Caroline Röhr, Universität Freiburg, Institut für Anorganische und Analytische Chemie

Sammlung und Aufbereitung von Intensitätsdaten – Symmetrie im reziproken Raum

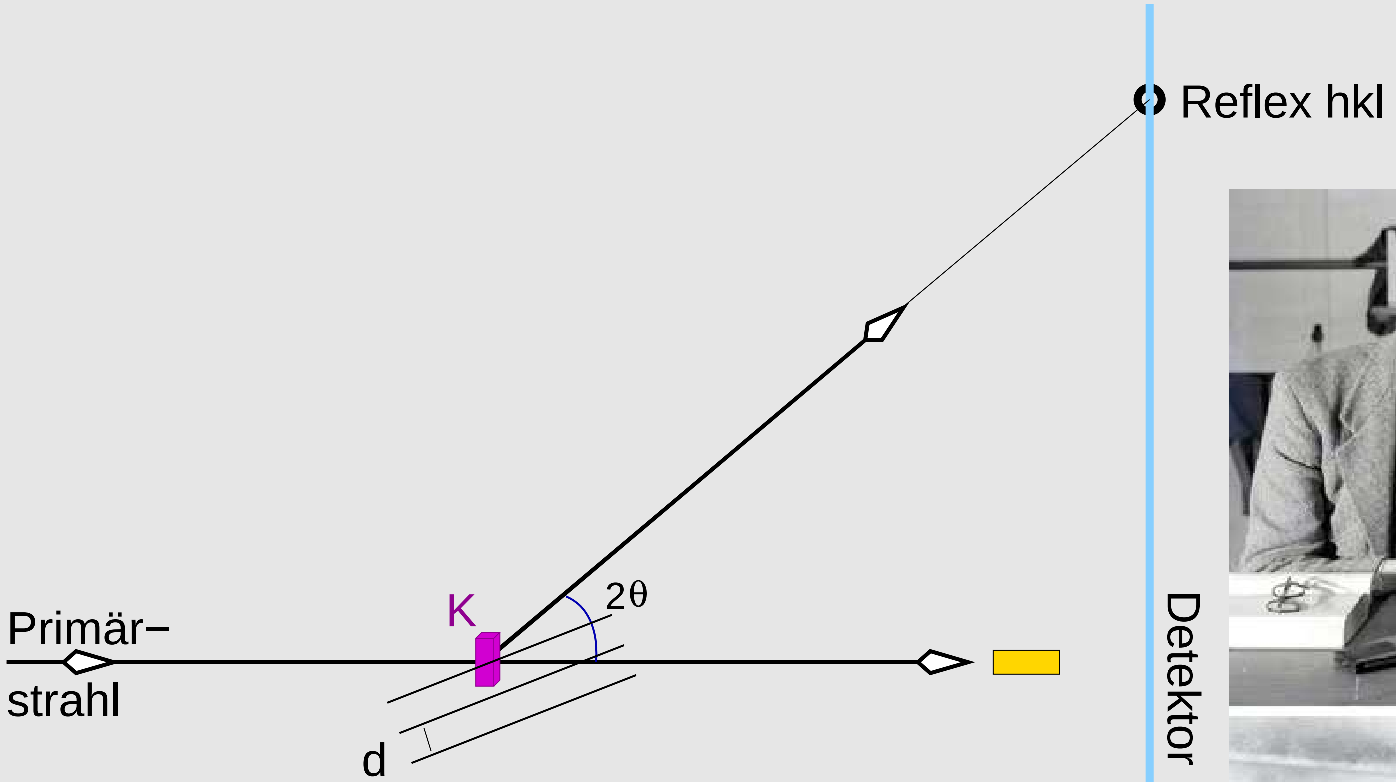
http://ruby.chemie.uni-freiburg.de/Vorlesung/Seminare/chemkrist09.pdf

