRAKTOMETRIE (XRPD)

Emissionsspektrum einer Röntgenröhre

Brems-/Emissionsspektrum



RÖNTGEN-PULVERDIFFRAKTOMETRIE (XRPD)

Röhrenhaube und Röntgenröhre

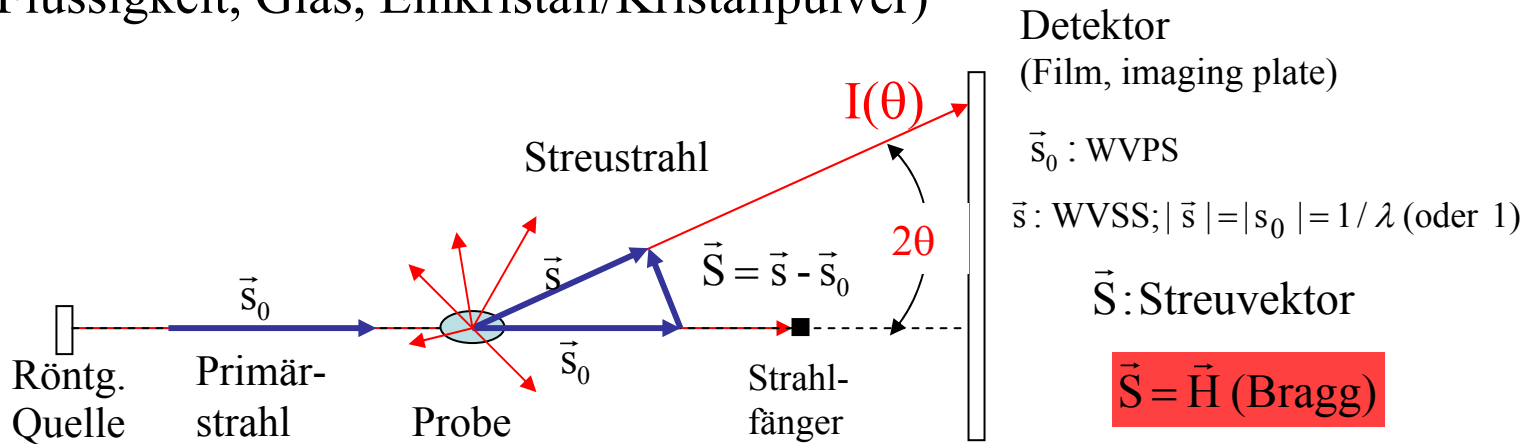


Keramik-Röhre

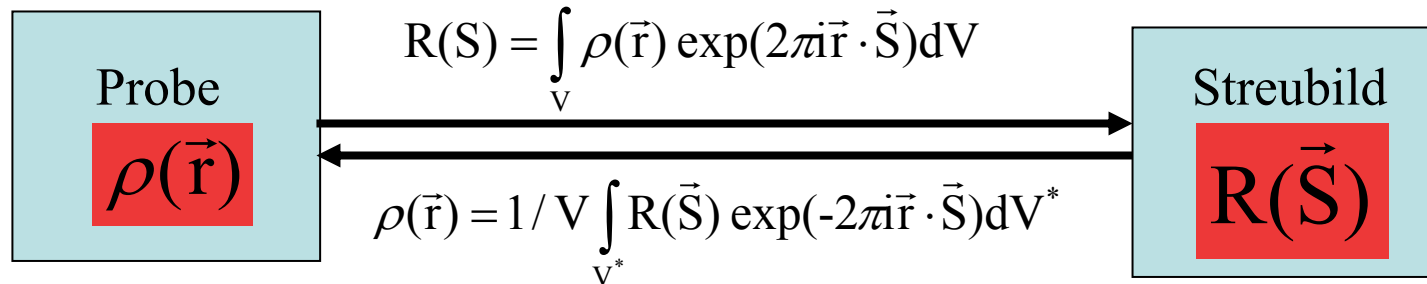
Röhrenhaube

Streuung von Röntgenstrahlen

(Gas, Flüssigkeit, Glas, Einkristall/Kristallpulver)



Fouriertransformierte der Elektronendichteverteilung

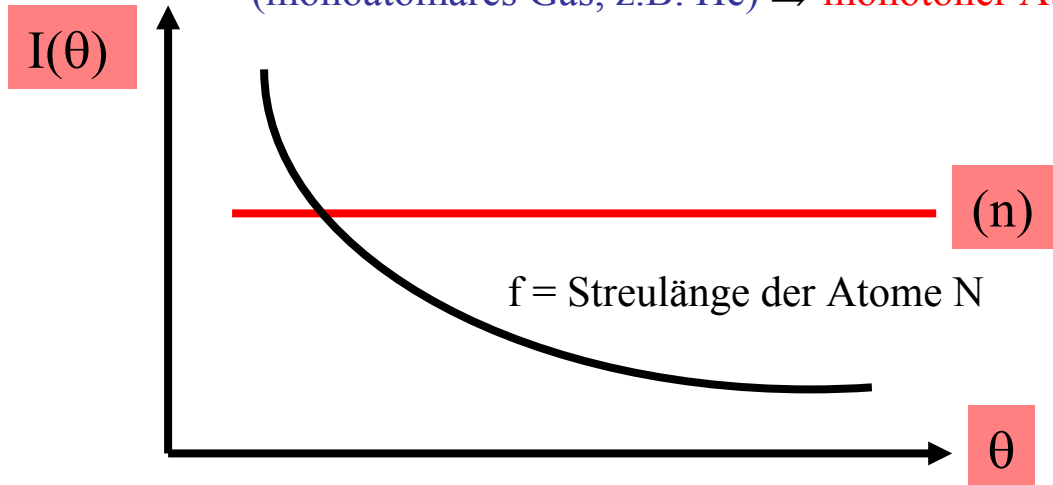


V : Probenvolumen \vec{r} : Raumvektor R : Streuamplitude

\vec{S} : Streuvektor = Vektor im Fourier- (Impuls-) Raum, $|R(\vec{S})|^2 \approx I_{hkl}$

