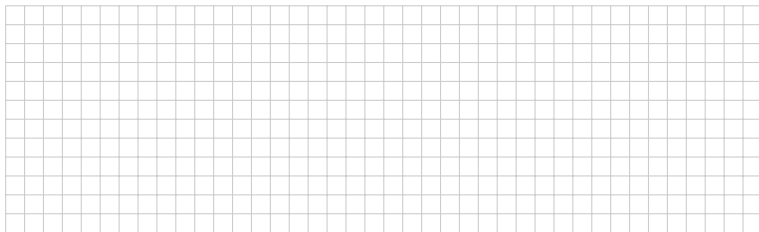


## 1. Einleitung

Übersicht Charakterisierungsmethoden, Einordnung der Beugung



'Grundlagen der Röntgenbeugung', SS 24, Caroline Röhr



- ▶ Synthese-Ziel: Stoffe/Materialien mit bestimmten Eigenschaften, Wirkungen, Anwendungen
- ▶ nach Synthese bzw. Isolierung (z.B. Biochemie, Geochemie, Umweltanalytik ...)
- ▶  $\mapsto$  Charakterisierung der Produkte/Stoffe bezüglich
  - ? chemische Zusammensetzung (Elemente, Molekülmassen, Konzentrationen ...)
  - ? **Struktur**
  - ? gewünschte Eigenschaft
- ▶ Verständnis und Optimierung: Struktur $\leftrightarrow$ Eigenschafts-Beziehung
- ▶ physikalisch-chemische Methoden für alle Stufen der Charakterisierung  $\Downarrow$

? chemische Zusammensetzung (Elemente, Konzentrationen, Molekülmassen)

- ▶ qualitativ (Verunreinigungen?)
- ▶ quantitativ (Genauigkeit, Nachweisgrenzen)
- ▶ geeignete physikalisch-chemische Methoden: (vgl. BSc)  
(ggf. nach oder gekoppelt mit Trennverfahren)
  - Naßchemie (2. Semester)
  - Elementanalytik (VL Analytik, 'PIA')
- ▶ z.B.
  - AAS, AES
  - EDX/WDX, EPMA
  - RFA
  - ...
- ▶ 'CHN'-Verbrennungs-Analysen
- ▶ Molekülmasse (MS)

? **Struktur**-Informationen ↓

? anwendungsrelevante Eigenschaften

# ? Struktur ?

- ① bei Molekülen  $\mapsto$  funktionelle Gruppen (Konnektivität einiger Atome)
  - ▶ Vergleich mit Bekanntem (Fingerprint, Datenbanken)
  - ▶  $\mapsto$  Methoden: IR, NMR (I. Spektroskopie)
  - ▶ AC analog OC, aber lokal hohe Symmetrie/CN  $\mapsto$  Symmetrie wichtig
- ② statische Struktur (im FK nur des Bulks!)
  - ▶ 'lokale' Struktur (Umgebung der Atome; Abstände, Winkel) (I. Spektroskopie)
  - ▶ 'Molekül'-Struktur (Konnektivität aller Atome)
  - ▶ Kristallstruktur (Gitterkonstanten, RG, Atomlagen) (II. Beugung)
  - ▶ bei Festkörpern mit Ortsauflösung: (III. Mikroskopie)
    - atomare Oberflächenstruktur
    - Realstruktur: Baufehler, Defekte usw. (auch II. Beugung)
- ③ Dynamik (Atom-Bewegungen)
  - ▶ Moleküle: Schwingungen, Translationen, Librationen (I. Spektroskopie)
  - ▶ FK: Phononen
  - ▶  $\mapsto$  Rückschlüsse auf Struktur + Bindung

# ? Struktur ? (Forts.)

## ① funktionelle Gruppen

## ② statische Struktur

## ③ Dynamik

## ④ elektronische Struktur

▶  $E$ -Verteilung der  $e^- \mapsto$  UV/VIS; UPS; XPS (I. Spektroskopie)

- Moleküle: 'MO-Schema'
- FK: Zustandsdichte (DOS)
- Oxidationsstufen

▶  $\rho_{\vec{x}}$

- genaue Röntgenstrukturen (II. Beugung)
- Theorie !

▶ Impuls der  $e^-$  (im FK)

- Bandstruktur
- Fermiflächen

## ⑤ magnetische Struktur

- ▶ Moleküle: para/dia-magnetisch (ungepaarte Elektronen)
- ▶ Komplexe: HS/LS, magnetische Momente
- ▶ FK: kollektiver Magnetismus, 'Spinstruktur' (II. Beugung von  $n$ )

## ... viele weitere physikalisch-chemische Untersuchungsmethoden

Bestimmung/Messung der ...

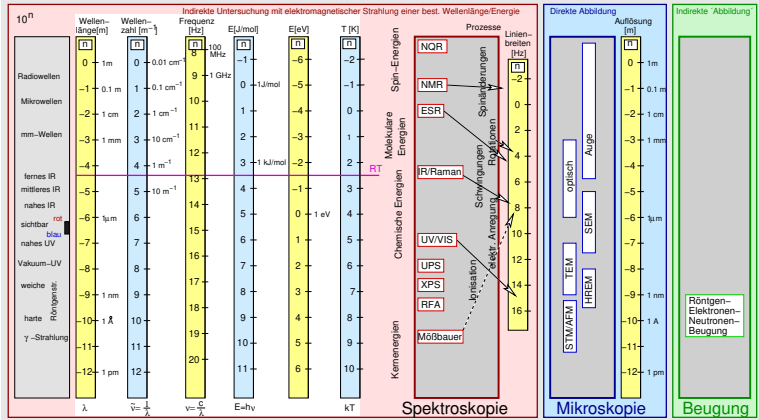
- ▶ ... thermodynamische Eigenschaften, Phasenbeziehungen  
↳ Thermoanalytische Methoden (DTA, DSC, TG)
- ▶ ... (elektronischen oder ionischen) Leitfähigkeit  
↳ Impedanzspektroskopie (IS)
- ▶ ... mechanischen, optischen, dielektrischen, katalytischen Eigenschaften
- ▶ ... biologischen/medizinischen Wirkung
- ▶ ... usw....usw....