Inhalt

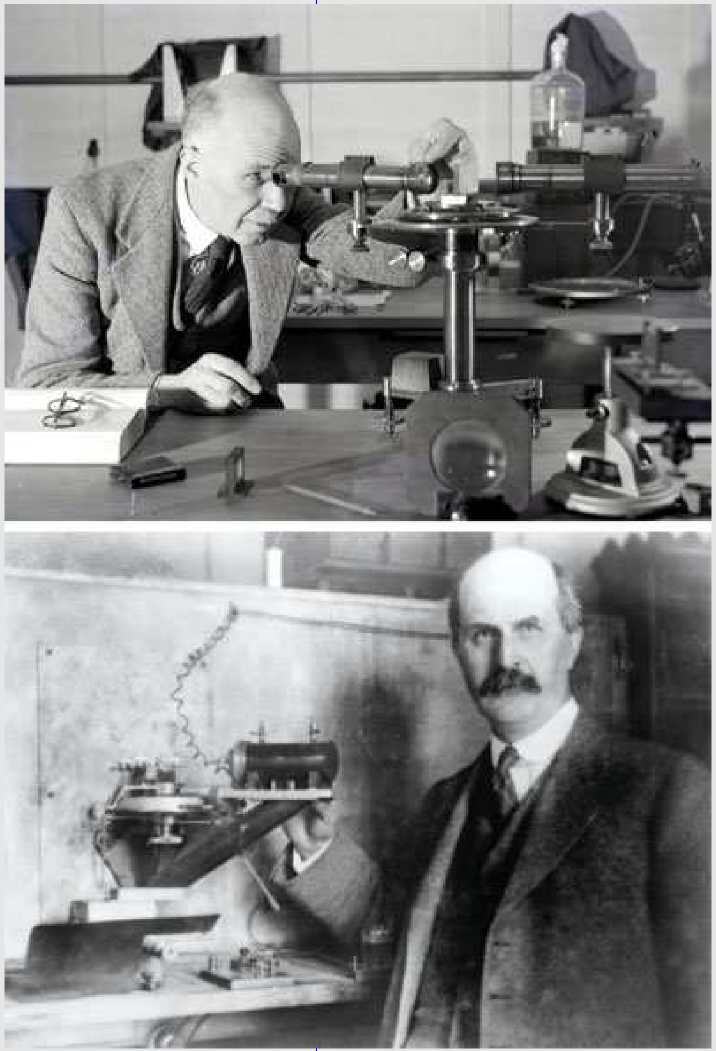
1. Ewald-Konstruktion
   1.1. Von Bragg zu Ewald
   1.2. Grenzkugel
2. Historisches
   2.1. Filmmethoden
   2.2. Vierkreisdiffraktometer
3. Diffraktometer mit Flächenzähler
   3.1. Hardware
   3.2. Indizierung
   3.3. Meßstrategien und -parameter
4. Integration und Datenreduktion
   4.1. Erfassung integraler Intensitäten
   4.2. Lorentzkorrektur
   4.3. Polarisationskorrektur
   4.4. Absorptionskorrektur
5. Symmetrie im reziproken Raum
   5.1. Inversionssymmetrie, absolute Strukturen
   5.2. Laueklasse
   5.3. Systematische Auslöschungen
   5.4. Beugungssymbol, Raumgruppenbestimmung

1. Ewald-Konstruktion

Von Braggs ...