Streuung an einer amorphen Probe

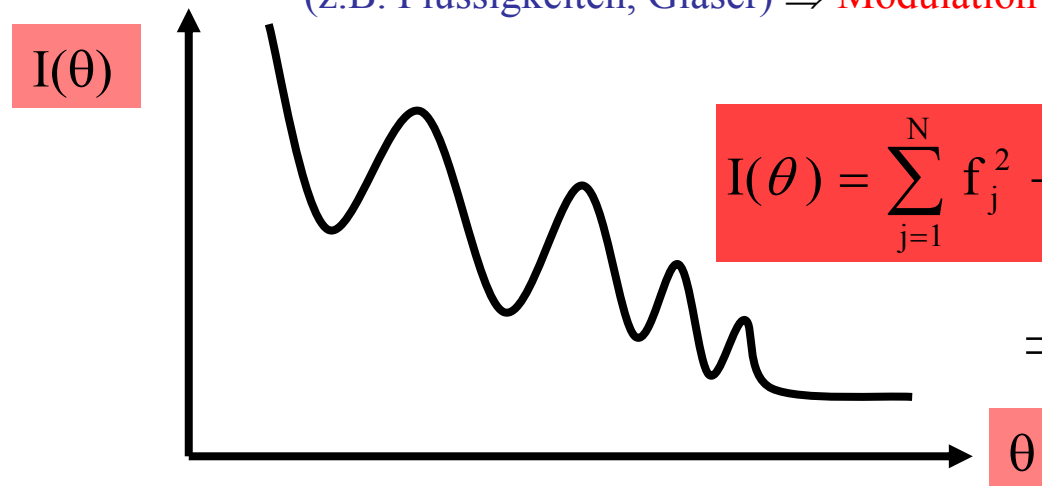
keine Fernordnung, keine Nahordnung
(monoatomares Gas, z.B. He) \Rightarrow **monotoner Abfall**



$$I(\theta) = N \cdot f^2$$

$\Rightarrow ???$

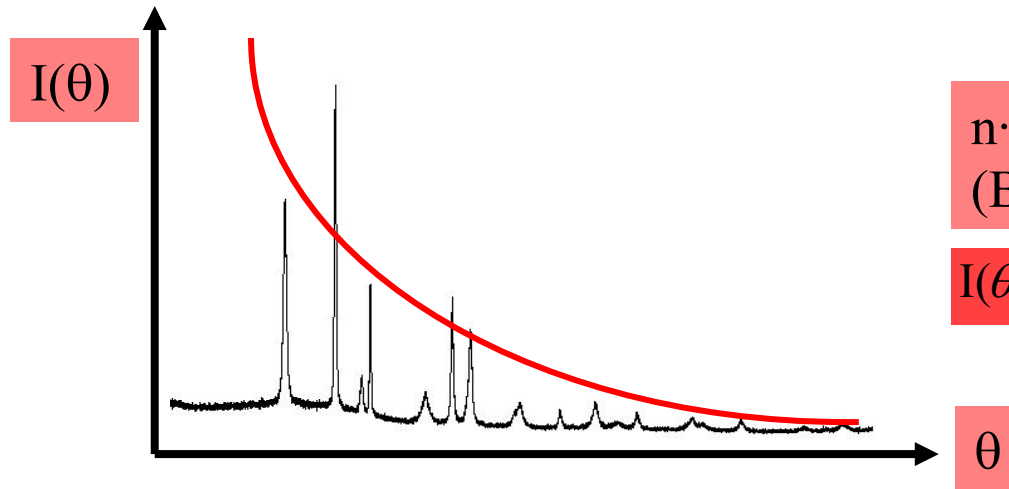
keine Fernordnung, aber Nahordnung
(z.B. Flüssigkeiten, Gläser) \Rightarrow **Modulation**



$$I(\theta) = \sum_{j=1}^N f_j^2 + 2 \sum_{j>} \sum_i f_j f_i \cos [\pi (\vec{r}_j - \vec{r}_i) \vec{S}]$$

\Rightarrow radiale Verteilungsfunktion

Streuung an einer kristallinen Probe



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

(Bragg-Gleichung)

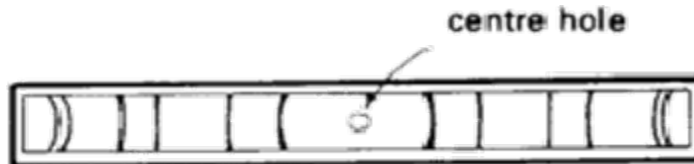
$$I(\theta) = f(f_j, \vec{r}_j)$$

Kristallpulver

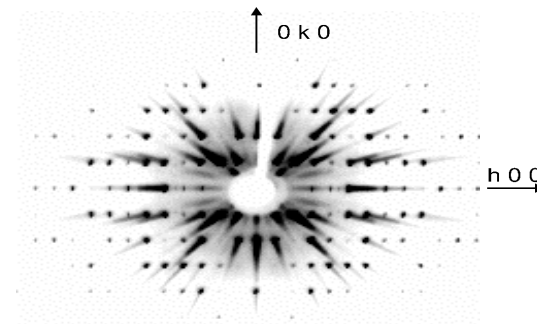
Orientierung statistisch, λ fest
 \Rightarrow Interferenzkegel

