

Session IV, Tuesday, September 13**L10****ENERGETIC ION BEAMS FOR COMPOSITIONAL AND STRUCTURAL STUDY OF CRYSTALLINE MATERIALS FOR OPTICS AND PHOTONICS****A. Macková^{1,2}, P. Malinský¹, R. Mikšová^{1,2}, H. Pupíková^{1,2}, A. Jágerová^{1,2}, R. Böttger³**¹*Nuclear Physics Institute of the Czech Academy of Sciences, v. v. i., 250 68 Rez, Czech Republic*²*Department of Physics, Faculty of Science, J. E. Purkinje University, Ceske Mladeze 8, 400 96 Usti nad Labem, Czech Republic*³*Institute of Ion Beam Physics and Materials Research, Helmholtz Zentrum Dresden-Rossendorf, 01328 Dresden, Germany
mackova@ujf.cas.cz*

Energetic ion beam serves as a versatile analytical tool for compositional characterization of all types of materials and structures including structural studies applying Rutherford Back-Scattering spectrometry (RBS) in channeling mode on crystalline materials. Energetic ion beams can be used either as an analytical tool or as deposition technique for nano and microstructure synthesis for wide range of material application as electronics, optics, spintronics, biomedicine etc. [1-3]. RBS channeling method is based on the charged particle channeling in the periodic potential of crystalline atom rows. The penetrating ion beam is focused to the forward direction and the back-scattering probability decreases significantly, thus the yield of the back-scattered ions in the spectra is a descending function of the incoming ion beam angle; see an example of the visualized crystal by ion beam in Figure 1 on the left [4]. Following the back-scattered ion yield in dependence to the incoming angle of ions gives us information about the impurity atoms positions, disordered atoms in the interstitial positions, displacement atoms density and its depth profiles etc. Fundamental studies focused on ion beam penetration through the single crystalline samples in different crystallographic orientation and their energy stopping can be provided also which topic is very rarely reported in literature [5]. First information concerning dopant depth profiles, the surface layer composition and relative disordered atom

number in surface layer can be easily derived from the aligned spectrum (ion beam is aligned along the main crystallographic axis and back-scattered ions are recorded) and the random spectrum (ion beam impinges randomly on the sample which is realized by the automatized two axis rotational procedure of the investigated sample during the measurement).

The advanced precise information about the investigated structural changes can't be provided without the MC simulation, where the binary collisions approximation with the close encounter probability calculation is used. FLUX is a batch of routines, which enables to simulate ion flux (see Figure 1 on the right), ion momentum and energy for the various crystallographic orientations, enables to generate the spectrum of back-scattered ions in dependence of the incoming ion beam angle (angular scans).

Nano-structure deposition using ion implantation technique is very promising technology nowadays. Rare earth and metal ion implantation into crystalline materials (LiNbO₃, sapphire, ZnO, GaN) serves as a progressive way to develop new materials with the extraordinary optical, luminescent and/or magnetic properties [6-10]. The presented contribution includes several examples of the nano-structures prepared by means of the ion implantation in above mentioned crystalline materials, the characteriza-

