

# Inhaltsverzeichnis

<b>1. Entstehung und Eigenschaften von Röntgenstrahlen</b> .....	<b>1</b>
1.1. Definition .....	1
1.2. Das kontinuierliche Röntgenspektrum .....	1
1.3. Das charakteristische Röntgenspektrum .....	3
1.4. Erzeugung von Röntgenstrahlen .....	5
1.5. Strahlenschutz .....	8
1.6. Nachweis von Röntgenstrahlen .....	9
1.6.1. Röntgenfilme .....	9
1.6.2. Zählrohre .....	11
1.6.3. Festkörperdetektoren .....	12
1.7. Absorption von Röntgenstrahlen .....	13
1.7.1. Absorptionskoeffizient .....	13
1.7.1.1. Berechnung des Massenschwächungskoeffizienten für $\text{Ba}(\text{N}_3)_2$ für verschiedene Röntgenwellenlängen .....	13
1.7.1.2. Berechnung der Eindringtiefe von Röntgenstrahlen .....	14
1.7.2. Absorptionskanten .....	15
1.7.3. Absorptionsanalyse .....	16
1.8. Anregung der Eigenstrahlung .....	16
1.8.1. Elektronenstrahl-Mikrosonde .....	17
1.8.2. Anregung der Eigenstrahlung von Elementen durch Röntgen- strahlen, Emissionsanalyse (Röntgenfluoreszenzanalyse, RFA) ..	18
1.9. Brechung von Röntgenstrahlen .....	19
1.10. Streuung von Röntgenstrahlen .....	19
1.11. Beugung von Röntgenstrahlen .....	20
1.11.1. Die Lauegleichungen .....	21
1.11.2. Die Braggsche Reflexionsbedingung .....	22
1.11.3. Durchführung von Beugungsuntersuchungen .....	24
<b>2. Pulveraufnahmeverfahren</b> .....	<b>25</b>
2.1. Debye-Scherrer-Verfahren .....	26
2.1.1. Präparation .....	26
2.1.1.1. Stäbchenförmige Präparate .....	26
2.1.1.2. Einfüllen in Kapillaren .....	27
2.1.1.3. Präparation an Glasfäden .....	27
2.1.2. Kamera und Blendensystem .....	27
2.1.3. Vorbereitung und Einlegen des Filmes .....	29
2.1.4. Anbringen der Kamera an der Röntgenröhre und Wahl der geeigneten Röntgenstrahlen .....	29
2.1.5. Monochromatisierung der Röntgenstrahlung .....	30
2.1.6. Anfertigung einer Debye-Scherrer-Aufnahme des Cu-Drahtes ..	32