Einkristall

Orientierung oder λ variabel
 \Rightarrow Interferenzpunkte (Reflexe)



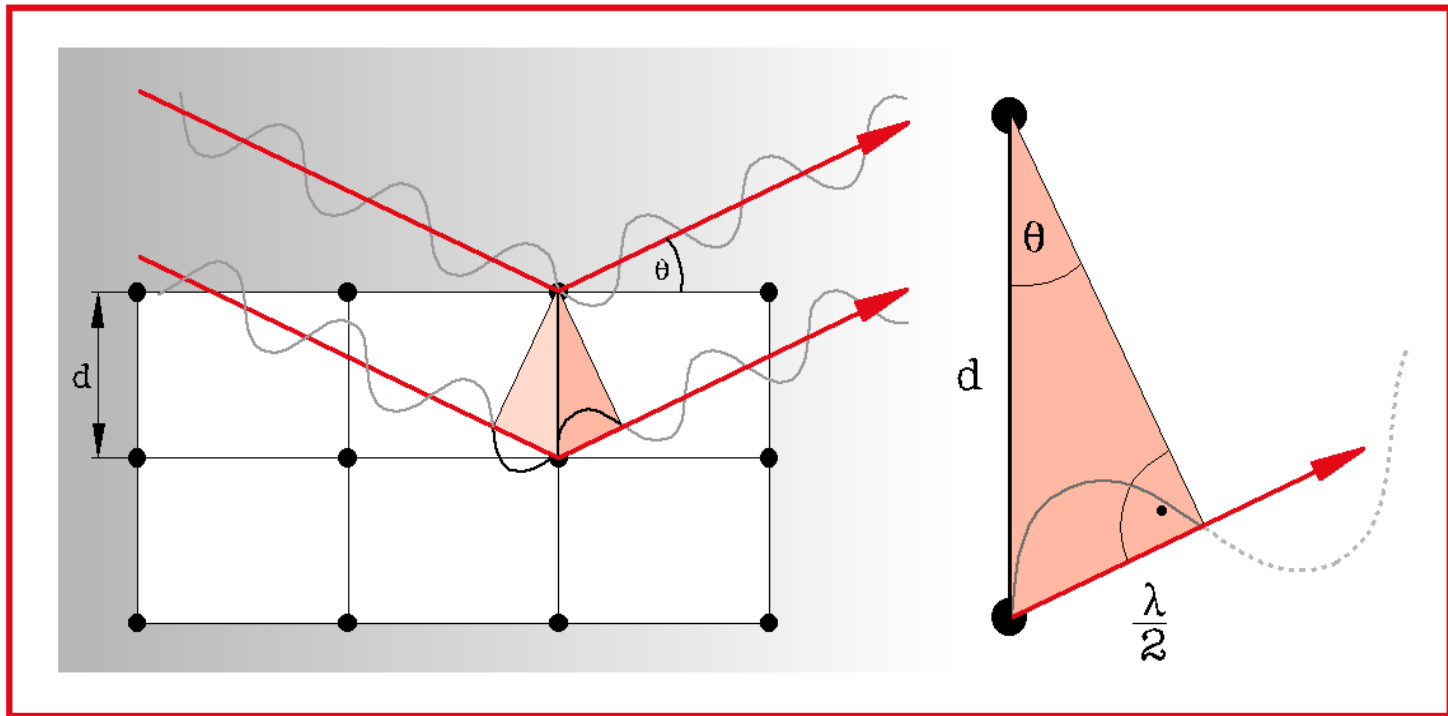
Debye-Scherrer-Diagramm



Präzessions-Diagramm

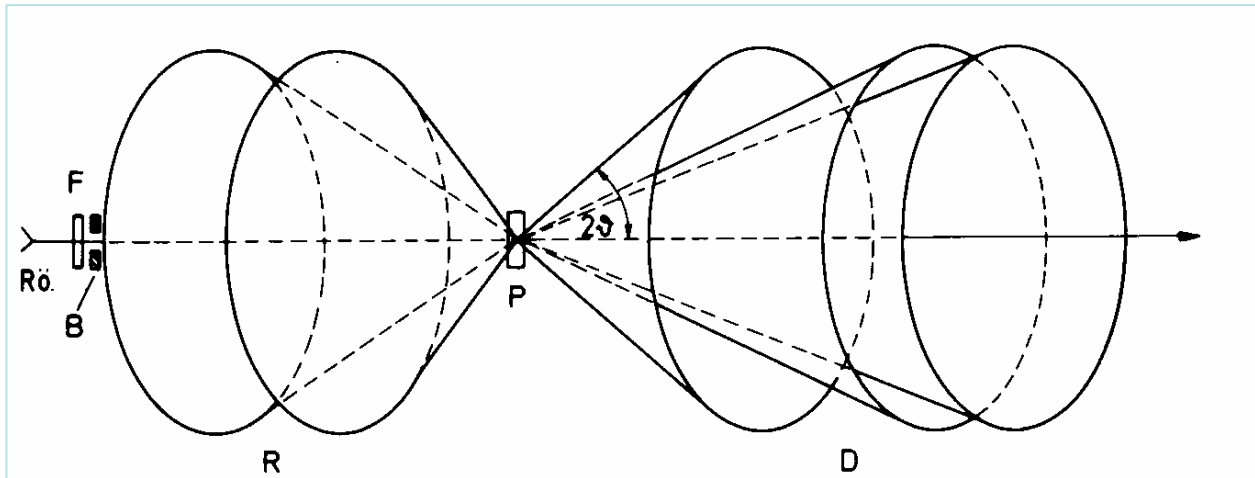
RÖNTGEN-PULVERDIFFRAKTOMETRIE (XRPD)

Die von einem Kristall gestreute Röntgenstrahlung wird nur für die Strahlen nicht vollständig ausgelöscht, die „in Phase“ sind.