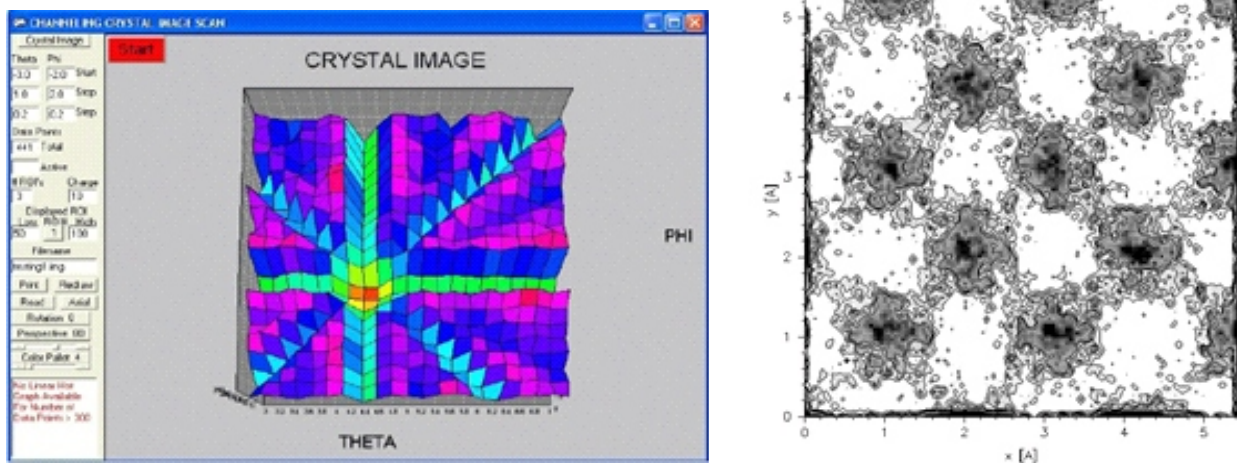


Figure 1. RBS channeling crystal image visualized by He⁺ 2 MeV ion beam on the left and MC FLUX simulation of transmitting ion beam through d silicon crystal.



tion of prepared nanostructures by RBS and RBS channeling to get the compositional and structural information in connection to complementary methods as XRD, Raman spectroscopy and to the functional properties (optical, luminescent and magnetic properties) [6-8].

The above mentioned problematics is realized at the CANAM (Center of Accelerators and Nuclear Analytical Methods) infrastructure LM 2011019 in collaboration with Institute of Chemical Technology in Prague, Helmholtz Zentrum Dresden-Rossendorf, Germany and Peter Grünberg Institut, Forschungszentrum Jülich, Germany, where the complementary analyses were provided.

1. A.J. Kenyon, *Prog. Quant. Electron.* **26**, (2002), 225.
2. T. Dietl, *Phys. Status Solidi B* **240**, (2003), 433.
3. A. Mackova, P. Malinsky, B. Svecova, P. Nekvindova, R. Groetzschel, *Nucl. Inst. Meth. B*, **268** (2010), 2047-2050.
4. Ion Beam Analysis, M. Nastasi, J. W. Mayer, and Y. Wang, Taylor and Francis, Boca Raton, USA, 2015.
5. R. Miksova, R., V. Hnatowicz, A. Mackova, A. et al., *Nucl. Inst. Meth. B*, **354**, (2015), 205-209.
6. Z. Sofer, D. Sedmidubsky, M. Moram, A Mackova, M. Marysko, J. Hejtmanek, C. Buchal, H. Hartdegen, M. Vaclavu, V. Perina, R. Groetzschel, M. Mikulics, *Thin Solid Films*, **519** (2011) 6120-6125.
7. A. Mackova, P. Malinsky, Z. Sofer, P. Simek, D. Sedmidubsky, M. Mikulics, and R. A. Wilhelm, *Nucl. Inst. Meth. B*, **307**, (2013), 446-451.
8. A. Macková, P. Malinsky, Z. Sofer, P. Šimek, D. Sedmidubsky, M. Vesely, and R. Böttger, *Nucl. Inst. Meth. B* **371**, (2016), 254-257.
9. M. Mikulics, Y. C. Arango, A. Winden, R. Adam, A. Hardtdegen, D. Grützmacher, E. Plinski, D. Gregušová, J. Novák, P. Kordoš, A. Moonshiram, M. Marso, Z. Sofer, H. Lüth, and H. Hardtdegen, *Appl. Phys. Lett.* **108**, (2016), 061107.
10. L. M. C. Pereira, J. P. Araújo, U. Wahl, S. Decoster, M. J. Van Bael, K. Temst and A. Vantomme, *J. Appl. Phys.* **113**, (2013) 023903.

