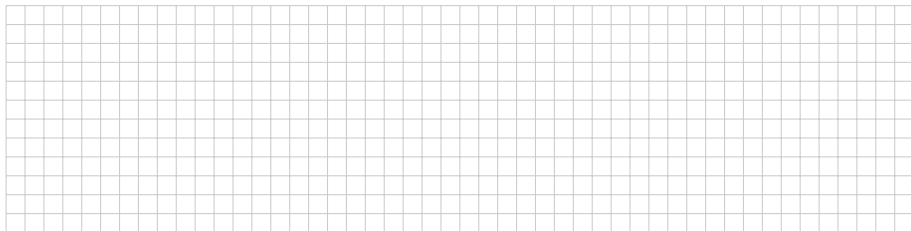


1. Einleitung

Übersicht Charakterisierungsmethoden, Einordnung der Beugung



M+K-Basiskurs 'Kristallographie und Beugung', WS 2021/2022, 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

- 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

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)

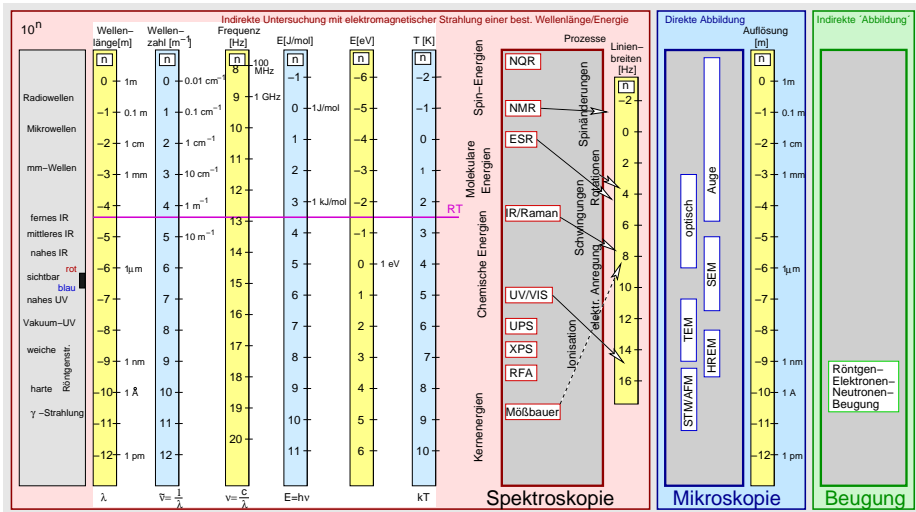
Bestimmung/Messung der ...

- ▶ ... 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.

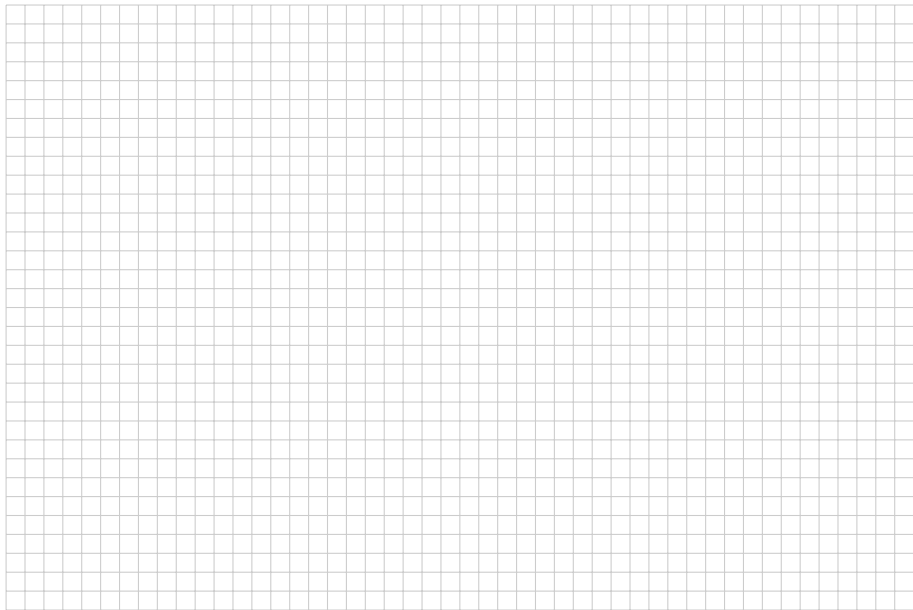


Einteilung physikalisch-chemischer Charakterisierungsmethoden

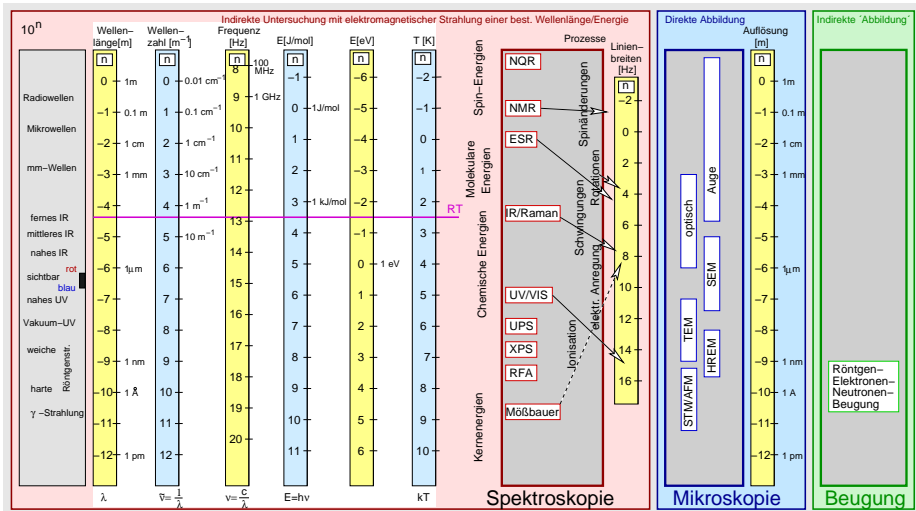


II. Beugung





Methoden und Wellenlängen/Energien



Methoden und Informationen (s. Vorlage 1.2)

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

Methoden ↔ Informationen (nach Aggregatzustand) (s. 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, Elektronenmikroskopie 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			
köl/FK-Struktur	Symmetrie	IR, Raman ①			
		Mikrowellen ②	NMR ①	MAS-NMR ②	
		NQR ③			
		Elektronenbeugung ③			Röntgenbeugung ①
				Neutronenbeugung ④	
				EXAFS ④	
	Geometrie	Mikrowellen ②	LC-NMR ①		

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
				EXAFS ④
	Geometrie (Abstände, Winkel)	Mikrowellen ②	LC-NMR ①	
		Elektronenbeugung ③	EXAFS ④	
				Einkr.-Beugung (Röntgen ①, Neutronen ④)
	Elektronenstruktur	UV/VIS ①		
UPS ②		XPS ②	UPS, XPS ②	
ESR				
		Mößbauer ②		
		Einkr.-Beugung (Röntgen ①, Neutronen ④)		
Dynam.	Schwingungen, 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