... je nach Anwendungsgebiet.

# I. Spektroskopie



# Einteilung physikalisch-chemischer Charakterisierungsmethoden



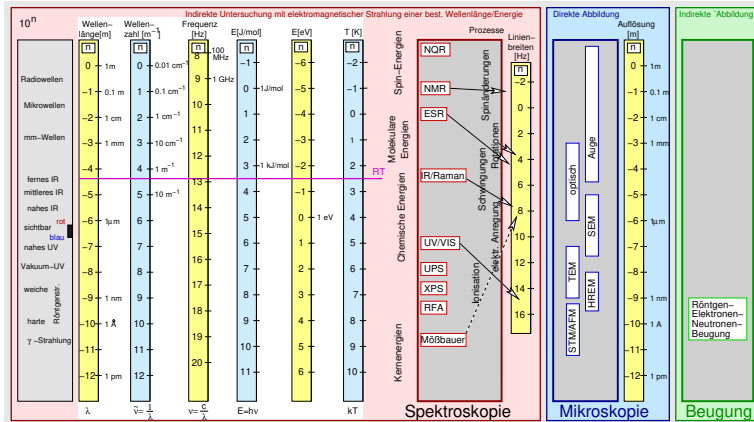


## II. Beugung





# Methoden und Wellenlängen/Energien



	Methode	Bindungstyp	elektronische Struktur	Elementaranalyse	polykr. Textur	Oberflächenstruktur	Kristalldefekte	Lokale Struktur	Kristallstruktur	Elementarzelle, RG	amorph/kristallin	Phasenbestimmung
I.	NMR/ESR-Spektroskopie IR/Raman-Spektroskopie UV/VIS-Spektroskopie Elektronenspektroskopie (ESCA, XPS, UPS, AES, EELS) Röntgenspektroskopie (XRF, AEFS, EXAFS) Mößbauer-Spektroskopie	<input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>
III.	Optische Mikroskopie Rastersondenmethoden (AFM, STM) Elektronenmikroskopie (EM)		<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>
II.	Elektronenbeugung Röntgenbeugung Neutronenbeugung	<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>

# Methoden ↔ Informationen (nach Aggregatzustand)

(Vorlage 1.1)

	??	gas	flüssig	fest	
Zusammensetzung	Identifizierung von Substanzen ('Fingerprint')	IR, Raman ①			
		UV/VIS ①			
		Mikrowellen②	NMR ①	MAS-NMR ②	
		UPS ②			
		MS ①		MS/SIMS ②	
				Pulver-Diffraktometrie ①	
				Mikroskopie ①, Elektronen-Mikros. ②	
				AFM/STM ②	
				Thermoanalyse (TG/DTA/DSC) ①	
		funktionelle Gruppen		IR, Raman ①	
UV/VIS ①					
NMR ①				MAS-NMR ②	
				Mößbauer ②	
MS ①				MS/SIMS ②	
Eiche Molekül/FK-Struktur	Symmetrie	IR, Raman ①			
		Mikrowellen ②	NMR ①	MAS-NMR ②	
		NQR ③			
		Elektronenbeugung ③		Röntgenbeugung ①	
				Neutronenbeugung ④	
	Geometrie (Abstände, Winkel)	Mikrowellen ②	LC-NMR ①		
		Elektronenbeugung③	EXAFS ④		
				Einkr.-Beugung (Röntgen ①, Neutronen ④)	
	Elektronenstruktur	UV/VIS ①			
		UPS ②	XPS ②	UPS XPS ②	

# Methoden ↔ Informationen (nach Aggregatzustand) (s.

## Vorlage 1.1)

??		gas	flüssig	fest
Statische Molekül/FK-Struktur	Symmetrie	IR, Raman ①		
		Mikrowellen ②	NMR ①	MAS-NMR ②
		NQR ③		
		Elektronenbeugung ③		Röntgenbeugung ①
				Neutronenbeugung ④
	Geometrie (Abstände, Winkel)	Mikrowellen ②	LC-NMR ①	
		Elektronenbeugung ③		EXAFS ④
				Einkr.-Beugung (Röntgen ①, Neutronen ④)
	Elektronen- struktur	UV/VIS ①		
		UPS ②	XPS ②	UPS, XPS ②
ESR				
			Mößbauer ②	
			Einkr.-Beugung (Röntgen ①, Neutronen ④)	
Dynam. Schwin- gungen, Phononen	IR, Raman ①			
		NMR ①	MAS-NMR ②	
			inelastische Neutronenstreuung ④	

① in den meisten Labors/Instituten verfügbar

② in einigen Instituten verfügbar

③ in wenigen Instituten verfügbar

④ teure Spezialausrüstung erforderlich