L11

ION MICROPROBE – ANALYSIS AND MODIFICATION OF MATERIALS WITH ENERGETIC IONS

V. Havránek

*Nuclear Physics Institute of the Czech Academy of Sciences, v. v. i., 250 68 Rez, Czech Republic
havranek@ujf.cas.cz*

Accelerated energetic ions (in MeV region) are well suited both for analysis and modification of materials in large variety of applications. They are based on knowledge of basic principles of energetic ion interaction with matter [1] as electronic and nuclear stopping power, inner and valence atomic shells ionization, elastic and inelastic scattering on atomic nuclei, nuclear reactions, radiation damage, ion and molecular sputtering and many others. Most common source of accelerated ions is a small electrostatic accelerator which enables us to adjust ion beam of exact ion type, ion energy and beam size or beam current. A beam of accelerated ions can be further focused by set of active elements (as collimators and quadrupoles) down to micro-meter or even nano-meter size and scanned over the sample. This arrangement is called ion (or nuclear) micro-beam and it is now installed on many of small accelerators in the world (not confuse with focused ion beams which are in lower energy range).

The most common ion beam analytical methods are RBS (Rutherford Backscattering Spectroscopy), PIXE (Particle Induced X-ray Emission), PIGE (Particle Induced Gamma-Ray Emission), ERDA (Energy Recoil Detection Analysis), NRA (Nuclear Reaction Analysis) and High energy ion implantation. But there are many others as IBIL (Ion Beam Induced Luminescence), IBIC (Ion Beam Induced Current), High energy SIMS etc. At nuclear microprobe, the STIM (Scanning Transmission Ion Microscopy) and IBW (Ion Beam Writing) methods are also

frequently used. With suitable rotational stage, the sub micrometer tomography in PIXE (elemental distribution) and STIM (electron density) mode can be performed as well. Usually more methods can be introduced simultaneously during one sample measurement.

Tandetron examples

The two ion beam lines (on right side) on 3MV Tandetron 4130MC are dedicated to multipurpose broad beam target chamber with possibility of simultaneous PIXE, PIGE, RBS and PESA (ERDA) analysis and for ion microbeam with 1 μm resolution and around 2mm scan area (depending on energy and ion type). Both lines are used for multidisciplinary research in variety of different fields including environmental, material, biological, geological, medical, cultural heritage and other applications. The lines are also offer to general scientific community under open access policy covered by CANAM (LM 2011019) project. Some examples of interesting applications of micro and broad beam will be presented, including investigation of mercury content in Tycho Brahe hair [2], measurement of elemental content and distribution in ancient ceramic shreds and preparation of different optical and mechanical microstructures by IBW method with protons and heavier ions [3-4].

1. Y. Wang and M. Nastasi, *Handbook of Modern Ion Beam Materials Analysis, Second Edition*, Materials Research Society, Warrendale, Pennsylvania 2009.

2. K. L. Rasmussen, J. Kucera, L. Skytte, J. Kamenik, V. Havranek, J. Smolik, P. Veleminsky, J. Bruzek, J. Vellev, *Archaeometry* **55/6**, (2013), 1187-1195.
3. M. Cutroneo, V. Havránek, A. Macková, V. Semian, L. Torrisi, L. Calcagno, *Nucl. Instr. Methods B* **371**, (2016), 344 – 349.
4. I. Banyasz, I. Rajta, G.U.L. Nagy, Z. Zolnai, V. Havranek, S. Pellí, M. Veres, S. Berneschi, G. Nunzi-Conti, G.C. Righini, *Nucl. Instr. Methods B* **331**, (2014), 157-162.

