

**Session VI, Thursday, June 13****L21****WHAT IS HIDDEN IN THE BACKGROUND OF BRAGG DIFFRACTION.  
DIFFUSE SCATTERING AND PDF ANALYSIS NOT ONLY WITH NEUTRONS****J. Kulda***Institut Laue-Langevin, BP 156, 380042 Grenoble Cedex, France  
kulda@ill.eu*

Many modern materials exhibit a considerable portion of structural disorder, playing a key role in their functionalities. Routine crystallographic structure solutions based on positions and integrated intensities of Bragg peaks only reveal their average structure. In order to access the details of local atomic arrangements and their short-range correlations one has to study the shape of the Bragg lines and the diffuse scattering below and between them.

In the past decade(s) increasing popularity has gained the pair distribution function (PDF) technique. Originally employed to investigation of amorphous structures and liquids, it has been extended to treat also crystalline systems. Its application consists in calculating the Fourier transform of a complete powder diffraction pattern, including the slowly varying part of the signal underneath the Bragg peaks and taking into account instrumental contributions to the line widths [1,2]. The resulting real-space atomic distance distribution by itself often permits qualitative discussions of changes in nearest neighbor distances as a function of chemical composition or of thermodynamic parameter variations (eg. [3]).

More involved and more quantitative interpretations of the PDF necessarily call for (much) more computing effort following one of the two possible approaches. In the first

approach, a model-free technique of reverse Monte-Carlo (RMC) is used to build up a model structure providing a diffraction pattern coinciding with the observed one within statistical limits [4]. In an ideal case progress in computing power may permit to treat data obtained by various experimental probes (X-ray, neutron and electron scattering, EXAFS, NMR etc.) simultaneously to remove ambiguities inherent in each single technique [5]. In the second approach molecular dynamics and/or ab-initio computational techniques are employed to build up a dynamical model of the studied system, which is then successively refined to match the observed pattern. At the present state of the art DFT molecular dynamics can deal with disorder in quite complicated structures [6].

1. Th. Proffen et al., *Z. Kristallogr.* **218** (2003) 132–143.
2. S.J.L. Billinge, M.G. Kanatzidis, *Chem. Commun.* (2004) 749–760.
3. I.K. Jeong et al., *Phys. Rev. Lett.* **94** (2005) 147602.
4. R.L. McGreevy, *J. Phys.: Condens. Matter* **13** (2001) R877–R913.
5. I. Levin et al., *Chem. Mater.* **31** (2019) 2450–2458.
6. M. Pasciak et al., *Phys. Rev. B* **99** (2019) 104102.

**L22****How much is in there? Or, the difficulties and issues surrounding  
the quantitative phase analysis****KOLIK TAM TOHO JE? ANEB TĚŽKOSTI KVANTITATIVNÍ FÁZOVÉ ANALÝZY****Petr Bezdička<sup>1</sup>, Jitka Bezdičková<sup>1</sup>, Lenka Scheinherrová<sup>2</sup>, Martin Keppert<sup>2</sup>**<sup>1</sup>*Ústav anorganické chemie AVČR, v.v.i., č.p. 1001, 250 68 Husinec – Řež*<sup>2</sup>*Fakulta stavební ČVUT v Praze, Thákurova 7, 166 29 Praha 6**petrb@iic.cas.cz*

Velmi často dostáváme následující otázku: „Mám zde vzorek a rád bych věděl, co to je a kolik tam toho je?“. Navíc to často bývá ještě spojeno i tím, že vzorku je velmi malé množství a je třeba jej vrátit, po provedené analýze, v nezměněné podobě.

Učebnice nás často vedou k tomu, že kvalitativní a kvantitativní fázová analýza jsou dnes již dobře zvládnuté techniky. S využitím moderních programů navíc poměrně jednoduše proveditelné. To může být v mnoha případech pravda, pracujeme-li s jednoduchými směsmi dobře kry-

talických fází. Mnohdy ale tyto poučky nemají obecnou platnost [1].