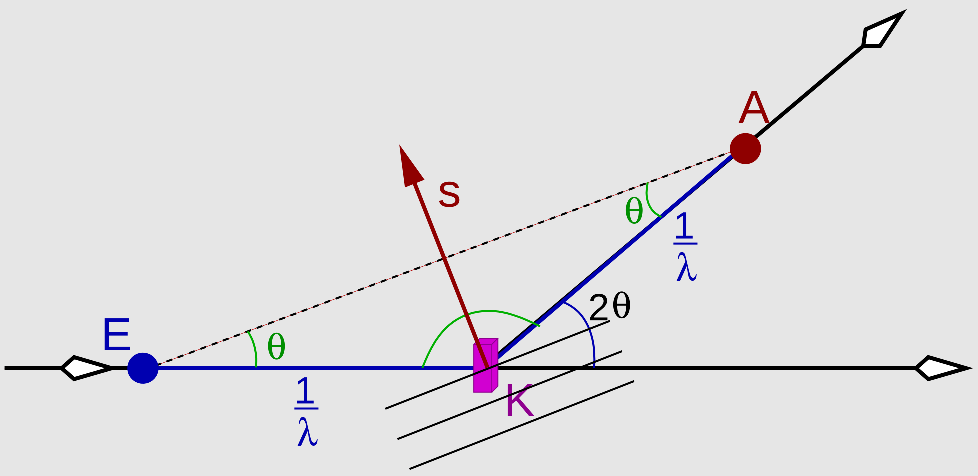


- Bragg-Bedingung für Reflex hkl ($\vec{h}$)
- $\boxed{\lambda = 2d_{\vec{h}} \sin \Theta_{\vec{h}}}$



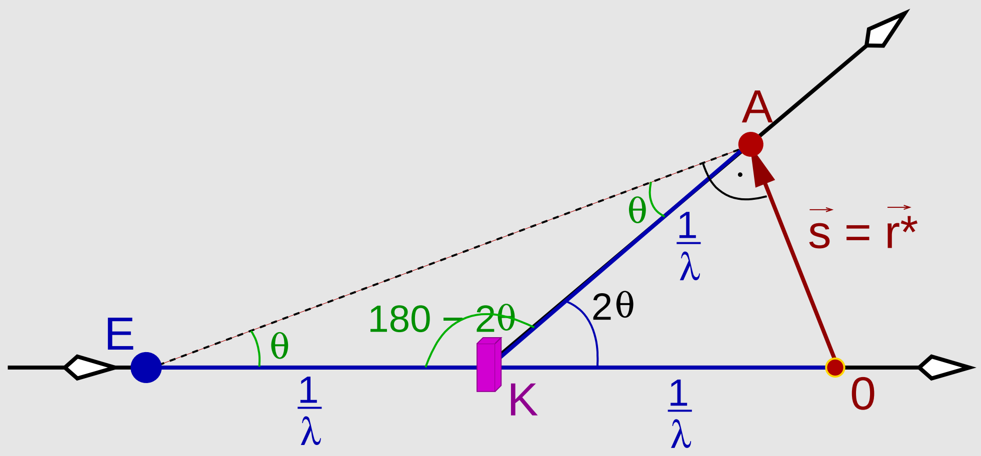
William Lawrence Bragg (o)
William Henry Bragg (u)

... über den Streuvektor ...



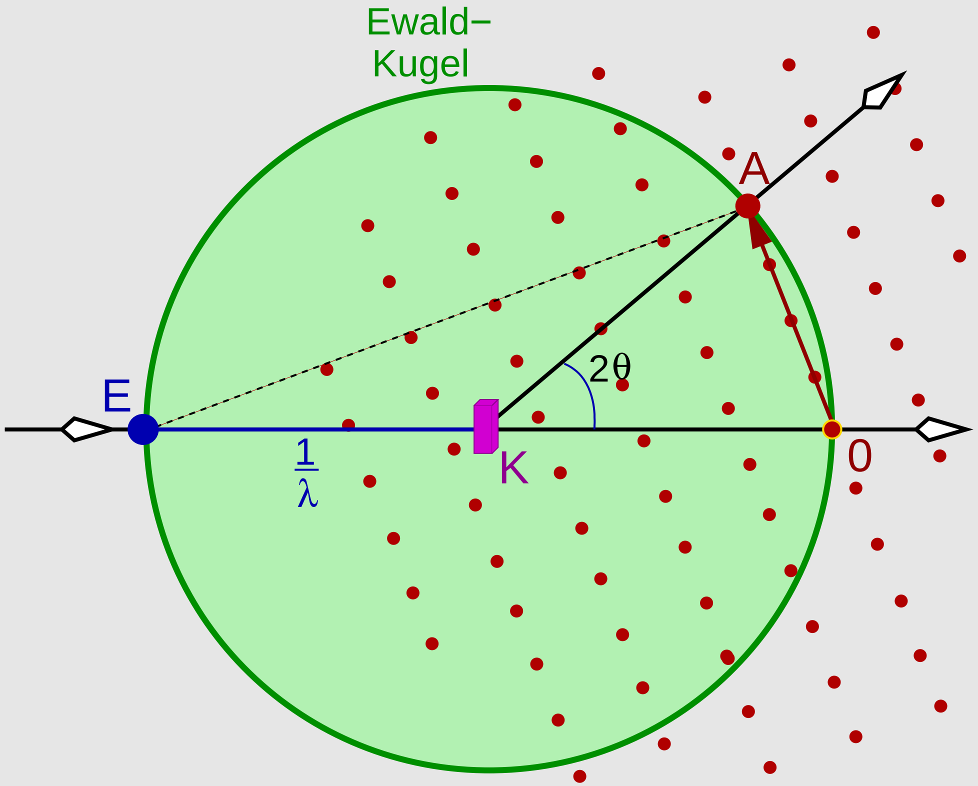
- mit reziprokem Gittervektor: $\boxed{\frac{1}{d_{\vec{h}}} = \frac{2}{\lambda}\sin\Theta_{\vec{h}} = \left|r^*_{\vec{h}}\right|}$
- 'Reflektions'bedingung: Streuvektor $\vec{s}_{\vec{h}}$ ($\parallel$ $d_{\vec{h}}$) = reziproker Gittervektor $r^*_{\vec{h}}$
- $\vec{s}$ winkelhalbierend zwischen ein- und aus-fallendem Strahl

