

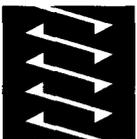
Werner Massa

Kristallstruktur- bestimmung

6., aktualisierte Auflage

Mit 109 Abbildungen

STUDIUM



VIEWEG+
TEUBNER

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	13
2	Kristallgitter	14
2.1	Das Translationsgitter	14
2.1.1	Die Elementarzelle	14
2.1.2	Atomparameter	16
2.1.3	Die sieben Kristallsysteme	17
2.2	Die 14 Bravais-Gitter	18
2.2.1	Hexagonale, trigonale und rhomboedrische Systeme	20
2.2.2	Reduzierte Zellen	23
3	Röntgenbeugung	25
3.1	Röntgenstrahlung	25
3.2	Interferenz am eindimensionalen Gitter	30
3.3	Die Laue-Gleichungen	32
3.4	Netzebenen und hkl -Indices	35
3.5	Die Braggsche Gleichung	36
3.6	Höhere Beugungsordnungen	38
3.7	Die Quadratische Braggsche Gleichung	39
4	Das reziproke Gitter	43
4.1	Vom realen zum reziproken Gitter	43
4.2	Ewald-Konstruktion	46
5	Strukturfaktoren	49
5.1	Atomformfaktoren	49
5.2	Auslenkungsparameter	51
5.3	Strukturfaktoren	55
6	Symmetrie in Kristallen	59
6.1	Einfache Symmetrieelemente	59
6.1.1	Kopplung von Symmetrieelementen	61
6.1.2	Kombination von Symmetrieelementen	61
6.2	Blickrichtungen	63
6.3	Translationshaltige Symmetrieelemente	65
6.3.1	Kombination von Translation und anderen Symmetrieelementen	66
6.3.2	Kopplung von Translation und anderen Symmetrieelementen	66

6.4	Die 230 Raumgruppen	69
6.4.1	Raumgruppen–Notation der International Tables for Crystallography	69
6.4.2	Zentrosymmetrische Kristallstrukturen	76
6.4.3	Die „asymmetrische Einheit“	77
6.4.4	Raumgruppentypen	79
6.4.5	Gruppe–Untergruppe–Beziehungen	79
6.5	Beobachtbarkeit von Symmetrie	81
6.5.1	Mikroskopische Struktur	81
6.5.2	Makroskopische Eigenschaften und Kristallklassen	81
6.5.3	Symmetrie des Translationsgitters	82
6.5.4	Symmetrie des Beugungsbildes: Die Laue–Gruppen	82
6.6	Bestimmung der Raumgruppe	85
6.6.1	Bestimmung der Lauegruppe	85
6.6.2	Systematische Auslöschungen	86
6.7	Transformationen	90
7	Experimentelle Methoden	93
7.1	Einkristalle: Züchtung, Auswahl und Montage	93
7.2	Röntgenbeugungsmethoden an Einkristallen	98
7.2.1	Filmmethoden	99
7.2.2	Vierkreis-Diffraktometer	103
7.2.3	Reflexprofile und Abtast–Modus	108
7.3	Flächendetektorsysteme	112
7.4	Datenreduktion	119
7.4.1	LP–Korrektur	120
7.4.2	Standardabweichungen	121
7.4.3	Absorptionskorrektur	123
7.5	Andere Beugungsmethoden	126
7.5.1	Neutronenbeugung	126
7.5.2	Elektronenbeugung	127
8	Strukturlösung	129
8.1	Fouriertransformationen	129
8.2	Patterson-Methoden	132
8.2.1	Symmetrie im Pattersonraum.	133
8.2.2	Strukturlösung mit Harker–Peaks.	134
8.2.3	Bildsuchmethoden.	137
8.3	Direkte Methoden	138
8.3.1	Harker–Kasper–Ungleichungen.	138

8.3.2	Normalisierte Strukturfaktoren.	139
8.3.3	Sayre-Gleichung.	140
8.3.4	Triplett-Beziehungen.	141
8.3.5	Nullpunktswahl	144
8.3.6	Strategien zur Phasenbestimmung	145
9	Strukturverfeinerung	149
9.1	Methode der kleinsten Fehlerquadrate	149
9.1.1	Verfeinerung gegen F_o - oder F_o^2 -Daten.	154
9.2	Gewichte	155
9.3	Kristallographische R-Werte	157
9.4	Verfeinerungstechniken	158
9.4.1	Lokalisierung und Behandlung von H-Atomen	160
9.4.2	Verfeinerung mit Einschränkungen	161
9.4.3	Dämpfung	163
9.4.4	Restriktionen durch Symmetrie	163
9.4.5	Restelektronendichte	164
9.5	Verfeinerung mit der Rietveld-Methode	165
10	Spezielle Effekte	168
10.1	Fehlordnung	168
10.1.1	Besetzungs-Fehlordnung	168
10.1.2	Lagefehlordnung und Orientierungsfehlordnung	169
10.1.3	1- und 2-Dimensionale Fehlordnung	172
10.2	Modulierte Strukturen	173
10.3	Quasikristalle	174
10.4	Anomale Dispersion und „absolute Struktur“	175
10.4.1	Chiralität und „absolute Struktur“	181
10.5	Extinktion	184
10.6	Renninger-Effekt	186
10.7	Der $\lambda/2$-Effekt	188
10.8	Thermisch Diffuse Streuung (TDS)	189
11	Fehler und Fallen	190
11.1	Falsche Atomsorten	190
11.2	Verzwilligung	192
11.2.1	Klassifizierung nach dem Zwillingselement	192
11.2.2	Klassifizierung nach dem makroskopischen Erscheinungsbild	193
11.2.3	Klassifizierung nach der Entstehung	194

11.2.4	Beugungsbilder von Zwillingskristallen und deren Interpretation	195
11.2.5	Verzwilligung oder Fehlordnung?	203
11.3	Fehlerhafte Elementarzellen	204
11.4	Raumgruppenfehler	205
11.5	Nullpunktsfehler	206
11.6	Schlechte Auslenkungsfaktoren	208
12	Interpretation der Ergebnisse	210
12.1	Bindungslängen und Winkel	210
12.2	Beste Ebenen und Torsionswinkel	211
12.3	Struktur und Symmetrie	213
12.4	Strukturzeichnungen	215
12.5	Elektronendichten	219
13	Kristallographische Datenbanken	222
13.1	Inorganic Crystal Structure Database ICSD	222
13.2	Pearson's Crystal Data PCD	222
13.3	Cambridge Structural Database CSD	224
13.4	Metals Crystallographic Data File CRYSTMET	224
13.5	Andere Datensammlungen zu Kristallstrukturen	227
13.6	Deponierung von Strukturdaten in den Datenbanken	227
13.7	Kristallographie im Internet	228
14	Gang einer Kristallstrukturbestimmung	229
15	Beispiel einer Strukturbestimmung	232
16	Literatur	255