Bragg-Gleichung: $n \cdot \lambda = 2d \cdot \sin\theta$ bzw. $\lambda = 2d_{hkl} \cdot \sin\theta_{hkl}$

RÖNTGEN-PULVERDIFFRAKTOMETRIE (XRPD)



In einer Pulverprobe sind die Kristallite statistisch (random) orientiert.

Eine Pulverprobe liefert daher für jede Netzebenenschar **hkl** je einen Diffraktionskegel mit hoher Streuintensität.

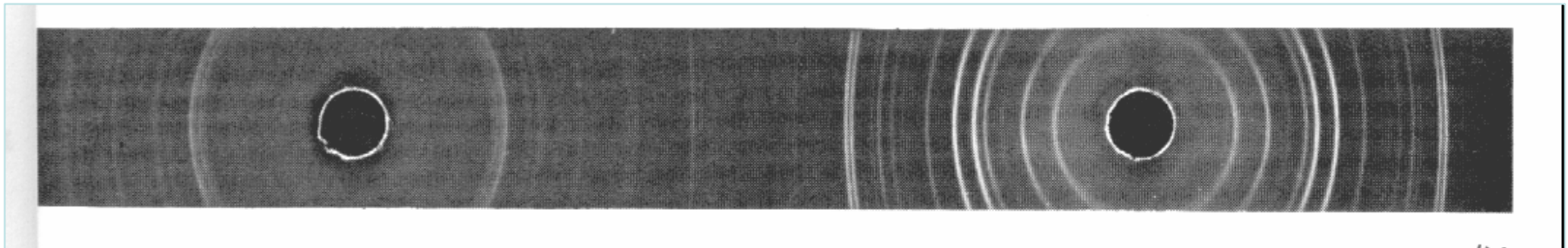
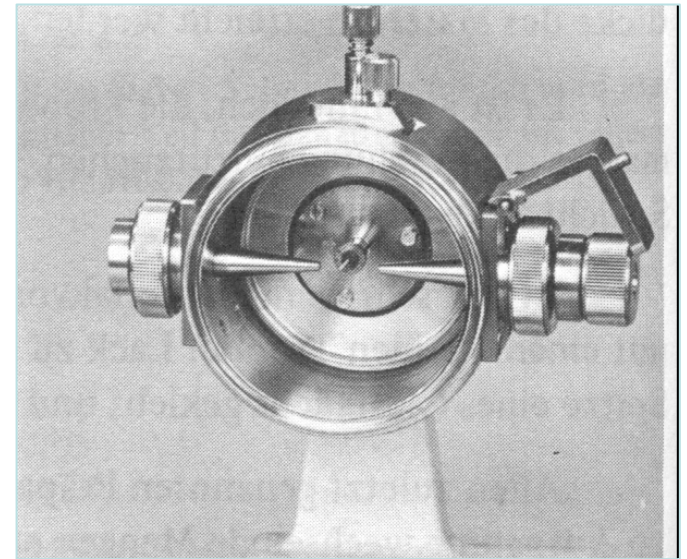
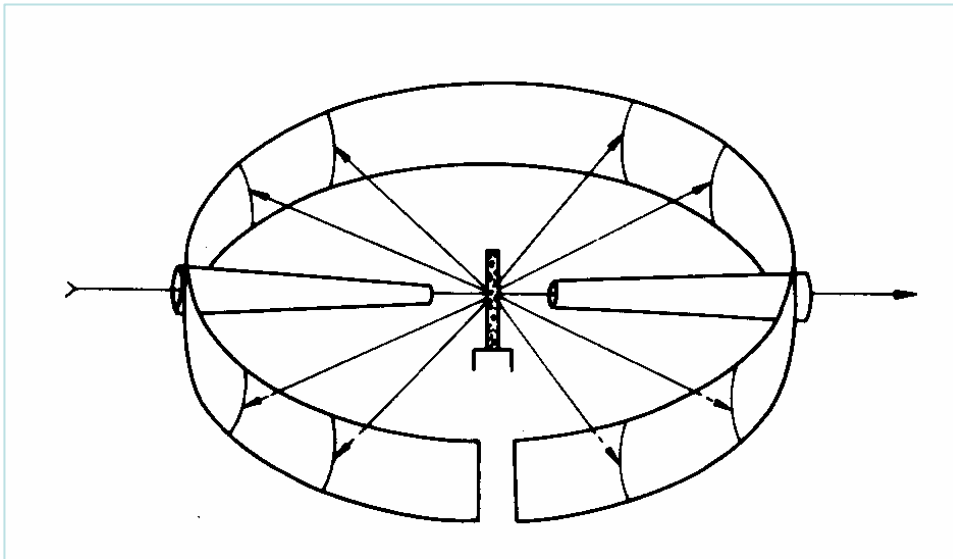
Der Öffnungswinkel der Kegel beträgt $4\theta_{\text{hkl}}$ (4 x Beugungswinkel θ_{hkl})