... zur Ewald-Konstruktion



- Streuvektor $\vec{s}_{\vec{h}} = \vec{r}^*_{\vec{h}}$ um $\frac{1}{\lambda}$ verschieben
- $\boxed{\sin\Theta = \frac{\text{Gegenkathete}}{\text{Hypotenuse}} = \frac{\text{OA}}{\text{EKO}} = \frac{|\vec{r}^*|}{2/\lambda}}$
- Vorteil:

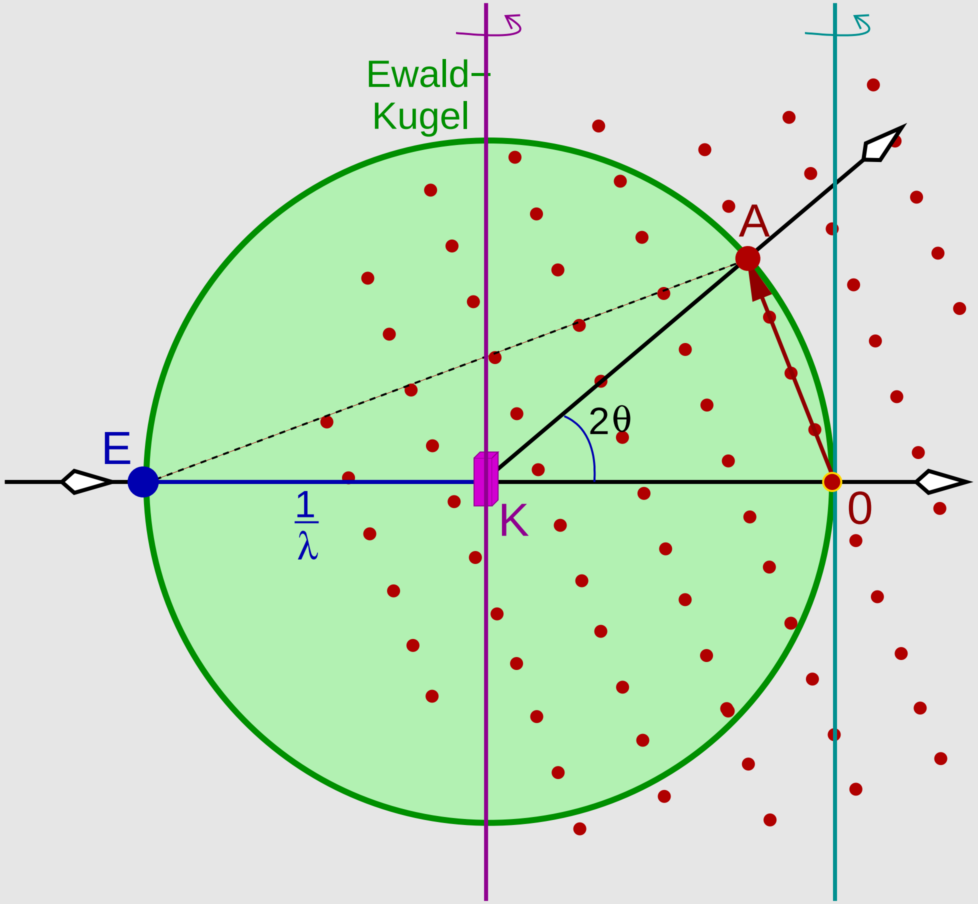
