

## Röntgenabsorption (XA(F)S): EXAFS und XANES

—



Vorlesung: Methoden der Festkörperchemie, WS 2016/2017, C. Röhr

## Einleitung

Spektroskopie der Elektronenhülle (Wdh.)

Grundlagen der Röntgenabsorption

## Experimentelles

### XANES

Grundlagen

Beispiele

### EXAFS

Theorie: Ableitung der EXAFS-Gleichung

Messung und Datenauswertung

Beispiele

## Literatur, Links

## Einleitung

### Spektroskopie der Elektronenhülle (Wdh.)

Grundlagen der Röntgenabsorption

## Experimentelles

### XANES

Grundlagen

Beispiele

### EXAFS

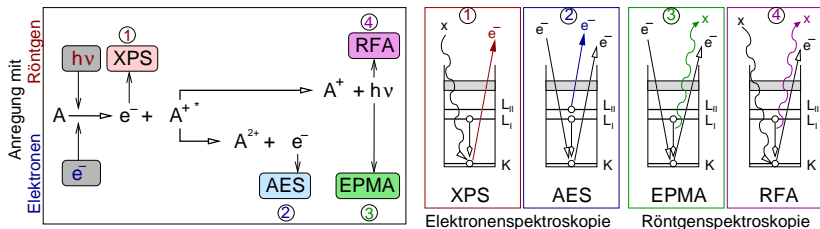
Theorie: Ableitung der EXAFS-Gleichung

Messung und Datenauswertung

Beispiele

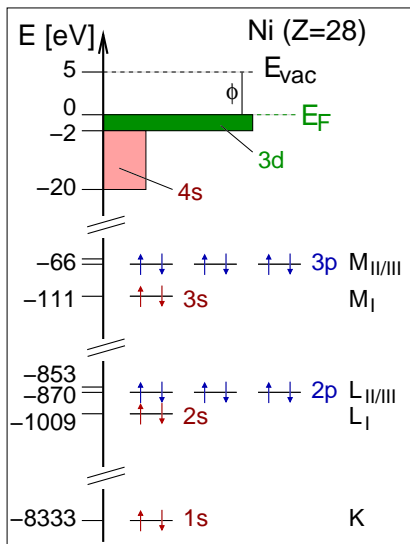
## Literatur, Links

## Röntgen/Elektronenspektroskopie zur Elementanalytik (Wdh.)



	Methode	Information	laterale Auflösung [ $\mu\text{m}$ ]	Nachweisgrenze [ppm]	quantitativ mit Standard [%]
1	XPS (ESCA)	E, C $\geq$ He	10-1000	$10^3$	5
2	AES	E, (C) $\geq$ Li	0.1-3	$10^3$	5
3	EPMA (EDX)	E $\geq$ C	< 1	< $10^3$	10
	EPMA (WDX)	E $\geq$ C	1	$10^2$	10
4	RFA	E $\geq$ F	1000	0.1	< 1

## Elektronen-Energien: Beispiel Ni-Metall



## Energiebereiche und Methoden

### ▶ 'Core'-Zustände

- ▶ Energien  $> 1$  keV
- ▶ nicht/kaum von 'Chemie' beeinflusst  $\mapsto$  Elementanalytik
- ▶ Methoden:
  - ① XPS ( $X \mapsto e^-$ )
  - ② AES ( $e^- \mapsto e^-$ )
  - ③ EPMA ( $e^- \mapsto X$ )
  - ④ RFA ( $X \mapsto X$ )
- ▶ praktische Limits
  - ▶  $e^-$ : begrenzte Eindringtiefe  $\mapsto$  Oberflächen-Methoden
  - ▶  $e^-$ : im EM auch orts aufgelöst
  - ▶ Röntgen: Quellen: Röhren (eingeschränkte  $E$ -Verteilung), Synchrotron

### ▶ Valenz-Zustände

- ▶ Energien: 10-100 eV
- ▶ chemische Bindung = Energie (und Impuls) der Valenzelektronen
- ▶ Methoden (analog der entsprechenden 'Core'-Spektroskopie?)
  - ① (AR)UPS (besetzte Zustände); IPE (unbesetzte Zustände)
  - ② –
  - ③ –
  - ④ Lumineszenz-Spektroskopie (Absorption: UV/Vis-Spektroskopie)

## Energiebereiche und Methoden

### ▶ 'Core'-Zustände

- ▶ Energien  $> 1$  keV
- ▶ nicht/kaum von 'Chemie' beeinflusst  $\mapsto$  Elementanalytik
- ▶ Methoden:
  - ① XPS ( $X \mapsto e^-$ )
  - ② AES ( $e^- \mapsto e^-$ )
  - ③ EPMA ( $e^- \mapsto X$ )
  - ④ RFA ( $X \mapsto X$ )
- ▶ praktische Limits
  - ▶  $e^-$ : begrenzte Eindringtiefe  $\mapsto$  Oberflächen-Methoden
  - ▶  $e^-$ : im EM auch orts aufgelöst
  - ▶ Röntgen: Quellen: Röhren (eingeschränkte  $E$ -Verteilung), Synchrotron

### ▶ Valenz-Zustände

- ▶ Energien: 10-100 eV
- ▶ chemische Bindung = Energie (und Impuls) der Valenzelektronen
- ▶ Methoden (analog der entsprechenden 'Core'-Spektroskopie?)
  - ① (AR)UPS (besetzte Zustände); IPE (unbesetzte Zustände)
  - ② –
  - ③ –
  - ④ Lumineszenz-Spektroskopie (Absorption: UV/Vis-Spektroskopie)

## Einleitung

Spektroskopie der Elektronenhülle (Wdh.)