Aus dem Beugungswinkel θ_{hkl} läßt sich der Netzebenenabstand d_{hkl} der zugehörigen Netzebenenschar nach der Bragg-Gleichung berechnen:

$$d_{\text{hkl}} = \lambda / (2 \sin \theta_{\text{hkl}}).$$

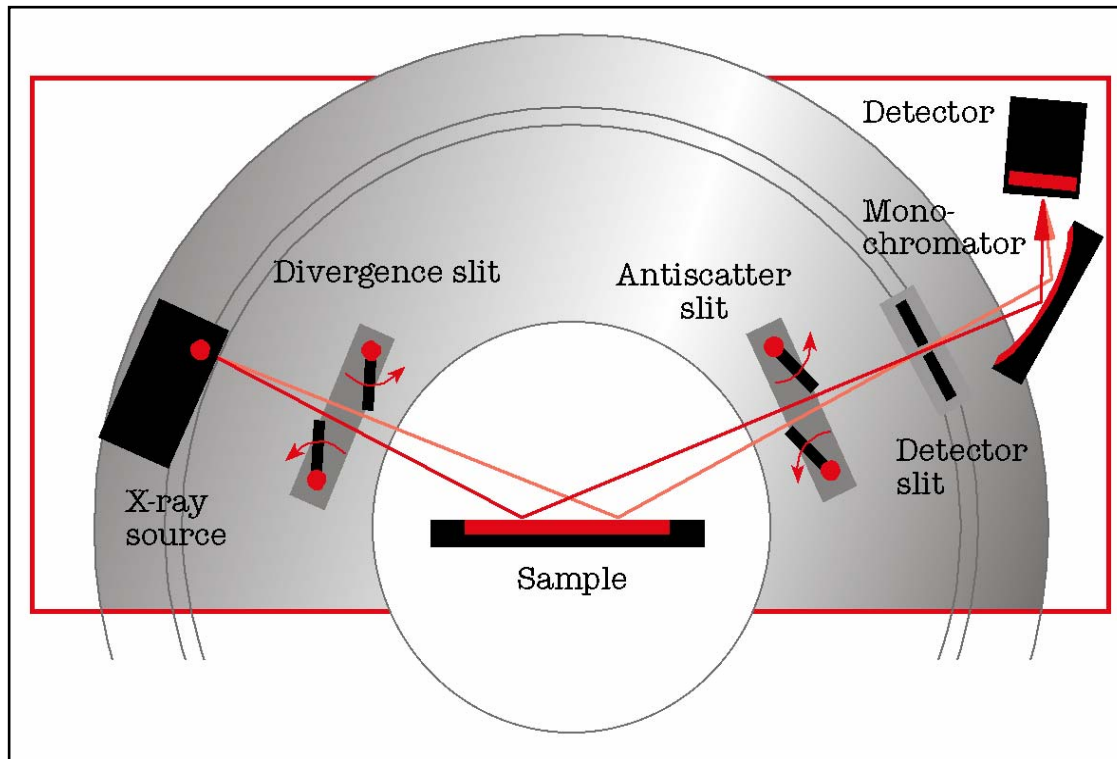
RÖNTGEN-PULVERDIFFRAKTOMETRIE (XRPD)

Debye-Scherrer-Geometrie



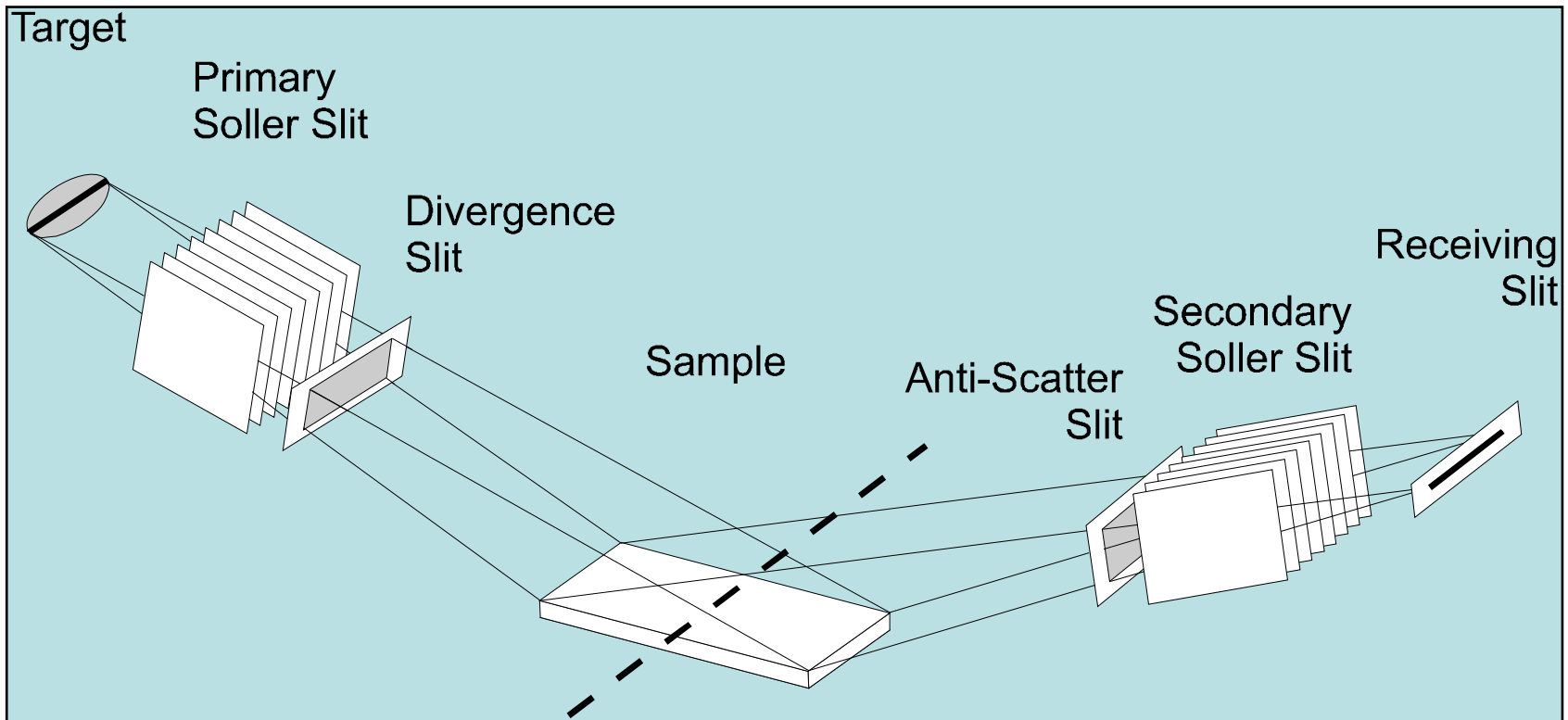
RÖNTGEN-PULVERDIFFRAKTOMETRIE (XRPD)