Ewald-Konstruktion



- ’Reflektions’bedingung erfüllt für alle $\vec{r}^*_{\vec{h}}$,
- deren Endpunkte auf Kugel mit Radius $\frac{1}{\lambda}$ um den Kristall liegen
- $\longmapsto$ Ewald-Kugel

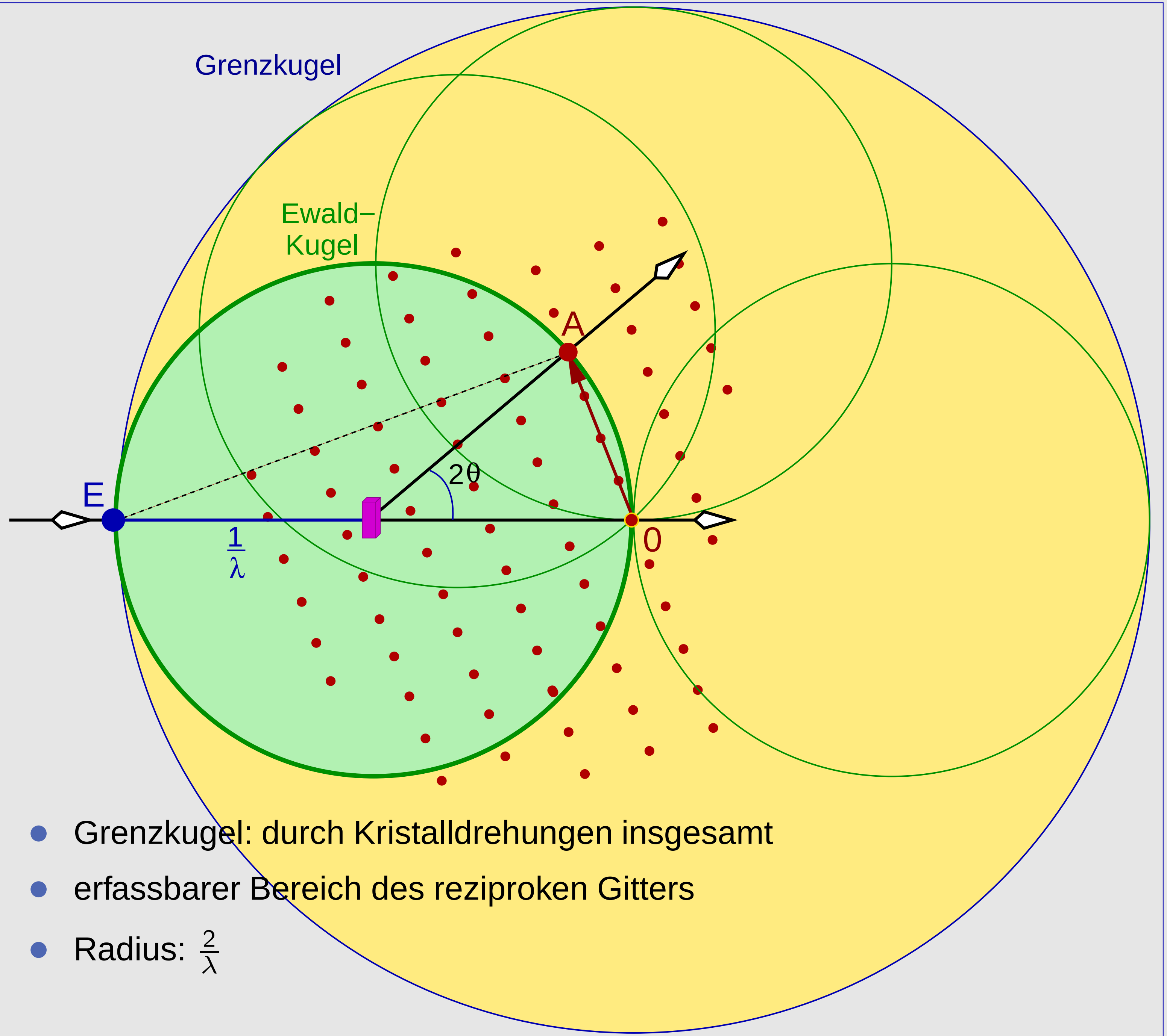
Paul Peter Ewald (1888-1985)