L12

ATOMOVÁ TOMOGRAFIE

Jakub Čížek

Katedra fyziky nízkých teplot, Univerzita Karlova v Praze

Atomová tomografie je technika studia pevných látek, která umožňuje 3D chemickou analýzu s atomárním rozlišením, tj. umožňuje zjistit typ atomu ve studované oblasti materiálu a jejich poloh. Tohoto cíle je dosaženo tak, že charakterizovaný vzorek je postupně atom po atomu "rozebírán" a u každého atomu je zjištěno o jaký prvek se jedná a jakou má polohu. Prakticky to probíhá následovně: vodivé vzorky se opracují do tvaru velmi ostré jehlice, vloží se do komory s velmi vysokým vakuem ($< 10^{-10}$ mbar), ochladí se na nízkou teplotu (> 100 K) a přivádí se na ně krátké pulzy vysokého napětí (2-20 kV). Na špičce jehly je extrémně vysoká intenzita elektrického pole (10^{10} V/m) a dochází k tunelování iontu vzorku do vakua. Odtržené ionty jsou urychlovány speciální elektrodou umístěnou v těsné blízkosti hrotu a následně registrovány polohově citlivým detektorem, na kterém vzniká obraz špičky vzorku se zvětšením přibližně 106. Kromě polohy je pro každý odtržený atom změřena doba letu, tj. doba mezi pulzem vysokého napětí a registrací iontu polohově

citlivým detektorem. Z doby letu je možné určit, o který chemický prvek se jedná. Data z atomového tomografu jsou následně zpracována softwarem, který provede 3D rekonstrukci chemického složení analyzované oblasti vzorku s rozlišením > 0.2 nm. Typická velikost analyzované oblasti je $50 \times 50 \times 50$ nm³, může být ale i větší. Atomová tomografie byla původně vyvinuta pro vodivé vzorky (tj. především kovy), ale v současné době lze analyzovat i nevodivé materiály. V takovém případě je k odtrhávání iontu použito místo pulzu vysokého napětí velmi krátkých pulzů výkonného laseru.

V tomto příspěvku bude vysvětlen princip atomové tomografie a popsány informace o pevných látkách, které lze touto metodou získat. Možnosti atomové tomografie budou ilustrovány na konkrétních příkladech výzkumu defektu v ocelích tlakové nádoby reaktoru vytvořených ozářením neutrony během provozu jaderné elektrárny a studiu mikroskopického mechanismu přirozeného stárnutí Al a Mg slitin.

L13

RENTGENOVÉ ZOBRAZOVACÍ METODY

P. Mikulík

*Ústav fyziky kondenzovaných látek a CEITEC, Masarykova univerzita, Kotlářská 2, CZ-61137 Brno
mikulik@physics.muni.cz*

Přednáška bude věnována přehledu rentgenových zobrazovacích metod, což zahrnuje především transmisní metody absorpčního a fázového kontrastu, v druhé řadě též difrakčního kontrastu. Absorpční metody jsou základem nedestruktivního testování (NDT) objektů či předmětů, které nesmí být poškozeny či zničeny, a už se jedná o slitiny, strojní součásti nebo předměty kulturního dědictví.

Od dob prvního zaznamenaného radiogramu při objevu rentgenového záření došlo k rozvoji radiografie od kvalitativní metody se záznamem na fluorescenční stínítko nebo na film ke kvantitativnímu vyhodnocení díky digitalizaci a počítačovému zpracování obrazu. Pokrok v technologiích vede neustále k velkému rozvoji v této oblasti. Digitální detektory s malým šumem a velkým počtem pixelů vedou k velkému toku dat, která jsou zpracovávána rychlými počítači. V dnes již rutinním využití počítačové (mikro)tomografie (CT, CT) a zpracování dat paralelními

výpočty na grafických kartách dostává uživatel rekonstruovaný objem efektivního absorpčního koeficientu vzorku již chvíli po skončeném měření. Vyšší rozlišení a menší velikost pixelů na detektoru vyžadují jednak pevné mechanické díly manipulátoru, aby nedocházelo k rozmazání obrazu chvěním rotační osy, a též vyžadují menší efektivní ohnisko rentgenového zdroje. Na synchrotronu lze zkoumat vzorky monochromatickým zářením, čímž se eliminují artefakty způsobené spektrální závislostí indexu lomu. Následně se tak objevují další efekty na zaznamenaném absorpčním obrazu, způsobené reálnou částí indexu lomu vzorku a šířením prošlé vlny prostorem – a metoda fázového kontrastu je tak naopak velmi užitečná pro málo absorbující vzorky. Pro vzorky o mnoho větší než je zorné pole detektoru se uplatňují metody jako je například digitální laminografie, aby se co nejvíce eliminovaly artefakty způsobené extrémní absorpcí v některých směrech průchodu svazku. Metody rekonstrukce