2.2.	Aufnahmeverfahren nach Straumanis . . . . .	34
2.2.1.	Anfertigen einer Pulveraufnahme nach Straumanis . . . . .	35
2.3.	Ausmessen von Debye-Scherrer-Filmen und Straumanisfilmen und Berechnung der Netzebenenabstände . . . . .	36
2.4.	Seemann-Bohlin-Verfahren . . . . .	39
2.5.	Planfilm- und Kegelfverfahren . . . . .	39
2.6.	Guinierverfahren . . . . .	40
2.7.	Zählrohrdiffraktometerverfahren . . . . .	43
2.7.1.	Präparation . . . . .	45
2.7.2.	Durchführung von Diffraktometeraufnahmen . . . . .	48
2.7.3.	Pulverdiffraktometer mit Monochromator und automatischem Divergenzspalt . . . . .	49
2.7.4.	Mikroprozessorgesteuerte Pulverdiffraktionsanlagen . . . . .	51
2.7.5.	Transmissionsdiffraktometer . . . . .	55
2.7.6.	Transmissionsdiffraktometer mit ortsempfindlichem Zähler . . . . .	55
2.8.	Pulveraufnahmen bei hoher und tiefer Temperatur . . . . .	57
<b>3.</b>	<b>Auswertung von Pulveraufnahmen (Geometrie der Beugung) . . . . .</b>	<b>61</b>
3.1.	Identifizierung unbekannter Substanzen mit Hilfe des PDF . . . . .	61
3.1.1.	Index to the powder diffraction file, Hanawalt-Index . . . . .	63
3.1.2.	Fink-Index . . . . .	64
3.1.3.	KWIC-Index (Key Word in Context) . . . . .	65
3.1.4.	Computermethoden . . . . .	65
3.1.5.	Identifizierung von Pulvergemischen . . . . .	66
3.2.	Kristallographische Datenbanken . . . . .	67
3.3.	Indizierung von Pulveraufnahmen . . . . .	68
3.3.1.	Achssysteme und Bravaisgitter . . . . .	69
3.3.2.	Punktkoordinaten, Richtungsindizes und Flächenindizes . . . . .	71
3.3.3.	Netzebenenabstand $d_{hkl}$ . . . . .	74
3.3.4.	Indizierung kubischer Kristalle . . . . .	76
3.3.4.1.	Indizierung bei bekannter Gitterkonstante . . . . .	76
3.3.4.2.	Indizierung bei unbekannter Gitterkonstante . . . . .	77
3.3.5.	Graphische Indizierung kubischer und tetragonaler Kristalle . . . . .	80
3.3.5.1.	Graphische Indizierung von Rutil . . . . .	80
3.3.5.2.	Rechnerische Indizierung tetragonaler Kristalle . . . . .	82
3.3.6.	Graphische Indizierung hexagonaler Kristalle . . . . .	83
3.3.6.1.	Transformation einer hexagonalen Elementarzelle in eine orthohexagonale . . . . .	84
3.3.6.2.	Transformation einer hexagonalen Elementarzelle in eine rhomboedrische . . . . .	85
3.3.7.	Indizierungsverfahren mit Hilfe des reziproken Gitters . . . . .	86
3.3.7.1.	Das reziproke Gitter (RG) . . . . .	86
3.3.7.2.	Graphische Konstruktion des RG . . . . .	87
3.3.7.3.	Vektordiskussion des RG . . . . .	88
3.3.7.4.	Indizierung von Röntgenpulveraufnahmen unter Zuhilfenahme des RG (Methode nach Ito) . . . . .	90
3.3.7.5.	Indizierung von Bariumazid nach der Ito-Methode . . . . .	91

3.3.8.	Computermethoden zur Indizierung von Röntgenpulver- aufnahmen . . . . .	97
3.3.9.	Reduzierte Zelle . . . . .	97
3.4.	Präzisionsbestimmung von Gitterkonstanten . . . . .	98
3.5.	Quantitative Mengenanalyse . . . . .	101
3.5.1.	Quantitative Bestimmung von ZnO in $\alpha$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> . . . . .	103
3.6.	Teilchengrößenbestimmung . . . . .	107
3.6.1.	Röntgenkleinwinkelstreuung . . . . .	110
<b>4.</b>	<b>Die Intensität gebeugter Röntgenstrahlen . . . . .</b>	<b>111</b>
4.1.	Der atomare Streufaktor (Atomformfaktor) . . . . .	111
4.2.	Temperaturfaktor . . . . .	113
4.3.	Strukturamplitude und Strukturfaktor . . . . .	115
4.4.	Flächenhäufigkeitsfaktor . . . . .	119
4.5.	Polarisationsfaktor . . . . .	120
4.6.	Lorentzfaktor und kombinierter LP-Faktor . . . . .	121
4.7.	Absorptionsfaktor . . . . .	121
4.8.	Extinktion . . . . .	122
4.9.	Ausdrücke für die relativen Intensitäten . . . . .	122
<b>5.</b>	<b>Einkristallverfahren . . . . .</b>	<b>123</b>
5.1.	Lauemethode . . . . .	123
5.2.	Drehkristallverfahren . . . . .	124
5.3.	Die Ewaldsche Konstruktion . . . . .	126
5.4.	Gitterkonstantenbestimmung aus Drehkristallaufnahmen . . . . .	127
5.5.	Aufnahmeverfahren mit bewegtem Film . . . . .	128
5.5.1.	Weissenbergverfahren . . . . .	129
5.5.2.	Weitere Einkristallkameras . . . . .	131
5.5.3.	Einkristalldiffraktometer . . . . .	132
5.5.3.1.	Auswahl der Kristalle . . . . .	133
5.5.3.2.	Orientierungsmatrix und Gitterkonstanten . . . . .	133
5.5.3.3.	Messen der Intensitäten . . . . .	133
<b>6.</b>	<b>Kristallstrukturanalyse . . . . .</b>	<b>136</b>
6.1.	Anzahl der Formeleinheiten in der Elementarzelle . . . . .	136
6.1.1.	Berechnung der Anzahl der Formeleinheiten in Ba(N <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> . . . . .	137
6.2.	Punktgruppen und Raumgruppen . . . . .	137
6.3.	Raumgruppenbestimmung . . . . .	141
6.4.	Das Phasenproblem . . . . .	143
6.5.	Iterative Methoden der Kristallstrukturanalyse . . . . .	143
6.5.1.	Kristallstrukturanalyse von NaCl . . . . .	143
6.6.	Bestimmung der Elektronendichteverteilung mittels Fourierreihen . . . . .	147
6.7.	Pattersonsynthese . . . . .	150
6.8.	Direkte Methoden der Phasenbestimmung . . . . .	152
6.8.1.	Normalisierte Strukturformfaktoren E <sub>H</sub> . . . . .	153