Náš příspěvek si klade za cíl poukázat na některá úskalí hlavně v případě kvantitativní fázové analýzy, která se mohou vyskytnout při práci se složitějšími vícesložkovými vzorky, především přírodního charakteru. Budeme diskutovat volbu vhodných experimentálních podmínek vzhledem k charakteru vzorku a očekávání zadavatele. Je-li nutné stanovit absolutní množství jednotlivých fází, jinými slovy - obsahuje-li vzorek navíc amorfni podíl, je třeba



zvolit vhodnou metodu určení množství tohoto amorfního podílu. K tomu se velmi často využívá vhodný vnitřní standard. Jeho volbu a práci s ním také popíšeme na příkladech.

Praktické využití výše uvedených skutečností budeme v poslední části našeho příspěvku demonstrovat na analýzách vzorků hydratovaných cementových past a geopolymerů na bázi cihelného prachu [2]. Ukážeme zde výhodné propojení kvantitativní analýzy pomocí rentgenové práškové difrakce s metodami termické analýzy, především termogravimetrie. Spojením těchto dvou metod a jejich vzájemným „naladěním“ lze zvýšit pravděpodobnost správného určení některých fází, vznikajících při procesech zrání a tuhnutí cementových past [3, 4].

*Práce byla podporována projektem GAČR číslo 17-11635S*

1. Quantitative Phase Analysis, Madsen I.C., Scarlett N.V.Y., in: Powder Diffraction Theory and Practice, eds. Dinnebier

R.E., Billinge, RSC Publishing, Cambridge 2008, ISBN 978-0-85404-231-9.

2. Keppert M., Vejmelková E., Bezdička P., Doleželová M., Čáchová M., Scheinherrová L., Pokorný J., Vyšvařil M., Rovnaníková P., Černý R., Red-clay ceramic powders as geopolymer precursors: Consideration of amorphous portion and CaO content, Applied Clay Science 161, 2018, 82-89, doi:10.1016/j.clay.2018.04.019.
3. A Practical Guide to Microstructural Analysis of Cementitious Materials, eds. Scrivener K., Snellings R., Lothenbach B., CRC Press, Boca Raton 2017, ISBN 978-1-138-74723-4.
4. Scheinherrová, L. (2018). Characterization of hydration processes of cement pastes by means of thermal analysis, Doctoral dissertation, České vysoké učení technické v Praze, Vypočetní a informační centrum.

L23

## UTILIZATION OF HIGH TEMPERATURE X-RAY POWDER DIFFRACTION FOR STUDY OF PREPARATION OF NANOMATERIALS FOR ENVIRONMENTAL APPLICATIONS

J. Kašlík, J. Filip, I. Medřík, R. Zbořil

*Regional Centre of Advanced Technologies and Materials, Palacký University,  
Šlechtitelů 27, 783 71 Olomouc, Czech Republic  
josef.kaslik@upol.cz*

Nanoscale zero-valent iron (nZVI) based technologies are widely used in environmental applications for water treatment. Knowledge of preparation conditions and their influence on final product is crucial for successful reduction/modification of iron bearing precursors. For direct investigation of these issues, the high-temperature X-ray powder diffraction (HT-XRD) is powerful tool which allows monitoring of the transformation mechanisms as well as kinetics. While the mechanism of transformation is influenced mostly by composition of the precursor itself, reaction atmosphere and temperature, the kinetics is affected by amount of the precursor and particle size and morphology. Several examples of these issues covering reduction of various iron oxides to nZVI and their subsequent modification

with inorganic (oxidic and carbon/carbide) shell will be demonstrated. The creation of the shell is necessary for air stability and controlled reactivity of nZVI towards selected pollutants. While the oxidic shell on iron cores is primarily passivating, grows equally around whole particles and can be properly controlled its thickness, the carbon/carbide shell grows with considerable different thickness around the cores, and additionally, the various carbon structures which are simultaneously formed (e.g. nanotubes) enhance the sorption capacity of the material. The *in-situ* investigated examples are enriched with a few other ex-situ prepared iron based nanomaterials which demonstrate the possibility of nZVI modification for improvement of their application potential.