Grundlagen der Röntgenabsorption

## Experimentelles

### XANES

Grundlagen

Beispiele

### EXAFS

Theorie: Ableitung der EXAFS-Gleichung

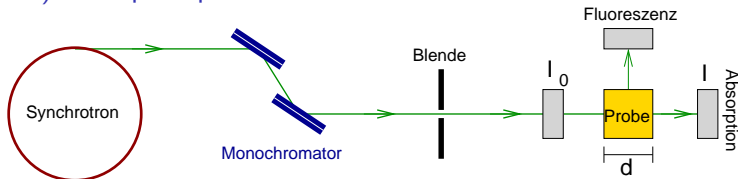
Messung und Datenauswertung

Beispiele

## Literatur, Links



## XAS (RFA): Messprinzip



Prinzip der Messung von Röntgenabsorptionsspektren (und RFA)

- ▶ **XAS** (Absorption): Messung der Intensität hinter der Probe
- ▶ für Absorption gilt nach Lambert-Beer:

$$I = I_0 e^{-\mu(E)d}$$

mit:  $I$ : Intensität hinter der Probe     $I_0$ : Intensität des Primärstrahl  
 $d$ : Probendicke     $\mu$ : Absorptionskoeffizient

- ▶  $\mu$  abhängig von  $E$ ,  $Z$ ,  $\rho$ ,  $m$ , ...
- ▶ Variation von  $E$  (Synchrotron)  $\mapsto$  Messung von  $\mu = f(E, \dots)$
- ▶ komplementär: **RFA**
  - ▶ Fluoreszenz beim Wiederauffüllen der Core-Löcher
  - ▶ quantitative Element-Bestimmung bei bekanntem fixem 'passenden'  $\lambda$  (Röntgenröhre)

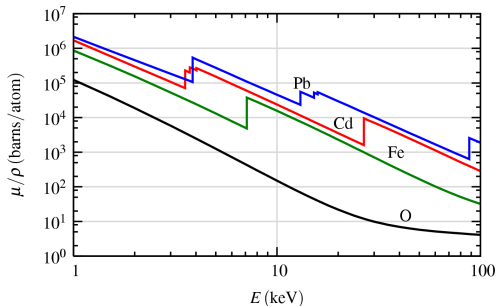
## Absorptionskoeffizient $\mu = f(\text{Kernladungszahl } Z)$

- ▶ Abfall des Absorptionskoeffizienten  $\mu$  mit  $E$  nach:

$$\mu \approx \frac{\rho Z^4}{m E^3}$$

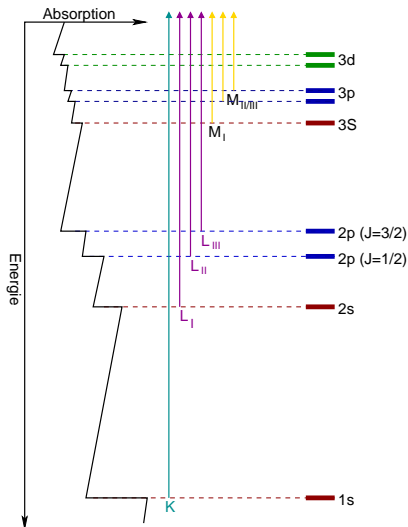
mit:  $\rho$ : Dichte der Probe       $Z$ : Ordnungszahl des absorbierenden Atoms  
 $E$ : Röntgenenergie       $m$ : Atommasse des absorbierenden Atoms

- ▶ d.h.  $\mu \propto Z^4$  und  $\mu \propto \frac{1}{E^3}$



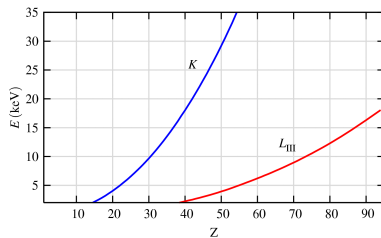
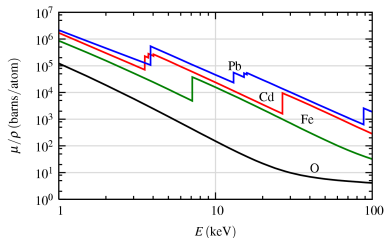
## Absorptionskoeffizient $\mu = f(E \text{ der Core-Elektronen})$

- ▶ bei schwereren Elementen
  - ▶ sprunghafte Änderungen des Absorptionskoeffizienten  $\mu$
  - ▶ sog. 'Kanten'
- ▶ Grund: Photoeffekt
- ▶ Absorption der Röntgenstrahlung durch  $E$ -Übertrag auf Core-Elektronen 'passender' Energie
  - ▶  $K$ :  $e^-$  aus  $1s$ -Schale
  - ▶  $L_I$ :  $e^-$  aus  $2s$ -Schale
  - ▶  $L_{II/III}$ :  $e^-$  aus  $2p$ -Schale ( $J = \frac{1}{2}$  und  $\frac{3}{2}$ )
- ▶ Folgeprozesse s. Einleitung, hier nicht relevant !