objemu se nyní využívají i v dalších aplikacích zobrazovacích metod, jako jsou difrakční metody (tedy digitální topografie) při současné rotaci vzorku kolem vhodné osy. Původně paralelní svazek synchrotronového záření, na rozdíl od konického z laboratorních zdrojů, eliminoval některé typy artefaktů, nicméně i zde se již pomocí fokuzačních optických prvků využívá konický

svazek, a tedy je možné rekonstruovat voxely objektu o velikostech daleko menších než je velikost pixelu detektoru. A v laboratorních zdrojích je možné získat lepší (submikrometrové) rozlišení, ač s menší intenzitou, pomocí transmisních místo reflexních rentgenových trubíc.

L14

ZAJÍMAVOSTI Z FÁZOVÉ ANALÝZY VE FORENZNÍ PRAXI

M. Kotrlý

Kriminalistický ústav Praha, PČR

marek.kotrlý@pcr.cz

Úvod

Ve forenzní praxi se relativně často setkáváme s požadavky na fázovou analýzu. Jednou z technik, které jsou schopny přinést velmi rychle i kvantitativní data jsou metody rentgenové difrakce. Jednou z oblastí, kde jsou poměrně často využívány, je i analýza reliktních zemin, otěrů, nebo znečištění na oděvu, obuvi, lidském těle, vozidle, nářadí apod., přičemž se v zásadě jedná o dva základní typy úloh. Může jít o porovnání těchto stop se srovnávacími vzorky zeminy z míst, kde tyto stopy mohly vzniknout, nebo složitější úloha – tipování neznámého místa vzniku pedologické stopy. V obou případech se jedná o poměrně komplexní zkoumání, kde se provádí celá řada jednotlivých expertiz, přičemž do kriminalistické laboratoře nám může přijít prakticky jakýkoliv materiál vzniklý činností člověka i přírody. I proto je v rámci analýzy pedologických stop samostatně posuzována organická část, pyly, relikty schránek půdních mikroorganismů, apod. Samostatně je posuzován materiál vzniklý činností člověka – fragmenty strusky, skel, stavebních materiálů, apod.

Postup

Dalšími používanými základními technikami v analýze zemin jsou optická mikroskopie, SEM/EDS (WDS), XRF, FTIR, Ramanova spektroskopie, a další. Rentgenová prášková difrakce je zejména nenahraditelná při určování jílové frakce, nebo alumosilikátů. Jsou využívány jak klasické techniky, tak i techniky mikrodifrakční.

V současné době neprávem opomíjenou technikou je katodoluminiscence (CL), která je schopná mimo jiné rozlišit i velmi obdobné fáze s rozdílnou genetickou historií.

Biologický materiál, který je často v zeminách obsažen, je analyzován samostatně, včetně reliktních schránek půdních mikroorganismů a pylových zrn.

Antropogenetický materiál (fragmenty skel, strusky, relikty stavebních materiálů, apod.) je analyzován odděleně a může výrazně zvýšit důkazní hodnotu shody/rozdílů jednotlivých stop a komparačních vzorků.

Pro tipování neznámých lokalit, kde mohlo dojít ke kontaminaci zeminou, jsou využívány geografické informační systémy (GIS) s topografickými, geologickými, pedologickými a ortofoto mapami.

Významným potenciálem do budoucna budou pravděpodobně metody genetické.