Bragg-Brentano-Geometrie



RÖNTGEN-PULVERDIFFRAKTOMETRIE (XRPD)

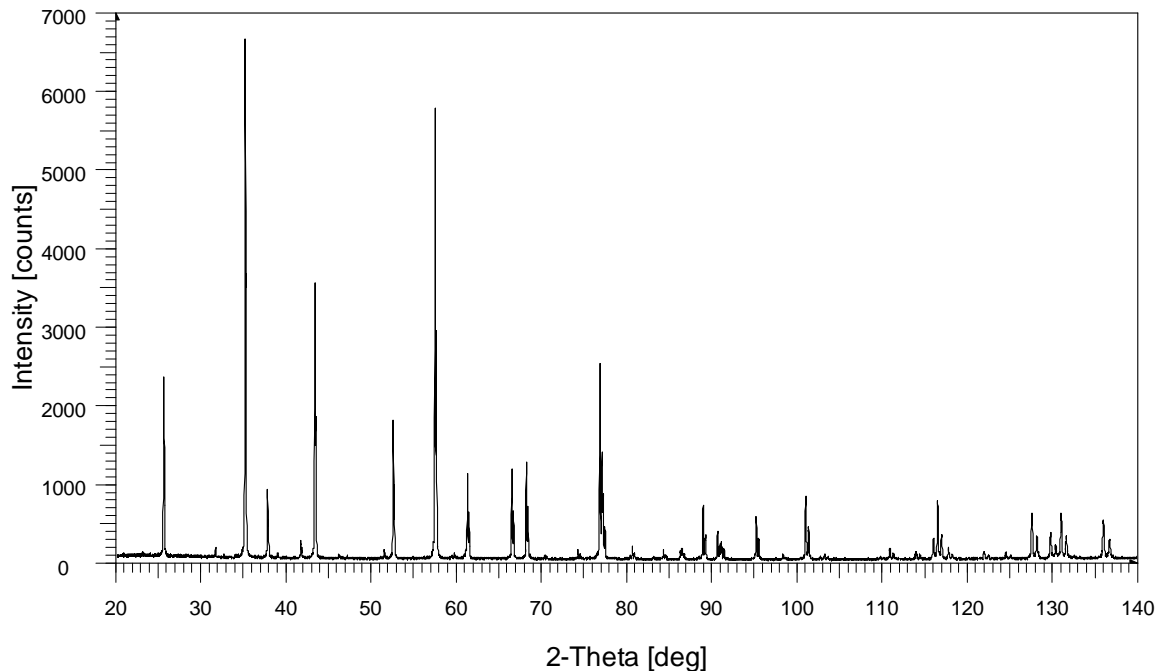
Bragg-Brentano-Geometrie Strahlengang



RÖNTGEN-PULVERDIFFRAKTOMETRIE (XRPD)

Bragg-Brentano-Geometrie

Standardmessung (Korund-Plättchen)



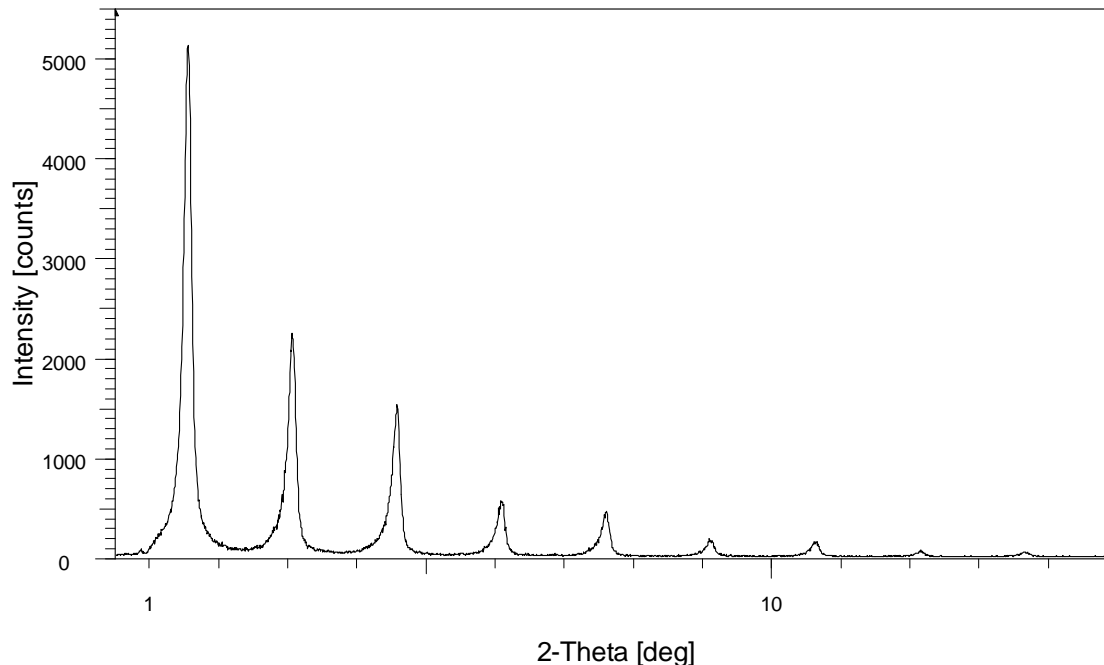
- D8 ADVANCE,
- Cu-Strahlung,
40 kV, 40 mA
- Schrittweite: 0,013°
- Zeit pro Schritt:
0,02 sec
- Geschwindigkeit:
39°/Minute
- Totale Messzeit:
3:05 Minuten