## Lage der Röntgenkanten

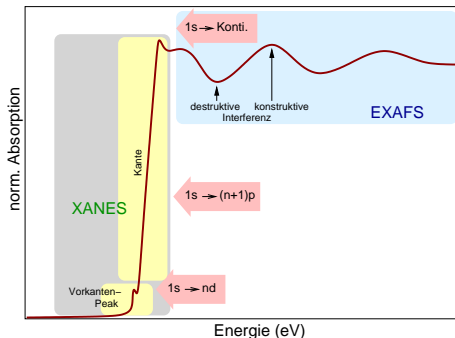
- ▶ für die Energie der  $K$ -Kante gilt:  $E_K \propto Z^2$
- ▶ Elemente mit  $Z > 18$ 
  - ↳  $K$ - oder  $L$ -Kante zwischen 5-35 keV
  - ↳ gut erreichbar mit Synchrotron-Strahlung



- ▶ zusätzlich: Verschiebungen und Oszillationen von  $\mu$  an den Kanten
- ▶ Basis von EXAFS und XANES

## Details der Absorptionskanten

- ▶ mittels Synchrotron, d.h. brillianter durchstimmbarer Röntgenquellen
- ▶ Oszillationen hinter den Absorptionskanten (ca. 1975 zuerst beobachtet)
- ▶ heute zwei Methoden/Bereiche
  1. **XANES** < 50 eV: near-edge range (Nahkanten-Bereich)  
(X-ray absorption near edge spectroscopy)
  2. **EXAFS** > 50 eV:  
extended x-ray absorption fine structure ("innere Elektronenbeugung")



## Einleitung

Spektroskopie der Elektronenhülle (Wdh.)

Grundlagen der Röntgenabsorption

## Experimentelles

### XANES

Grundlagen

Beispiele

### EXAFS

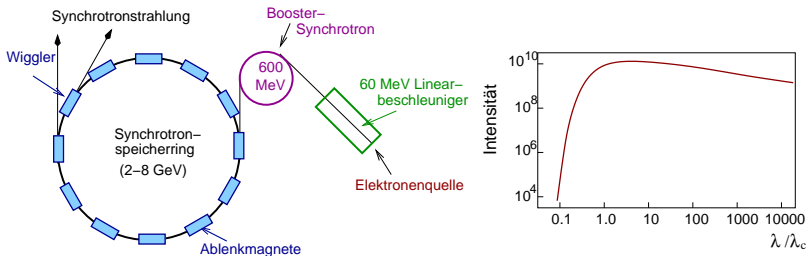
Theorie: Ableitung der EXAFS-Gleichung

Messung und Datenauswertung

Beispiele

## Literatur, Links

## Experimentelles



Schematischer Aufbau eines Synchrotrons und typisches Spektrum

- ▶ [www.lightsources.org](http://www.lightsources.org)
  - ▶ Video-Gallery, Diamond Light Source, Synchrotron Technology
- ▶ [www.aps.anl.gov/video/](http://www.aps.anl.gov/video/) Argonne, Advanced Photon Source (Videos)
- ▶ [www.esrf.eu](http://www.esrf.eu)
  - ▶ EXAFS-Beamlines: BM26A, EH1 BrandA

## Grundsätzliche Vor/Nachteile der Röntgenabsorptions-Methoden

- ▶ selektive Sonde für ausgewählte Atomsorte (best. Kante)
- ▶ ⊖ nur für Elemente mit  $Z > 18$
- ▶ echte 'Bulk'-Methoden
- ▶ keine Translationsfernordnung (Kristall) erforderlich
  - ▶ amorphe Stoffe, Gläser, (Bio)polymere, 'Nano', flüssig
- ▶ auch Ortsaufgelöst ( $\mu$ -XANES usw.)
- ▶ vielfältige Anwendungsgebiete
  - ▶ Chemie, Materialwissenschaften, Biologie, Geowissenschaften, ...
- ▶ ⊖ Synchrotron erforderlich
- ▶ je nach Methode unterschiedliche Information zum spezifischen Atom und seiner Umgebung



## Einleitung

Spektroskopie der Elektronenhülle (Wdh.)

Grundlagen der Röntgenabsorption

## Experimentelles

### XANES

**Grundlagen**

Beispiele

### EXAFS

Theorie: Ableitung der EXAFS-Gleichung

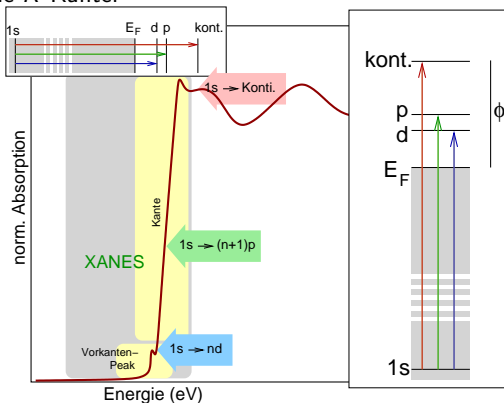
Messung und Datenauswertung

Beispiele

## Literatur, Links

## Grundlagen

- ▶ Vorkantenbereich:  $E$  kleiner als für Anregung ins Vakuum erforderlich
- ▶ Anregung des  $e^-$  aus jeweiliger Schale in unbesetzte Zustände
- ▶ z.B. für die  $K$ -Kante:



- ▶ Problem: ? unbesetzte Zustände ?

