

Abstract

*On the Micro- and Nanostructure of the New Ternary Chalcogenides RbIn₃S₅, CsIn₃S₅ and K₂In₁₂Se₁₉
Preparation, X-Ray Structure Analysis, Electron Microscopy*

The main topics of the present work are the preparation, the characterization and the structure determination of new inorganic solids in the ternary systems alkali metal – indium – chalcogen. The synthesis of RbIn₃S₅, CsIn₃S₅ and K₂In₁₂Se₁₉ as well as of related compounds was performed on the basis of a construction kit. MIn₃S₅ (M = Rb, Cs) and K₂In₁₂Se₁₉ are the first representatives of two new structure types.

Crystals of MIn₃S₅ and K₂In₁₂Se₁₉ show a coexistence of order and disorder (partially ordered) and interesting real structure phenomena. In order to determine the exact structures of those compounds a combination of x-ray methods (temperature dependent single crystal structure analysis, powder diffraction) and electron microscopy (SEM: imaging, WDX, EDX; TEM: HRTEM, SAED, simulation) was essential.

The isotopic compounds RbIn₃S₅ and CsIn₃S₅ (Space group: *P2/m*) appear as partially ordered crystals with two dimensional order (lamellas), exclusively. The lamellar nanostructure is characterized by polysynthetic twinning (reticular pseudo merohedry).

For K₂In₁₂Se₁₉ (Space Group: *R $\bar{3}$*) a one dimensional ordering is observed, caused by the disorder of ordered rods within a host lattice. Diffraction diagrams show diffuse rings which are related to antiphase domains.

Additionally, substitution experiments were performed to examine the influence of chemistry on the real structures of the title compounds.

Keywords: Chalcogenides, Indium, Crystal structures, Real structure, Crystal defects, Twinning, Antiphase domains, Diffuse scattering, X-ray diffraction, HRTEM

Kurz-Zusammenfassung

*Zur Mikro- und Nanostruktur der neuen ternären Chalkogenide RbIn₃S₅, CsIn₃S₅ und K₂In₁₂Se₁₉
Präparation, Röntgenstrukturanalyse und Elektronenmikroskopie*

Die vorliegende Arbeit befasst sich vorwiegend mit der Synthese, Charakterisierung und Strukturchemie neuer anorganischer Feststoffe in den ternären Systemen Alkalimetall-Indium-Chalkogen. Auf Grundlage eines Baukastenprinzips gelang die Synthese der Alkalimetall-chalkogenoindate RbIn₃S₅, CsIn₃S₅ und K₂In₁₂Se₁₉ sowie verwandter Verbindungen als erste Vertreter zweier neuer Strukturtypen.

Die Kristalle der untersuchten Verbindungen zeichnen sich durch eine Koexistenz von Ordnung und Fehlordnung (partielle Ordnung) aus und zeigen interessante Realstrukturphänomene. Zur vollständigen Strukturaufklärung war eine Kombination röntgenographischer (temperaturabhängige Einkristallstrukturanalysen, Pulverdiffraktometrie) und elektronenmikroskopischer Untersuchungen (REM: Mikroskopie, EDX, WDX; TEM: HRTEM, SAED, Simulationen) erforderlich.

Die isotypen Verbindungen RbIn₃S₅ und CsIn₃S₅ (Raumgruppe: *P2/m*) kristallisieren in Form partiell geordneter Kristalle mit ausschließlich zweidimensionaler Ordnung (Lamellen). Die lamellare Nanostruktur ist durch eine polysynthetische Verzwilligung (partiell *pseudo-merohedrisch*) charakterisiert.

Im Falle von K₂In₁₂Se₁₉ (Raumgruppe: *R $\bar{3}$*) beobachtet man eine eindimensionale Ordnung, die auf der Fehlordnung geordneter Stäbe innerhalb einer Wirtsstruktur beruht. In Beugungsdiagrammen wurden diffuse Ringe beobachtet, deren Existenz in engem Zusammenhang mit Antiphasendomänen steht.

Zusätzlich wurde durch Substitutionsexperimente der Einfluss der Chemie auf die Realstrukturen dieser Verbindungen untersucht.

Stichwörter: Chalkogenide, Indium, Kristallstrukturen, Realstruktur, Kristalldefekte, Verzwilligung, Antiphasendomäne, Diffuse Streuung, Röntgenbeugung, HRTEM