Ewald-Konstruktion



- Drehung des Kristalls $\leftrightarrow$ Drehung des reziproken Gitters
- Reflexe wandern durch die 'Reflektions'bedingung $\Rightarrow$

1.2. Ewald-Konstruktion: Grenzkugel



- Grenzkugel: durch Kristalldrehungen insgesamt
- erfassbarer Bereich des reziproken Gitters
- Radius: $\frac{2}{\lambda}$

Ewald-Konstruktion: Zusammenfassung

- Annahmen:
  - monochromatische Strahlung
  - feste Einfallsrichtung des Primärstrahls
  - Einkristall
- Ewald-Kugel: Kugel mit Radius $1/\lambda$ um Kristall (real $\mapsto$ reziprok)
- ’Reflektions’bedingung: Streuvektor $\vec{s}$ fällt mit reziprokem Gittervektor $\vec{r}^*$ zusammen
- wenn $\vec{r}^*$ auf Ewald-Kugel $\mapsto$ $\vec{s}$ $\mapsto$ Bragg-Reflex
- vom Kristall in Richtung Spitze des reziproken Gittervektors/Streuvektors
- Konsequenzen für Experimente:
  - Kristalldrehungen um mindestens 2 Achsen
  - Detektoren mit möglichst großer Fläche
  - Radius der Grenzkugel: $\frac{2}{\lambda}$
  - Reflex-Volumina (Mosaik-Struktur) $\mapsto$ ’Scans’ für integrale Intensitäten $\Rightarrow$