## Interpretation

- ▶ keine einfache mathematische/physikalische Vorhersage des Vorkantenbereichs
- ▶ Berechnung angeregter  $E$ -Niveaus noch extrem schwierig

daher:

1. Verwendung als 'Fingerprint'-Methode
2. qualitative Erklärungen
  - ▶ Koordinationschemie: symmetrisch, verzerrt, oktaedrisch, tetraedrisch, ...
  - ▶ MO-Beschreibung: Hybridisierung, Kristallfeldtheorie ...
  - ▶ Bandstrukturen: Verlauf der tDOS zwischen  $E_F$  und  $E_F + \phi$

## Einleitung

Spektroskopie der Elektronenhülle (Wdh.)

Grundlagen der Röntgenabsorption

## Experimentelles

### XANES

Grundlagen

**Beispiele**

### EXAFS

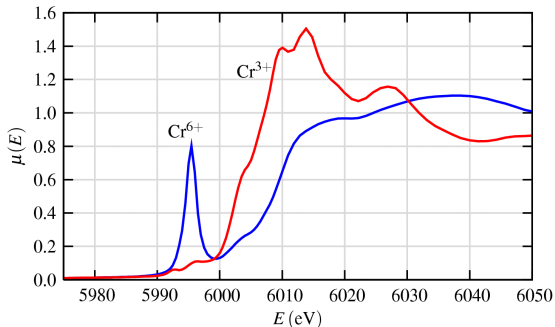
Theorie: Ableitung der EXAFS-Gleichung

Messung und Datenauswertung

Beispiele

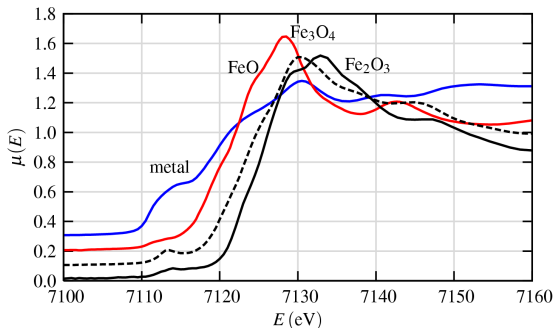
## Literatur, Links

## Beispiel I: Oxidationsstufen von Chrom



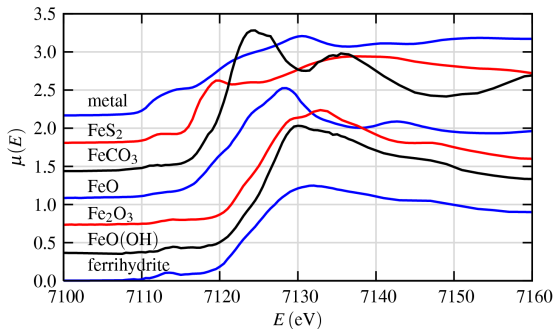
- ▶ Unterschiede zwischen  $\text{Cr}^{3+}$  und  $\text{Cr}^{6+}$  sofort deutlich
- ▶  $\text{Cr}^{3+}$  ( $d^3$ ): partiell gefüllte  $d$ -Zustände  $\mapsto$  Verzerrung des Oktaeders durch  $p$ - $d$ -Hybridisierung
- ▶  $\text{Cr}^{6+}$  in  $\text{CrO}_4^{2-}$ : sehr ausgeprägter Vorkanten-Peak durch Anregung in lokalisierte unbesetzte  $d$ -Zustände

## Beispiel II: Vergleich verschiedener Eisenoxide



- ▶ Lage der Kante qualitativ von Fe-Oxidationsstufe abhängig
- ▶ Höhe und Position des Vorkanten-Peaks geeignet zur Bestimmung des  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$ -Verhältnisses

## Beispiel III: Fe in Mineralien



- ▶ als 'Fingerprint' sogar für (experimentell gut bekannte) einzelne Phasen geeignet
- ▶ 'Ferrihydrit': nanokristallines Fe(III)-Oxid-Hydrat mit 20 % tetraedrisch und 80 % oktaedrisch koordiniertem Eisen

## Fazit zu XANES

- ▶ XANES-Signal deutlich intensiver als EXAFS-Signal
- ▶ auch bei niedrigen Atomkonzentrationen und wenig perfekten Proben möglich
- ▶ leicht qualitativ interpretierbar ('Fingerprint', Vergleich mit Bekanntem/Modellverbindungen)
- ▶ grundlegende vollständige Interpretation problematisch/kaum möglich



## Einleitung

Spektroskopie der Elektronenhülle (Wdh.)

Grundlagen der Röntgenabsorption

## Experimentelles

## XANES

Grundlagen

Beispiele

## EXAFS

Theorie: Ableitung der EXAFS-Gleichung

Messung und Datenauswertung

Beispiele

## Literatur, Links

## Fotoelektron und seine Wellenlänge

- ▶ hinter der Absorptionskante:  $E$  ausreichend für Anregung des 'Core'-Elektrons ins Vakuum
- ▶  $\mapsto$  Fotoelektron
- ▶ mit der Energie:

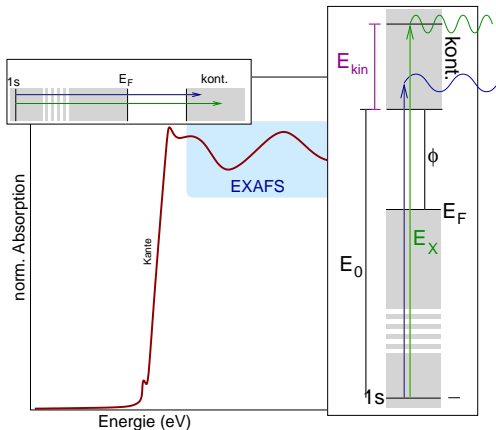
$$E_{kin.} = E_X - E_0 = h\nu_X - E_0$$

- ▶ wegen

$$E = \frac{1}{2} m_e v_e^2 = \frac{p^2}{2m_e} \text{ ist } p \propto \sqrt{E}$$

- ▶ gilt für die De-Broglie-Wellenlänge des Foto- $e^-$ :

$$\lambda = \frac{h}{p} \propto \frac{1}{\sqrt{E_X - E_0}}$$



## Superposition mit gestreuten $e^- \mapsto$ 'die EXAFS'

- ▶ ohne Streuung an Nachbaratomen

$$\mu_0(E)$$

('bare atom background')

- ▶ durch Superposition mit gestreuten  $e^-$

$$\mu(E)$$

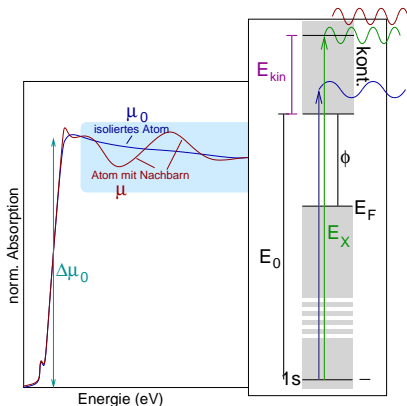
= gemessene Absorptionskante

- ▶ Information über die Umgebung:

$$\chi(E) = \frac{\mu(E) - \mu_0(E)}{\Delta\mu_0(E_0)}$$

('die EXAFS')

- ▶  $\Delta\mu_0(E_0)$  = 'Höhe' der Absorptionskante des freien Atoms



## Vereinfachte theoretische Beschreibung

- ▶  $\mu(E)$  hängt vom Übergang zwischen zwei Quantenzuständen ab

$$\mu(E) \propto |\langle \mathbf{i} | \mathcal{H} | \mathbf{f} \rangle|^2$$

- ▶ mit

$\langle \mathbf{i} |$ : Ausgangszustand ('Core'-Elektronen und Photon);  
nicht durch Nachbaratome beeinflusst

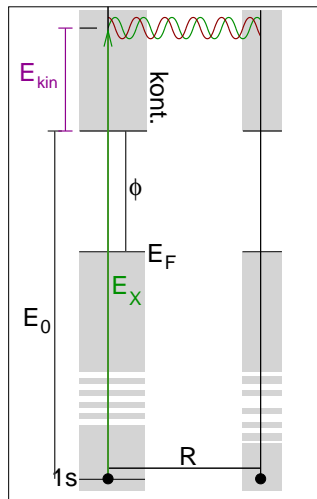
$\mathcal{H}$ : Wechselwirkung, in der Dipolnäherung  $\mathcal{H} = e^{ikr} \approx 1$

$|\mathbf{f}\rangle$ : Endzustand: Fotoelektron (nicht Photon!), durch  
Streuung an Nachbarn beeinflusst

- ▶ Zerlegung von  $\mathbf{f}$  in Anteil  $\mathbf{f}_0$  für freies Atom und  
Änderung  $\Delta \mathbf{f}$  durch Rückstreuung an Nachbarn:

$$|\mathbf{f}\rangle = |\mathbf{f}_0 + \Delta \mathbf{f}\rangle$$

- ▶ ergibt nach Einsetzen ...



## Vereinfachte theoretische Beschreibung

- ▶  $|\mathbf{f}\rangle = |\mathbf{f}_0 + \Delta\mathbf{f}\rangle$  Einsetzen in  $\mu(E) \propto |\langle \mathbf{i} | \mathcal{H} | \mathbf{f} \rangle|^2$

$$\mu(E) \propto |\langle \mathbf{i} | \mathcal{H} | \mathbf{f}_0 \rangle|^2 \left[ 1 + \frac{\langle \mathbf{i} | \mathcal{H} | \Delta\mathbf{f} \rangle \langle \mathbf{f}_0 | \mathcal{H} | \mathbf{i} \rangle^*}{|\langle \mathbf{i} | \mathcal{H} | \mathbf{f}_0 \rangle|^2} + C.C. \right]$$

- ▶ Vergleich mit der Definition der EXAFS

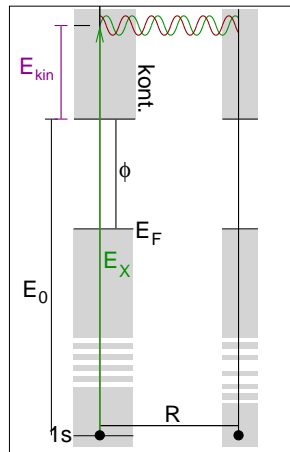
$$\mu(E) = \mu_0(E) [1 + \chi(E)]$$

- ▶ und da  $\mu_0(E) = |\langle \mathbf{i} | \mathcal{H} | \mathbf{f}_0 \rangle|^2$  folgt:

$$\chi(E) \propto \langle \mathbf{i} | \mathcal{H} | \Delta\mathbf{f} \rangle \propto \langle \mathbf{i} | \Delta\mathbf{f} \rangle$$

