

# Inhalt

|   |    |
|---|----|
| <b>Einleitung</b> . . . . .   | 1  |
| <b>1. Entdeckung und Anwendungen der Röntgenbeugung an Kristallen</b> . . . . . | 1  |
| Entdeckung, Anwendungen, Neutronen- und Elektronen-Beugung                      |    |
| <b>2. Strahlenschutz</b> . . . . .  | 4  |
| <b>I. Röntgenstrahlen</b> . . . . .   | 9  |
| <b>1. Bau der Röntgenröhre</b> . . . . .  | 9  |
| <b>2. Spektrum der emittierten Strahlung</b> . . . . .                          | 11 |
| a) Spannungsabhängigkeit des Spektrums . . . . .                                | 11 |
| b) Bremsstrahlung . . . . .   | 12 |
| c) Charakteristische Strahlung . . . . .  | 13 |
| <b>3. Wechselwirkung mit Materie</b> . . . . .                                  | 14 |
| a) Absorption . . . . .   | 14 |
| b) Kohärente Streuung . . . . .   | 18 |
| Streuung durch ein freies Elektron, Streuung durch ein Atom                     |    |
| c) Inkohärente Streuung . . . . .   | 22 |
| <b>4. Nachweis von Röntgenstrahlung</b> . . . . .                               | 22 |
| a) Photographische Registrierung . . . . .                                      | 22 |
| b) Registrierung mit Quantendetektoren . . . . .                                | 24 |
| Proportionalzählrohre, Szintillationszähler, Halbleiter-Detektoren              |    |
| <b>5. Erzeugung monochromatischer Strahlung</b> . . . . .                       | 27 |
| a) Durch Kristallreflexion . . . . .  | 27 |
| b) Durch Impulshöhenanalyse . . . . .   | 29 |
| c) Durch Filterung . . . . .  | 29 |
| <b>II. Kristalle</b> . . . . .  | 33 |
| <b>1. Translationsperiodizität</b> . . . . .                                    | 33 |
| a) Baueinheit, Elementarzelle . . . . .   | 33 |
| b) Raumgitter . . . . .   | 37 |
| c) Netzebenen . . . . .   | 37 |
| Netzebenenabstand und Normale, MILLERSche Indizes, Reziprokes Gitter            |    |
| d) Kristallographische Richtungen und Zonen . . . . .                           | 41 |
| e) Stereographische Projektion . . . . .  | 42 |
| f) Transformationen im Raumgitter . . . . .                                     | 45 |

|  |            |
|--|------------|
| 2. Symmetrie . . . . .   | 47         |
| a) Kristallographische Symmetrie . . . . .   | 47         |
| b) Kristallographische Symmetrie-Elemente . . . . .  | 52         |
| c) Symmetrie der Raumgitter . . . . .  | 58         |
| d) Zentrierte Zellen, Kristallsysteme . . . . .  | 59         |
| e) Symmetrie der Baueinheit . . . . .  | 64         |
| Baueinheiten mit Eigensymmetrie, Baueinheiten ohne Eigensymmetrie  |            |
| f) Raumgruppen . . . . .   | 70         |
| g) Punktlagen . . . . .  | 79         |
| h) Mathematische Darstellung von Symmetrie-Operationen . . . . .   | 80         |
| <b>III. Röntgenbeugung und reziprokes Gitter . . . . .</b>   | <b>83</b>  |
| 1. Kohärenz . . . . .  | 83         |
| 2. Beugung am Atompaar . . . . .   | 85         |
| 3. Beugung an einer amorphen Substanz . . . . .  | 88         |
| 4. Beugung am Kristall . . . . .   | 89         |
| a) Beugungsbedingungen . . . . .   | 89         |
| Berechnung der Streuamplitude, Gitterfaktor und Beugungsbedingungen  |            |
| b) Schärfe der Beugungsbedingungen . . . . .   | 92         |
| c) Geometrische Auswertung der Beugungsbedingungen . . . . .   | 95         |
| d) BRAGGSche Gleichung . . . . .   | 99         |
| e) EWALDSche Konstruktion . . . . .  | 101        |
| 5. Mathematische Beziehungen zwischen Raumgitter und reziprokem Gitter . . . .                                 | 104        |
| 6. Intensität eines Reflexes . . . . .   | 107        |
| 7. Zusammenhang zwischen Strukturfaktor und Elektronendichteverteilung . . . .                                 | 111        |
| <b>IV. Kristallographische Symmetrie und Beugungsbild . . . . .</b>  | <b>115</b> |
| 1. Übersicht . . . . .   | 115        |
| 2. Symmetrie des reziproken Gitters . . . . .  | 116        |
| 3. Intensitäten-Symmetrie . . . . .  | 117        |
| a) Punktsymmetrie der Intensitätsverteilung . . . . .  | 117        |
| b) Abweichungen von der FRIEDELschen Regel . . . . .   | 120        |
| c) LAUE-Klasse . . . . .   | 122        |
| 4. Auslöschungen . . . . .   | 123        |
| a) Auslöschungen als Folge von Gleitspiegelebenen und Schraubenachsen . . . .                                  | 123        |
| b) Auslöschungen als Folge einer Zellzentrierung . . . . .   | 126        |
| c) Diffraktions-Symbol . . . . .   | 129        |
| 5. Vortäuschung von Symmetrien . . . . .   | 133        |
| Übersicht, Zwillingskristalle  |            |
| <b>V. Abweichungen vom Idealkristall und ihr Einfluß auf das Beugungsbild . . . .</b>                          | <b>139</b> |
| 1. Störungen des Kristallbaus . . . . .  | 139        |
| Bau des Realkristalls, Sonderfälle des Idealkristalls  |            |
| 2. Röntgenbeugungs-Verfahren zum Nachweis von Baufehlern in Kristallen . . . .                                 | 146        |
| Substitutions-Fehlordnung, Positions-Fehlordnung, Nachweis einzelner Versetzungen<br>in fehlerarmen Kristallen |            |