Většina popsanych analytických technik přináší pro komparaci vzorků kvalitativní data. Jednou z možností, která přináší do analýzy půd data kvantitativní, která mohou být využita např. pro statistické porovnávání stop a srovnávacích vzorků mezi sebou, jsou systémy automatické mineralogické analýzy (na bázi SEM/EDS). Tyto systémy jsou na trhu dostupné již několik let, ale dosud byly vždy vzorky minerálních zrn získaných z půdních stop připravovány do zalévacích hmot a poté broušeny do formy nábrusů. Teprve poté byly vzorky analyzovány v systémech automatické mineralogické analýzy. Naše laboratoř poprvé provedla ve spolupráci s výrobcem řadu detailních experimentů s analýzou vzorků připravených přímo z minerálních zrn z půdní stopy, zafixovaných na adhezni uhlíkový terčík pro SEM o průměru 30 mm. Experimenty byly provedeny nejprve s modelovými vzorky připravenými ze známých minerálních fází a poté se vzorky z běžných půd. Ve finální fázi bylo odebráno několik sérií náhodných vzorků z různých míst a byla testována schopnost zjištění rozdílů mezi jednotlivými místy odběrů. Bylo zjištěno, že rozdíly jsou vysledovatelné i mezi místy odběru, které byly vzdáleny méně než 20m.

Tato technika není samozřejmě samospasitelná, ale vhodně doplňuje komplexní analýzu zeminových fází

Závěr

Využití nových technik významně rozšiřuje možnosti klasických mikroskopických postupů ve forenzní oblasti a umožňuje získání potřebných kvantitativních dat v forenzní analýze pedologických fází, rozlišení obdobných minerálních fází, nebo možnost analýzy organické fáze přímo v komoře SEM.

1. Kotrlý M., Turková I.: Proc. SPIE 9073, 2014, SPIE, 90730U-1 – 10, Vol. 9073, 2014.
2. Kotrlý M., Turková I.: Proc. SPIE 9486, 2015, SPIE 948614-1 – 11, Vol. 9486, 2015.
3. Kotrlý M.: Microsc. Microanal. 21 (Suppl 3), pp. 1365 – 1366, 2015.

Mikroanalytické metody KUP byly podpořeny projekty: VG20102015065, VF20112015016, VF20122015027, VI20152020035.

SL4

CHARAKTERIZACE VLIVU PŘÍPRAVY NA MIKROSTRUKTURU TITANOVÝCH MATERIÁLŮ PRO IONTOVOU IMPLANTACI DUSÍKU

Jan Drahokoupil¹, Petr Veřtát², Petr Vlčák¹

¹Ústav fyziky, Fakulta strojní, České vysoké učení technické v Praze, Technická 4, 166 07 Praha 6 - Dejvice, Česká Republika

²Fyzikální ústav, Akademie věd České Republiky, Na Slovance 2, 182 21 Praha 8, Česká Republika
jan.drahokoupil@fffi.cvut.cz

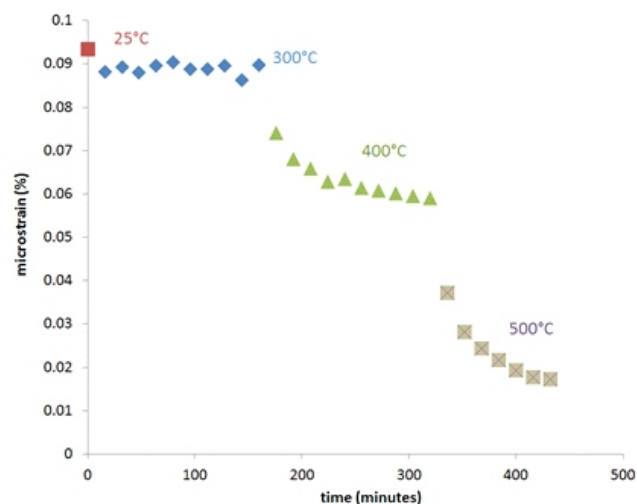
Titanová materiálu jsou hojně užívané v průmyslu a biomedicíně pro svou nízkou hustotu, vysokou pevnost v tahu, dobrou biokompatibilitu a odolnost vůči korozi v běžných prostředích. Nevýhodou titanu a titanových slitin pro některé aplikace je však jejich špatné chování v tahu, nedostatečná povrchová tvrdost a špatná odolnost vůči některým chemickým prostředím. Z tohoto důvodu je nutno pro mnohé aplikace povrch titanových materiálů modifikovat. V popředí našeho zájmu stojí iontová implantace dusíku. Ukazuje se, že tato metoda značně zlepšuje mechanické vlastnosti a zátěžovou a korozní odolnost velké skupiny materiálů (kovů, polymerů a keramik). U titanu či titanových slitin dochází při implantaci dusíku k tvorbě TiN_x fází [1].