- ▶ da der Ausgangszustand einer  $\delta$ -Funktion nahekommt (nur am Ort des Absorberkerns  $\neq 0$ ) folgt

$$\chi(E) \propto \int dr \delta r \psi_{scat.}(r) = \psi_{scat.}(0)$$



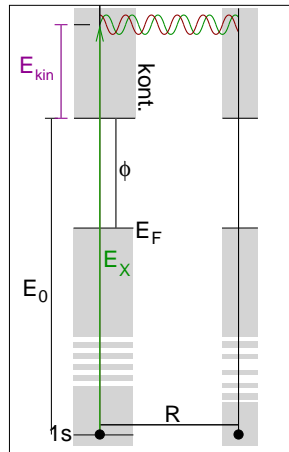
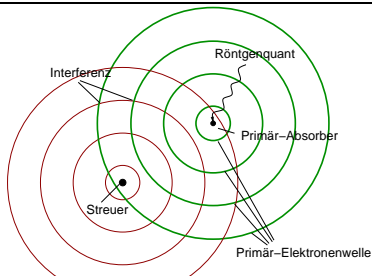
## Vereinfachte theoretische Beschreibung: Fazit

- Wegen

$$\chi(E) \propto \psi_{\text{scat.}}(0)$$

- lässt sich zusammenfassen:

Die EXAFS  $\chi(E)$  wird durch  $E/k$ -abhängige Änderungen der Wellenfunktion des Photoelektrons am Ort des absorbierenden Atoms erzeugt. Diese Änderungen resultieren aus der Streuung an den Nachbaratomen.



## Ableitung der EXAFS-Gleichung für ein Nachbaratom

- ▶ Wegen  $\chi(E) \propto \psi_{\text{scat.}}(0)$  kann als einfaches Modell verwendet werden:

1. Austritt einer Kugelwelle aus dem Absorberatom

$$\psi(k, r) = \frac{e^{ikr}}{kr}$$

2. Streuung am Nachbaratom im Abstand R

- ▶ mit der Streuamplitude  $f(k)$
- ▶ und Phasenverschiebung  $\delta(k)$
- ▶  $f(k)$  und  $\delta(k)$  Atom-spezifisch (vor allem  $f(Z)$  s.u.)

3. Rückkehr zum Absorberatom (•)

- ▶ für die Amplitude  $\chi(k) = \psi_{\text{scat.}}(k, r = 0)$  nach der Wegstrecke ( $2R +$  Phasenverschiebung) und Skalierung durch  $f(k)$ :

$$\chi(k) = \frac{e^{ikR}}{kR} [2kf(k)e^{i\delta(k)}] \frac{e^{ikR}}{kR} + C.C.$$

- ▶ oder ausgerechnet (inklusive C.C.):

$$\chi(k) = \frac{f(k)}{kR^2} \sin[2kR + \delta(k)]$$

## EXAFS-Gleichung für mehrere Nachbaratome

- ▶ für ein Nachbaratom:

$$\chi(k) = \frac{f(k)}{kR^2} \sin[2kR + \delta(k)]$$

- ▶ für  $N$  gleiche Nachbaratome, mit thermischer/statistischer Abweichung  $\sigma^2$  (mittlere quadratische Auslenkung aus der Gleichgewichtslage, vgl. Debye-Waller-Faktor bei Röntgen-Beugung)

$$\chi(k) = \frac{Nf(k)e^{-2k^2\sigma^2}}{kR^2} \sin[2kR + \delta(k)]$$

- ▶ für mehreren Nachbarn unterschiedlicher Sorte  $j$

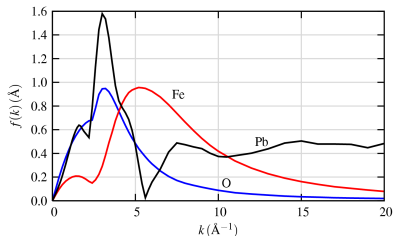
$$\chi(k) = \sum_j \frac{N_j f_j(k) e^{-2k^2\sigma_j^2}}{kR_j^2} \sin[2kR_j + \delta_j(k)]$$

- ▶ die EXAFS-Gleichung  $\uparrow$
- ▶ meist noch Terme für inelastische Streuung, Mehrfachstreuung usw.



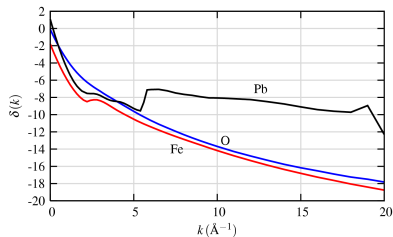
## Atomspezifische Parameter (der Nachbaratome): $f(k)$ und $\delta(k)$

### Streuamplitude $f(k)$ :



- ▶ Maxima bei bestimmten  $k$
- ▶ bei größerem  $Z$  zu höheren  $k$  ausgedehnt
- ▶ schwerere Atome mit ausgeprägter Struktur in  $f(k)$

### Phasenverschiebung $\delta(k)$ :



- ▶ starke Änderungen mit  $k$  bei schwereren Atomen

**Z kann durch Anpassung der EXAFS auf ca.  $\pm 5$  genau bestimmt werden.**

## Einleitung

Spektroskopie der Elektronenhülle (Wdh.)