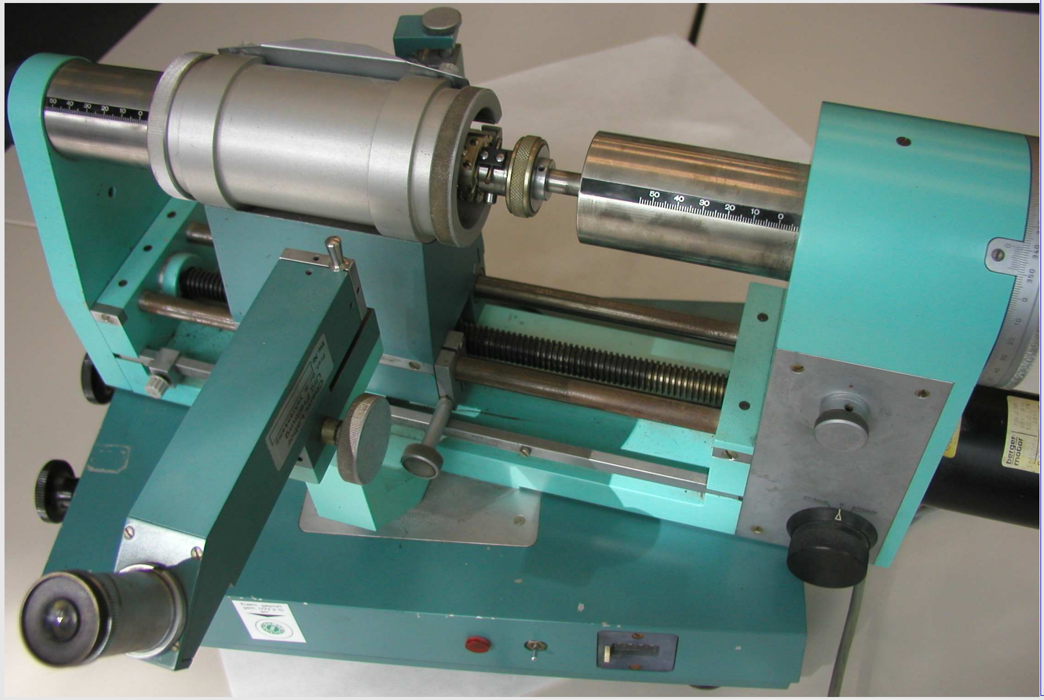
2. Historisches

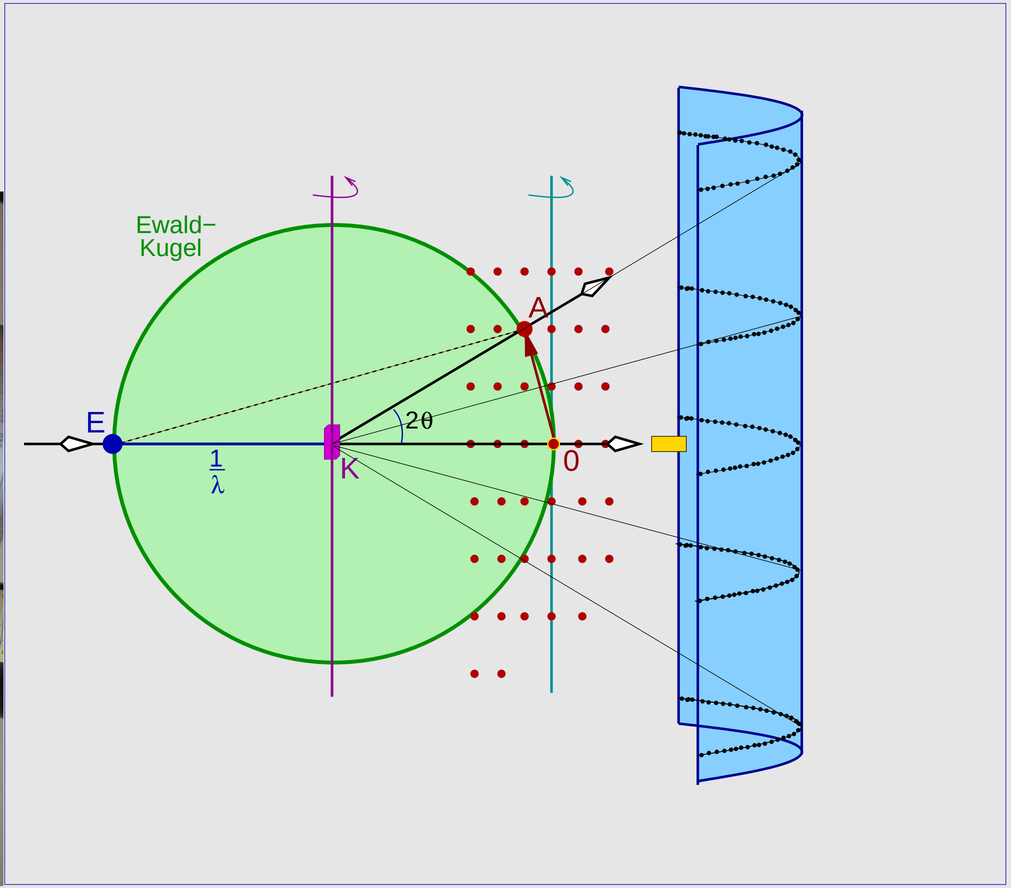
2.1. Filmmethoden

- $\oplus$ Film als Flächendetektor $\mapsto$ viele Reflexe gleichzeitig detektierbar
- $\ominus$ $I_{\vec{h}}$ nur mit großem Aufwand/ungenau (Integrationsmechanik, Densitometer usw.)
- $\ominus$ aufwändige Kristall-Justage
- Prinzip allgemein:
  - ◇ Drehung des Kristalls um eine einjustierte Achse (ϕ)
  - ◇ Drehkristallaufnahmen: von einer Schicht bei Drehung um ϕ erzeugte Reflexe auf Kegelmänteln, die
    - zylindrischen Film ($\phi \parallel$ Zylinderachse) in gerade Linien schneiden (Weissenberg)