|   |            |
|---|------------|
| 3. Wärmebewegung und Beugungsbild . . . . .   | 149        |
| a) Übersicht . . . . .  | 149        |
| b) Unabhängig schwingende Atome . . . . .   | 151        |
| 1-Atomige Struktur, Beliebige Struktur  |            |
| c) Mittlerer Temperaturfaktor . . . . .   | 155        |
| d) Gitterschwingungen . . . . .   | 157        |
| Schwingungstypen und Spektrum, Einfluß auf das Beugungsbild, Experimenteller Nachweis,<br>Beugungsbild modulierter Strukturen |            |
| 4. Mischkristalle . . . . .   | 163        |
| a) Ordnungsmöglichkeiten . . . . .  | 163        |
| b) Beugungsbild bei statistischer Verteilung der Mischungspartner . . . . .   | 164        |
| c) Beugungsbild bei Überstrukturbildung . . . . .   | 166        |
| 5. Domänenordnung in Überstrukturen . . . . .   | 167        |
| Entstehung, Beugungsbild  |            |
| 6. Fehlgeordnete OD-Kristalle . . . . .   | 173        |
| <b>VI. Die Schwenk- und LAUE-Methode und ihre Anwendungen . . . . .</b>   | <b>181</b> |
| 1. Einführung . . . . .   | 181        |
| 2. Herstellung von Einkristall-Präparaten . . . . .   | 181        |
| a) Wahl geeigneter Kristalle . . . . .  | 181        |
| Kristallgröße und -form, Probeaufnahmen, Prüfung der Kristalle auf Identität  |            |
| b) Präparation . . . . .  | 184        |
| Goniometerkopf, Befestigung des Kristalls   |            |
| 3. Technischer Aufbau einer Schwenkkamera . . . . .   | 191        |
| 4. Anwendung der EWALDSchen Konstruktion zur Deutung von Schwenk- und<br>LAUE-Aufnahmen . . . . .                             | 195        |
| a) Schwenkaufnahmen . . . . .   | 195        |
| EWALDSche Konstruktion, Gitterkonstante in Richtung der Drehachse, Drehkristall-Aufnahmen,<br>Größe des Schwenkbereiches      |            |
| b) Konvergenzmethode . . . . .  | 200        |
| c) LAUE-Aufnahmen . . . . .   | 202        |
| 5. BERNAL-Koordinaten . . . . .   | 204        |
| 6. Justage von Einkristallen . . . . .  | 207        |
| a) Bestimmung der Dejustierung aus Schwenkaufnahmen . . . . .   | 207        |
| Doppelschwenkaufnahmen  |            |
| b) Korrektur der Dejustierung . . . . .   | 211        |
| c) Hilfsgerät zur Justierung . . . . .  | 214        |
| 7. Bestimmung der Orientierung eines Kristalls aus LAUE-Aufnahmen . . . . .   | 214        |
| 8. Konstruktion des reziproken Gitters aus Schwenkaufnahmen . . . . .   | 219        |
| a) Möglichkeiten zur Bestimmung des Raumgitters eines Kristalls . . . . .   | 219        |
| b) Zeichnerische Konstruktion des reziproken Gitters . . . . .  | 223        |
| c) Beispiel zur Konstruktion des reziproken Gitters eines justierten Kristalls . . . . .                                      | 230        |
| d) Beispiel für die Konstruktion des reziproken Gitters eines regellos orientierten<br>Kristalls . . . . .                    | 237        |