Ovlivněná hloubka iontovou implantací dosahuje pouze několika stovek nanometrů. Proto je velmi důležité mít dobře definovaný povrch vzorku. Běžná příprava vzorku pomocí leštění se ukázala pro difrakční experimenty ne jako úplně ideální, protože dochází k ovlivnění mikrostruktury povrchu. Na difrakčním záznamu je pozorováno rozšíření difrakcí a jejich asymetrie. Efektivní hloubka vnikání kobaltového záření do titanu je několik málo mikrometrů. Na této hloubce dochází ke změně mikrostrukturních parametrů, jako je velikost krystalitů, mikrodeformace a makroskopického napětí, které pravděpodobně stojí za pozorovanou asymetrií difrakčních profilů.

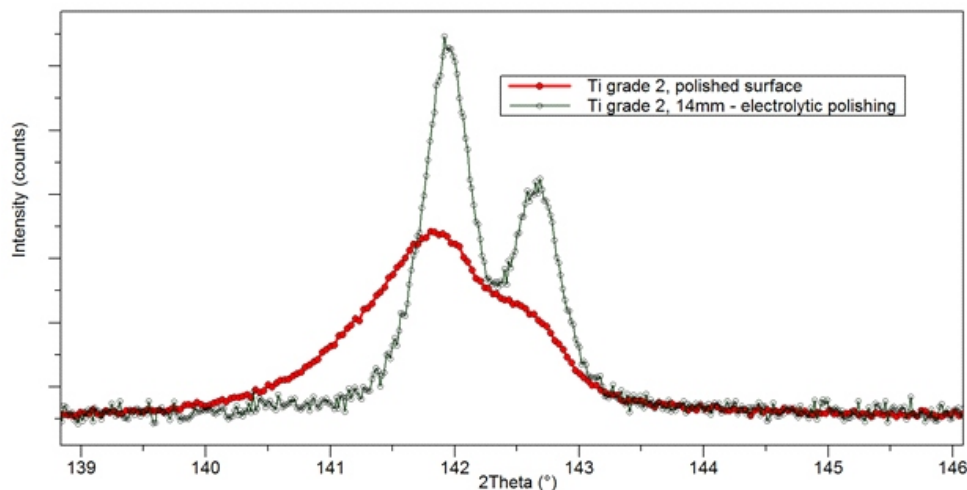
K pochopení dopadu iontové implantace na mikrostrukturu povrchu je vhodné mít povrch s takovou mikrostrukturou, která minimálně ovlivňuje efekty způsobené iontovou implantací. Z pohledu rtg difrakce jde

o šířku či polohu linií. Pozorovali jsme, že když elektrolytickým leštěním odstraníme několik mikrometrů tlustou povrchovou vrstvu leštěného vzorku titanu, dostaneme difrakční profily linií pouze s malým rozšířením a bez posunu difrakčních linií. Možností odstranění této ovlivněné vrstvy je více. Kromě již zmíněného elektrolytického leštění zkusíme ještě žhání a odstraňování povrchových vrstev pomocí dopadu urychlených argonových iontů pod malým úhlem.

Na obrázku 1 jsou zobrazeny linie 121 alfa Ti, nejprve po běžném leštění a poté byl vzorek ještě elektrolyticky



Obrázek 2. Vliv žhání na mikrodeformaci leštěného vzorku Ti.