Grundlagen der Röntgenabsorption

## Experimentelles

### XANES

Grundlagen

Beispiele

### EXAFS

Theorie: Ableitung der EXAFS-Gleichung

**Messung und Datenauswertung**

Beispiele

## Literatur, Links

## Messung, Auswertung der Daten

- ▶ Messung:  $E$ -abhängiger Absorptionskoeffizient  $\mu(E)$
- ▶ Normalisierung, Abziehen des Vorkantenbereichs
- ▶ Abziehen von  $\mu_0(E)$  (einstellbare glatte 'Spline'-Funktion) !
- ▶  $\mapsto$  'die EXAFS'  $\chi(E)$ :

$$\chi(E) = \frac{\mu(E) - \mu_0(E)}{\Delta\mu_0(E_0)}$$

- ▶ Umrechnung in  $\chi(k)$

$$k = \sqrt{\frac{2m(E - E_0)}{\hbar^2}}$$

- ▶ Wichtung von  $\chi(k)$  mit  $k^3$  (Verstärkung der Daten bei großem  $k$ )
- ▶ typisches 'Mess'ergebnis:  $k^2\chi - k$  oder  $k^3\chi - k$
- ▶ da  $\chi$  aus sin-Funktionen besteht  
 $\mapsto$  Fourier-Transformation von  $k$ - in  $r/R$ -Raum  $\mapsto$  Radiale Dichteverteilung

anschaulich mit Beispielen s. Tutorial 'Fundamentals of X-ray Absorption Fine Structure' unter [xafs.org/Tutorials](http://xafs.org/Tutorials)

## Einleitung

Spektroskopie der Elektronenhülle (Wdh.)

Grundlagen der Röntgenabsorption

## Experimentelles

### XANES

Grundlagen

Beispiele

### EXAFS

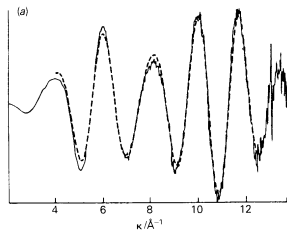
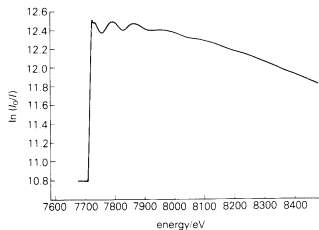
Theorie: Ableitung der EXAFS-Gleichung

Messung und Datenauswertung

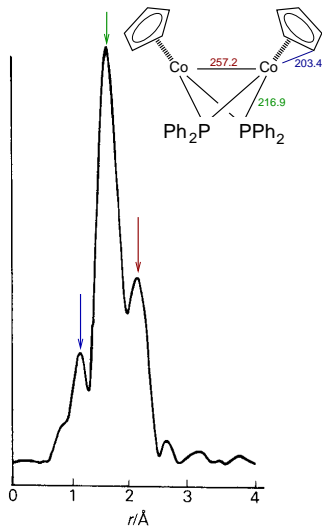
Beispiele

## Literatur, Links

## Beispiel I: Co-Komplex $\text{Co}_2(\text{P}\phi_2)_2\text{cp}_2$ (Co K-Kante)

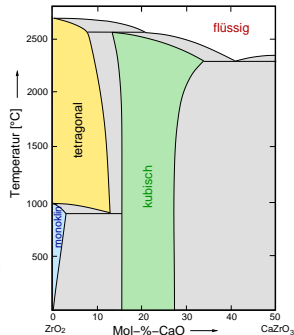
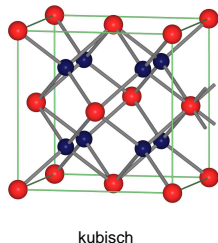
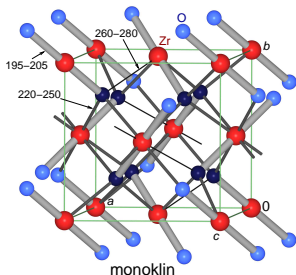


Feinstruktur als  $f(k^3\chi)$



## Beispiel II: Nano-CZ (Y- oder Ca-stabilisiertes kubisches $\text{ZrO}_2$ )

- ▶ Struktur • (monoklin) und • (kubisch)

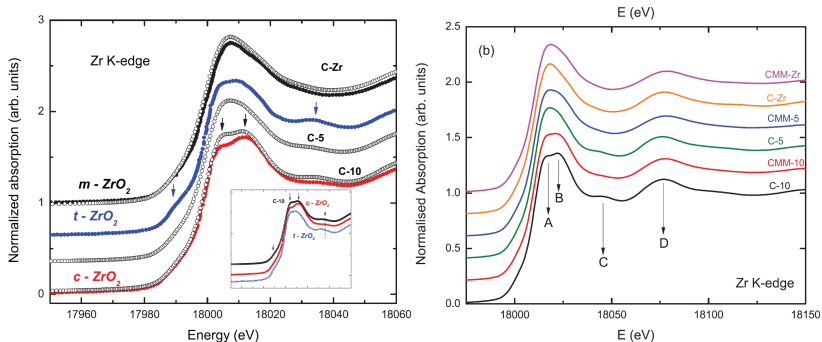


- ▶  $T_M = 2750 \text{ } ^\circ\text{C}$
- ▶ Stabilisierung der kubischen Form ( $\text{CaF}_2$ -Strukturtyp) durch Zusatz von ca. 15-20 % CaO oder  $\text{Y}_2\text{O}_3$
- ▶ als Kristall: 'Diamant-Imitat'
- ▶ als Keramik:  $\text{O}^{2-}$ -Ionenleiter  $\mapsto$  Brennstoffzellen, Sensoren ( $\lambda$ -Sonde)