|              |   |            |
|--------------|---|------------|
| 9.           | Bestimmung der Symmetrie eines Kristalls aus Schwenk- und LAUE-Aufnahmen  | 240        |
| a)           | Arbeitsablauf   | 240        |
| b)           | Nachweis einer Intensitäten-Symmetrie mit Hilfe von Schwenk-Aufnahmen   | 241        |
| c)           | Nachweis einer Intensitäten-Symmetrie mit Hilfe von LAUE-Aufnahmen  | 243        |
| d)           | Bestimmung von Auslöschungen  | 244        |
|              | Allgemeine Auslöschungen, Zonale und seriale Auslöschungen  |            |
| e)           | Beispiele zur Bestimmung des Diffraktions-Symbols   | 247        |
| 10.          | Beispiele für Anwendungen der Schwenk- und LAUE-Methode   | 251        |
| a)           | Bestimmung der Orientierung von Kristallen  | 251        |
| b)           | Masse des Zellinhaltes  | 253        |
| c)           | Symmetrie von Molekülen und anderen Baugruppen  | 254        |
| <b>VII.</b>  | <b>Sammlung von Intensitätsdaten für Kristallstrukturanalysen</b>   | <b>257</b> |
| 1.           | Elektronendichteverteilung in Kristallen  | 257        |
| 2.           | 4-Kreis Diffraktometer  | 259        |
| a)           | Bau und Arbeitsweise  | 259        |
|              | Gerätetypen, Arbeitsweise, Kontrollmessungen  |            |
| b)           | Bestimmung der Orientierung des Kristalls   | 261        |
| c)           | Reflexionsgeometrie   | 265        |
| 3.           | Äqui-Inklinations-Diffraktometer  | 267        |
| 4.           | WEISSENBERG-Methode   | 267        |
| a)           | Bau der WEISSENBERG-Kamera  | 267        |
| b)           | Geometrie der Aufnahme-Verfahren  | 269        |
| c)           | Abbildung des reziproken Gitters  | 272        |
| d)           | Anfertigung von WEISSENBERG-Aufnahmen   | 273        |
|              | Aufnahme einer 0. Schicht, Aufnahme einer höheren Schicht, Vermeidung von Doppelreflexionen (RENNINGER Effekt), Wahl des Schwenkbereiches |            |
| e)           | Indizierung der Aufnahmen   | 279        |
|              | Allgemeine Regeln, Beispiel, Bemerkungen zu WEISSENBERG-Aufnahmen von Kristallen höherer Symmetrie  |            |
| f)           | Konstruktion des reziproken Gitters   | 285        |
| 5.           | DE JONG-BOUMAN- und BUERGER-Methode   | 286        |
| a)           | Verfahren zur unverzerrten Abbildung des reziproken Gitters   | 286        |
| b)           | Anwendungen der Verfahren   | 288        |
| c)           | Ergänzung einer Serie von WEISSENBERG-Aufnahmen durch Präzessions-Aufnahmen   | 291        |
|              | Umsetzen des Kristalls, Justierung für Präzessions-Aufnahmen  |            |
| <b>VIII.</b> | <b>Intensitätsmessung und Datenreduktion</b>  | <b>299</b> |
| 1.           | Integrale Intensitäten der Reflexe eines Mosaik-Kristalls   | 299        |
| 2.           | Extinktion  | 303        |
| a)           | Einfluß auf die Ergebnisse von Kristallstrukturanalysen   | 303        |
| b)           | Primäre Extinktion  | 304        |
|              | Bemerkungen zur Beugung am Idealkristall, Geometrisches Modell der primären Extinktion  |            |
| c)           | Sekundäre Extinktion  | 307        |
| d)           | Vermeidung von Extinktionsfehlern   | 308        |