L24

**Crystallization of polymer nanofibers in nanospider****KRYSTALIZACE POLYMERNÍCH NANOVLÁKEN V NANOSPIDERU****Petr Rysanek, Pavla Capkova, Oldrich Benada, Jonas Tokarsky, Michal Syrový, Jakub Hoskovec***Univerzita J.E. Purkyně v Ústí nad Labem, Přírodovědecká fakulta*

Krystalizace polymerních nanovláken při elektrostatickém zvláknění probíhá v silném elektrickém poli (napětí mezi elektrodami desítky kV). Na krystalovou strukturu a morfologii polymerních nanovláken má silný vliv nejen intenzita elektrického pole, ale i celá řada dalších faktorů. Kromě vlastností zvláknujících roztoků jako je viskozita a elektrická vodivost je pro krystalizaci důležitý i charakter zvláknující aparatury (jehlové zvláknění, resp. nanospider se strunovou nebo válcovou elektrodou) a uspořádání zvláknující aparatury (vzdálenost a tvar elektrod). Tato technologie vede přirozeně k přednostní orientaci krystalitů, kdy krystalový směr přednostní orientace leží v ose vlákna. O typu textury tzn. o její symetrii rozhoduje cha-

rakter polymerních řetězců daný jejich molekulární strukturou. Polymerní řetězce bez postranních funkčních skupin tvoří krystalové struktury s pseudo-hexagonálním uspořádáním polymerních řetězců přibližně válcového tvaru. Polymerní řetězce s výrazně asymetrickou strukturou s postranními funkčními skupinami tvoří složitější vrstevnaté struktury s texturou, jejíž distribuční funkce nemá válcovou symetrii. To se projeví samozřejmě výrazně na morfologii nanovláken a následně na užitečných vlastnostech nanovlákněných membrány pokud jde o vzdušnou a kapalinovou propustnost.

**Session VII, Thursday, June 13**

L25

**SPARK PLASMA SINTERED ALLOYS  $\text{FeAl}_{20}\text{Si}_{20}$  WITH TERNARY ADDITIONS – MICROSTRUCTURE AND PHASE COMPOSITION****J. Kopeček<sup>1,\*</sup>, F. Laufek<sup>2</sup>, P. Haušild<sup>3</sup>, M. Karlík<sup>3</sup>, K. Nová<sup>4</sup>, J. Šesták<sup>4</sup>, B. Severa<sup>4</sup>, P. Novák<sup>4</sup>, F. Průša<sup>4</sup>**<sup>1</sup>*Department of Functional Materials, Institute of Physics of the CAS, Prague, Czech Republic*<sup>2</sup>*Czech Geological Survey, Prague, Czech Republic*<sup>3</sup>*Department of Materials, Faculty of Nuclear Sciences and Physical Engineering, Czech Technical University in Prague, Czech Republic*<sup>4</sup>*Department of Metals and Corrosion Engineering, University of Chemistry and Technology Prague, Prague, Czech Republic  
kopecek@fzu.cz*

Ordered aluminides and silicides of transient metal have been known for decades as complicated materials, which interesting high-temperature properties are counterbalanced by their brittleness at room temperature and by tricky thermomechanical processing. Nevertheless, the growing demand for new materials with limited usage of “strategic elements” (as chromium) brings back old ideas and hints. For this purpose, significant support is given by spark plasma sintering – the powder metallurgy compaction method, which provides compact samples using low pressure (couple tens of MPa) and high electric current (tens of kA) passing through the green body. Thus, the sample is compacted by Joule heat within a few minutes suppressing the undesirable microstructural coarsening.

The  $\text{FeAl}_{20}\text{Si}_{20}$  (in wt. %) was selected as a basic alloy for our study. We vary stoichiometry of alloy with respect of silicon and aluminum and we add ternary and quaternary

additions, usually as substitutes of iron. The wide set of materials was created within the project 1, 2. The compacts were found homogeneous, isotropic and having small void density. The grain size observed by SEM was in the order of hundreds of nanometers, but XRD showed real nanocrystalline material with crystallite size varying between 10 to 30 nm depending on the phase. Such parameters are expected in SPS processing.

The attempts to characterize phase composition of the samples become a problem. The basic estimation from EDS and phase diagram knowledge was not sufficient, as tabulated structure types for EBSD did not give reasonable results. It was necessary to prepare model alloys by conventional arc-melting. Such samples were ground and diffraction patterns of model alloys were evaluated to prove phases presented in SPS samples. We use model samples to