Obrázek 1. Porovnání difrakční linie alfa titanu 121 po leštění a po následném elektrolytickém leštění.



odleštěn. Obrázek 2 ukazuje žihání leštěného vzorku na hodnotu povrchové mikrodeformace. Měření bylo prováděno in-situ v teplotní komoře HTK 2000. Po době cca 150 minut byla teplota 2x zvýšena z 300°C na 400°C a po té z 400°C na 500°C.

Je patrné, že objemová mikrostruktura titanových vzorků připravených z komerčně dostupných tyčí titanu označovaných „Grade 2“ se liší od hodnot na povrchu po přípravě povrchu leštěním. K dosažení mikrostruktury na

povrchu srovnatelné s objemovými vlastnostmi jsme zkusili elektrolytické leštění, které nemodifikuje objemové vlastnosti, ale bohužel způsobuje nechtěný reliéf na povrchu vzorku. Na druhou stranu žihání celého ve vakuu zachovává povrch hladký a rovný, ale na druhou stranu ovlivňuje objemové vlastnosti vzorku.

1. Y. Z. Liu, et al. Phase formation and modification of corrosion property of nitrogen implanted TiAlV alloy. *Vacuum* **81**: 71–76, 2006.

Session V, Wednesday, September 14

L15

NEUTRON SCATTERING AND ITS COMPLEMENTARITY WITH X-RAY TECHNIQUES

Jiří Kulda

Institut Laue-Langevin, Grenoble, France

The unique blend of particle and wave properties - large rest mass, zero electric charge, magnetic dipole moment, isotope-specific scattering in combination with Å-scale wavelengths - makes of neutrons a very attractive and efficient tool for investigation of structure and dynamics of condensed matter. Since several decades elastic and inelastic neutron scattering became a standard experimental tool in a variety of condensed matter research domains, complementing the much more current X-ray scattering. Determination of magnetic structures, mapping the momentum and energy of structural and magnetic excitations and investigations of soft matter and biologic systems with the use of the isotopic hydrogen-deuterium contrast varia-

tion are just a few most significant examples. Thanks to the construction of dedicated national and international high-flux neutron sources this technique, originally reserved to a small number of highly specialized teams, became accessible to a broad scientific community. This trend is ongoing with the construction of next generation spallation sources like the SNS in the USA and ESS in Europe.

In this lecture we will concentrate on the fundamentals of neutron scattering techniques and on application examples of contemporary studies of functional materials related to spintronics, energy storage and molecular biology.

L16

VALIDATION OF POWDER DIFFRACTION BASED STRUCTURE DETERMINATION RESULTS BY DFT-D QUANTUM MECHANIC CALCULATIONS

M. Hušák¹, J. Rohlíček²

¹University of Chemistry and Technology, Prague, Technická 5, 166 28 Praha 6 – Dejvice

²Fyzikální ústav AV ČR, v. v. i., Na Slovance 1999/2, 182 21 Praha 8

husakm@vscht.cz

Introduction

Due to the loss of information related to measurement principle, results of crystal structure determination based on powder diffraction data are often not 100% reliable. Additional techniques like solid-state NMR, geometry check against common molecular parameters from databases or energy calculation should be used to verify the crystal structure and molecular geometry as well. The suggested methodology is described in details in article [1]. The mentioned article describes QM minimization of 225 molecular crystal structures determined by powder diffraction from which 8.8% was found to be incorrectly solved. The aim of our work was to test whatever we can apply similar check to our results.

Methods

We did not have available VASP software nor the special force field method developed for dispersion correction implemented in GRACE software as used in the mentioned article [1]. Our calculations were done in CASTEP software as implemented in Material Studio [2] software package. We had used geometry optimization approach consisting of two steps as suggested in [1]: firstly, the cell was fixed during the geometry optimization, and secondly, cell parameters together with molecular geometry were optimized.