Korund - Type: 2Th/Th locked - Step: 0.013° - Step time: 0. s

RÖNTGEN-PULVERDIFFRAKTOMETRIE (XRPD)

Bragg-Brentano-Geometrie

Kleinwinkelmessung mit Silber-Behenate ($\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{20}\text{-COOAg}$)

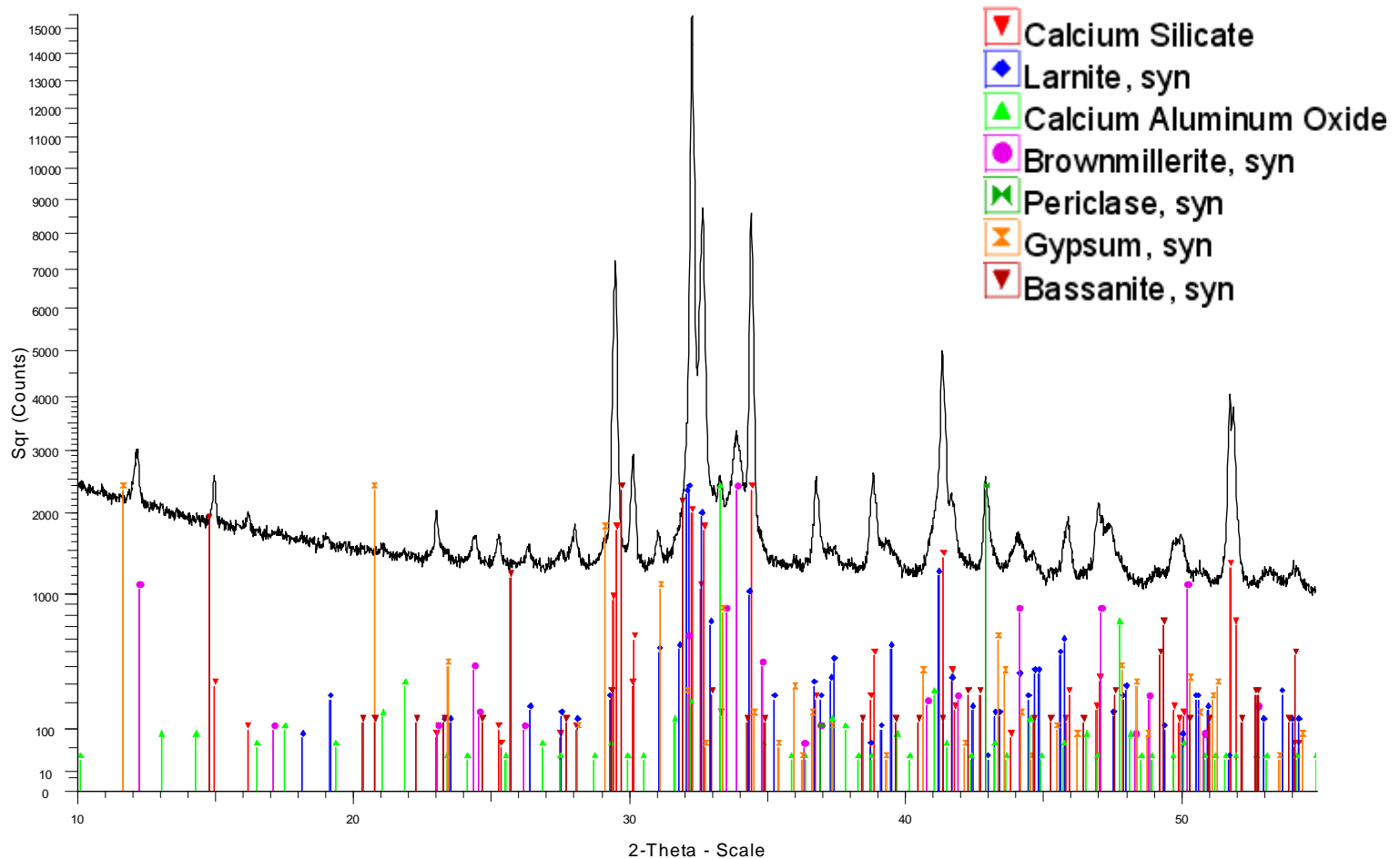


Ag-behenate 0.1dg divergence 2.3 soller 1-3mm slits ni filt - Type: 2Th/Th locked - Start: 0.500 ° - End: 19.998 ° - Step: 0.007 ° -

- D8 ADVANCE,
- Cu-Strahlung,
40kV / 40 mA
- Divergenzblende: 0,1°
- Schrittweite: 0.007°
- Zählzeit/Schritt: 0.1 sec
- Geschwindigkeit:
4.2°/Minute
- Gesamtmesszeit:
3:35 Minuten