## Beispiel II: Nano-CZ (Y-stabilisiertes kubisches $\text{ZrO}_2$ )

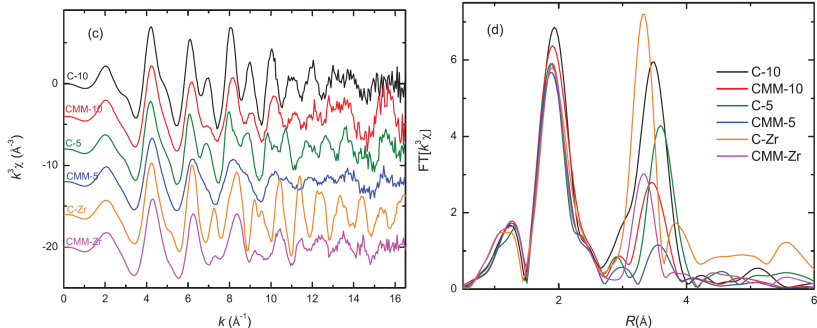
- ▶ nanokristallin  $\mapsto$  Verbesserung der Ionenleitfähigkeit
- ▶ Prozessierung: Mahlen des Pulvers (Kugelmühle), Sintern  $\mapsto$  Keramik
- ▶ Fragen
  - ? bleibt die Modifikation erhalten
  - ? Koordination von  $\text{Zr}^{4+}$  und  $\text{Y}^{3+}$
  - ? 'Verteilung' von  $\text{Y}^{3+}$
- ▶ Probleme
  - ▶ da nanokristallin  $\mapsto$  kein Pulverdiffraktogramm
  - ▶  $\text{Y}^{3+}$  und  $\text{Zr}^{4+}$  im PSE benachbart
- ▶ Lösung
  - ▶ EXAFS !

## Beispiel II: Nano-CZ (Y-stabilisiertes kubisches $ZrO_2$ ): Zr K-Kante

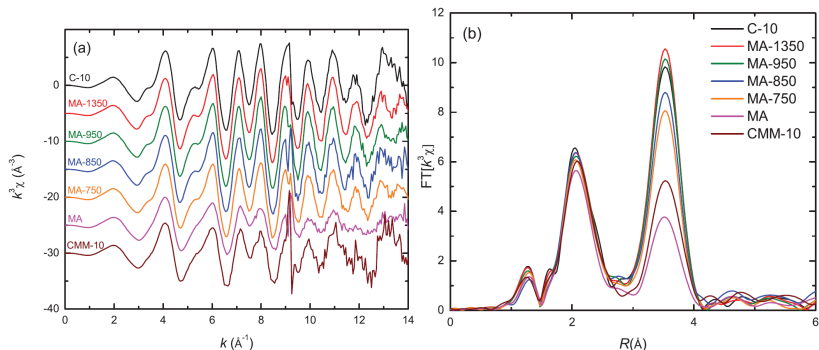


Probe	Zusammensetzung	Kristallgröße
C-Zr	reines $ZrO_2$	$\mu m$
CMM-Zr	reines $ZrO_2$	16 nm
C-10	10 % $Y_2O_3$	$\mu m$
CMM-10	10 % $Y_2O_3$	21 nm



Beispiel II: Nano-CZ (Y-stabilisiertes kubisches  $\text{ZrO}_2$ ): Zr K-Kante

Probe	Zusammensetzung	Kristallitgröße	$N_1$	$r_{\text{Zr-O}}$ [pm]	$N_2$	$r_{\text{Zr-Zr}}$ [pm]
C-Zr	reines $\text{ZrO}_2$	$\mu\text{m}$	8	217(1)	12	374
CMM-Zr	reines $\text{ZrO}_2$	16 nm	8	216(1)	6(2)	373(2)
<b>C-10</b>	10 % $\text{Y}_2\text{O}_3$	$\mu\text{m}$	8	223	12	364
CMM-10	10 % $\text{Y}_2\text{O}_3$	21 nm	8	223(1)	6(2)	361(2)

Beispiel II: Nano-CZ (Y-stabilisiertes kubisches  $\text{ZrO}_2$ ): Y K-Kante

Probe	Zusammensetzung	Kristallitgröße	$N_1$	$r_{Y-O}$ [pm]	$N_2$	$r_{Y-Zr}$ [pm]
C-Zr	reines $\text{ZrO}_2$	$\mu\text{m}$	-	-	-	-
CMM-Zr	reines $\text{ZrO}_2$	16 nm	-	-	-	-
<b>C-10</b>	10 % $\text{Y}_2\text{O}_3$	$\mu\text{m}$	8	223	12	364
CMM-10	10 % $\text{Y}_2\text{O}_3$	21 nm	8	222(1)	7(2)	362

## Literatur und Links

- ▶ [xafs.org/Tutorials](http://xafs.org/Tutorials) (u. A. Skripte und Präsentationen von Matt Newville)
- ▶ [www.lightsources.org](http://www.lightsources.org) (Links zu allen Synchrotrons)
- ▶ [www.aps.anl.gov](http://www.aps.anl.gov) Argonne National Laboratory, Advanced Photon Source (Videos, Bilder, Software, ...)
- ▶ J. Haase, *CHIUZ*, 26, 219-231 (1992).
- ▶ E. A. V. Ebsworth, D. W. H. Rankin, St. Cradock: *Structural Methods in Inorganic Chemistry*, Blackwell Scientific Publ. (1991).
- ▶ W. Göpel, Chr. Ziegler: *Struktur der Materie: Grundlagen, Mikroskopie und Spektroskopie*, Teubner (1994).