6.8.2.	Die Verteilung der $E_H$ -Werte	153
6.8.3.	Strukturinvariante	154
6.8.4.	Strukturseminvariante	155
6.8.5.	Das Nachbarschaftsprinzip	155
6.8.6.	Identitäten	156
6.8.7.	Repräsentationen	157
6.8.8.	Wahl des Koordinatenursprungs und Phasenbestimmung mittels der Sayre-Gleichung	157
6.8.9.	Symbolische Addition	158
6.8.10.	Multisolution, Permutationsmethode	158
6.8.11.	Durchführung Direkter Methoden	159
6.9.	Isomorpher Ersatz	159
6.10.	Anormale Dispersion	159
6.11.	Strukturverfeinerung	160
6.11.1.	Die Methode der kleinsten Fehlerquadrate (Least Squares)	160
6.11.2.	Differenzfouriersynthesen	160
6.11.3.	Der Übereinstimmungsfaktor R	161
6.12.	Interatomare Abstände und Winkel	161
6.13.	Grenzen der Methode und Möglichkeiten	163
6.14.	Kristallographische Programmsysteme	164
<b>7.</b>	<b>Anwendungsbeispiele für Röntgenuntersuchungen in der Chemie</b>	<b>165</b>
7.1.	Bestimmung kinetischer Daten	165
7.1.1.	Die kinetische Verfolgung des Silberoxidzerfalles	165
7.2.	Aufstellen eines Zustandsdiagramms	167
7.3.	Aufstellen des Zustandsdiagramms für ein System Salz-Wasser	168
7.4.	Festlegen optimaler Bildungsbedingungen	169
<b>8.</b>	<b>Anhang</b>	<b>171</b>
8.1.	Vektorrechnung	171
8.2.	Tabellen und Tafeln	173
8.2.1.	Die quadratische Form für kubische, tetragonale und hexagonale Systeme	173
8.2.2.	Die Funktion $\frac{1 + \cos^2 2\vartheta}{\sin^2 \vartheta \cdot \cos \vartheta}$	177
8.2.3.	Die Funktion $\frac{1 + \cos^2 2\vartheta}{\sin^2 \vartheta}$	179
8.2.4.	Die Funktion $\frac{1}{2} \left[ \left( \frac{\cos^2 \vartheta}{\sin \vartheta} \right) + \left( \frac{\cos^2 \vartheta}{\vartheta} \right) \right]$	181
8.2.5.	Einheitskreis zur Berechnung von $\cos 2\pi h_x$ und $\sin 2\pi h_x$	183
8.2.6.	Atom- und Ionenradien	184
<b>Literatur</b>		<b>185</b>
<b>Sachwortverzeichnis</b>		<b>190</b>