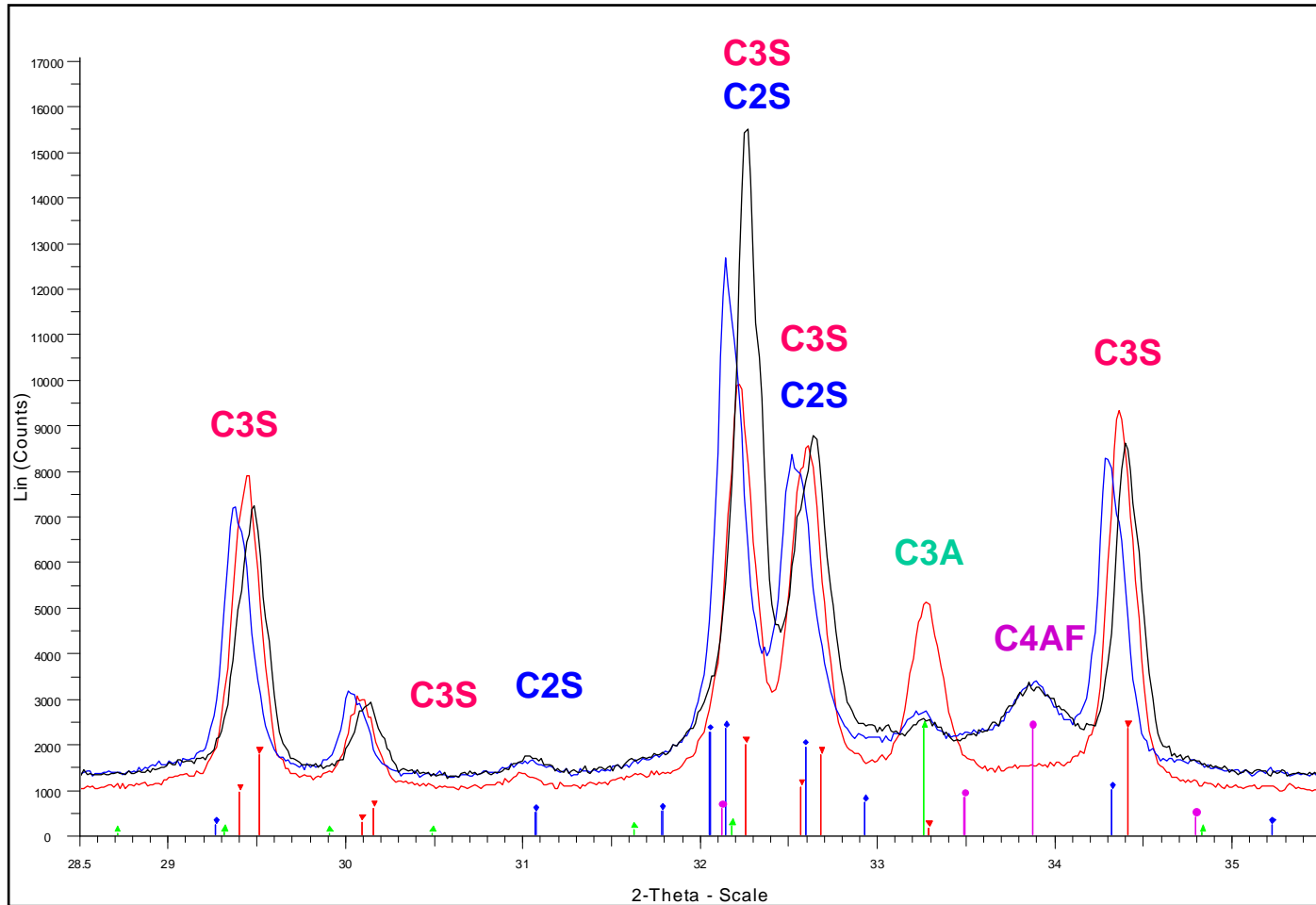
RÖNTGEN-PULVERDIFFRAKTOMETRIE (XRPD)

Quantitative Phasenanalyse von Zement



RÖNTGEN-PULVERDIFFRAKTOMETRIE (XRPD)

Quantitative Phasenanalyse von Zement



RÖNTGEN-PULVERDIFFRAKTOMETRIE (XRPD)

Beziehungen zwischen d_{hkl} und den Gitterkonstanten $a, b, c, \alpha, \beta, \gamma$

System	d_{hkl}
Cubic	$\left[\frac{1}{a^2}(h^2 + k^2 + l^2) \right]^{-1/2}$
Tetragonal	$\left[\frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} \right]^{-1/2}$
Orthorhombic	$\left[\frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} \right]^{-1/2}$
Hexagonal	$\left[\frac{4}{3a^2}(h^2 + hk + k^2) + \frac{l^2}{c^2} \right]^{-1/2}$ hexagonal indexing
	$\left[\frac{1}{a^2} \frac{(h^2 + k^2 + l^2) \sin^2 \alpha + 2(hk + kl + lh)(\cos^2 \alpha - \cos \alpha)}{1 - 2 \cos^3 \alpha + 3 \cos^2 \alpha} \right]^{-1/2}$ rhombohedral indexing
Monoclinic	$\left[\frac{h^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} - \frac{2hl \cos \beta}{ac} + \frac{k^2}{b^2} \right]^{-1/2}$
Triclinic	$\left[\frac{h^2}{a^2} \sin^2 \alpha + \frac{k^2}{b^2} \sin^2 \beta + \frac{l^2}{c^2} \sin^2 \gamma + \frac{2hk}{ab} (\cos \alpha \cos \beta - \cos \gamma) + \frac{2kl}{bc} (\cos \beta \cos \gamma - \cos \alpha) + \frac{2lh}{ca} (\cos \gamma \cos \alpha - \cos \beta) \right]^{-1/2}$