|   |            |
|---|------------|
| 3. Bestimmung integraler Intensitäten . . . . .   | 308        |
| a) Probleme bei der Intensitätsmessung . . . . .  | 308        |
| Voraussetzungen, Berücksichtigung des Mosaik-Aufbaues, Berücksichtigung des Untergrundes                      |            |
| b) Intensitätsmessung mit Diffraktometer-Methoden . . . . .   | 310        |
| Grundlagen, scan-Arten  |            |
| c) Intensitätsmessung mit Filmmethoden . . . . .  | 314        |
| Grundlagen, Integrierende Messung, Visuelle Schätzung, Integrierende Registrierung                            |            |
| d) Berechnung integraler Intensitäten aus Maximal-Intensitäten . . . . .                                      | 321        |
| Voraussetzungen, Aufspaltungskorrektur, Reflexgrößenänderung als Folge der Filmtranslation                    |            |
| 4. Korrektur integraler Intensitäten . . . . .  | 325        |
| a) Polarisationsfaktor . . . . .  | 326        |
| b) LORENTZfaktor . . . . .  | 327        |
| c) Absorptionsfaktor . . . . .  | 329        |
| 5. Intensitätenangleich . . . . .   | 331        |
| a) Angleich verschieden stark belichteter Aufnahmen . . . . .   | 331        |
| b) Angleich von Aufnahmen verschiedener Schichten . . . . .   | 331        |
| <b>IX. Pulvermethoden und ihre Anwendungen . . . . .</b>  | <b>335</b> |
| 1. Einführung . . . . .   | 335        |
| a) Anwendungsgebiete . . . . .  | 335        |
| b) EWALDSche Konstruktion des Beugungsbildes polykristalliner Präparate . . . . .                             | 335        |
| 2. Aufnahme-Verfahren . . . . .   | 339        |
| a) DEBYE-SCHERRER-Verfahren . . . . .   | 339        |
| b) GUINIER-Verfahren . . . . .  | 342        |
| c) Pulver-Diffraktometer . . . . .  | 346        |
| Geometrie des Strahlenganges, Registrierung des Diagramms, Intensitätsmessung                                 |            |
| 3. Präparatherstellung . . . . .  | 352        |
| Für DEBYE-SCHERRER-Kameras, für GUINIER-Kameras, für Pulver-Diffraktometer                                    |            |
| 4. Indizierung von Pulveraufnahmen . . . . .  | 356        |
| a) Indizierung bei bekannten Gitterkonstanten . . . . .   | 356        |
| Bestimmung von $\theta$ aus den Aufnahmen, Probleme bei der Zuordnung beobachteter und berechneter $d$ -Werte |            |
| b) Verfeinerung von Gitterkonstanten . . . . .  | 358        |
| Hochsymmetrische Kristalle mit kleinen Gitterkonstanten, Methode der kleinsten Quadrate                       |            |
| c) Bestimmung von Gitterkonstanten . . . . .  | 361        |
| Kristalle beliebiger Symmetrie, Kristalle höherer Symmetrie   |            |
| 5. Identifikation und qualitative Gemengeanalyse . . . . .  | 367        |
| Identifikation, Qualitative Gemengeanalyse  |            |
| 6. Quantitative Gemengeanalyse . . . . .  | 372        |
| Intensität von Pulverlinien, Gemenge aus zwei Komponenten, Gemengeanalyse mit innerem Standard                |            |

|   |            |
|---|------------|
| 7. Untersuchungen unter veränderten Temperatur- und Druckbedingungen am Präparat . . . . .  | 376        |
| a) Anwendungsgebiete . . . . .  | 376        |
| Hochtemperatur-Untersuchungen, Tieftemperatur-Untersuchungen, Hochdruck-Untersuchungen  |            |
| b) Experimentelle Technik . . . . .   | 379        |
| Heizzusätze, Präparation für Hochtemperatur-Untersuchungen, Tieftemperatur-Zusätze, Hochdruck-Zusätze   |            |
| 8. Texturuntersuchungen . . . . .   | 382        |
| a) Entstehung und praktische Bedeutung von Texturen . . . . .   | 381        |
| b) Texturanalyse . . . . .  | 385        |
| Fasertexturen, Walztexturen, Texturanalyse bei unbekannter Vorzugsrichtung  |            |
| 9. Bestimmung von Teilchengrößen und Versetzungsdichten . . . . .   | 390        |
| a) Einfluß der Teilchengröße und von Verzerrungen des Raunggitters auf das Beugungsbild . . . . .   | 390        |
| Linienverbreiterung als Folge kleiner Teilchengrößen, Kleinwinkelstreuung, Linienverbreiterung als Folge hoher Versetzungsdichten, Spannungsmessung |            |
| b) Berechnung und Bestimmung von Linienbreiten . . . . .  | 393        |
| Linienbreite und Teilchengröße, Linienbreite und Schwankungen des Netzebenenabstandes, Deutung und Messung von Linienprofilen                       |            |
| <b>X. Literatur</b> . . . . .   | <b>397</b> |
| <b>XI. Register</b> . . . . .   | <b>401</b> |