    - auf planen Filmen ($\phi \perp$ Film) als Ringe erscheinen (Buerger, DeJong: Cone-Aufnahmen)
  - ◇ daraus: Länge des parallel zur Drehachse eingestellten Einheitsvektors
  - ◇ Aufnahmen einzelner Schichten durch 'Ausblenden' aller anderen Schichten
  - ◇ Verteilung der Reflexe dieser Schicht (Linie bzw. Ring) auf dem Film durch clevere Mechanik (Kopplung der Drehung um die Kristallachse mit Verschiebung des Films)

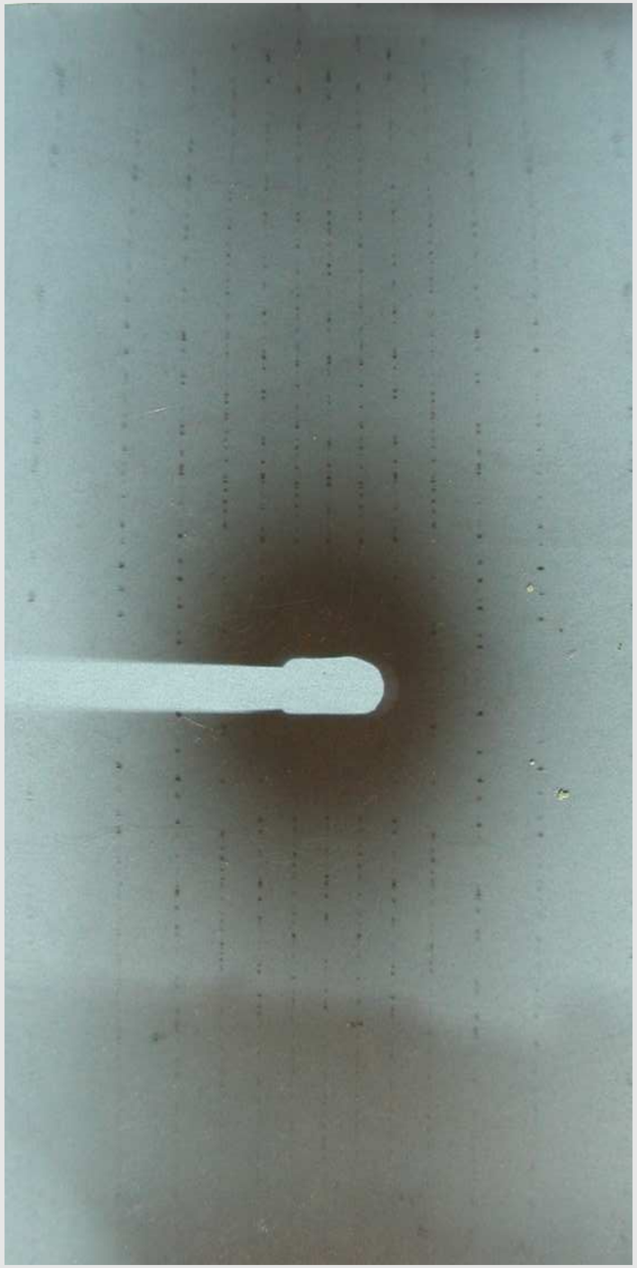
Filmmethoden: Weissenberg

- zylindrischer Film
- ⊕ 'einfache' Mechanik
- ⊕ optimale Filmfläche
- Drehkristallaufnahme ⇒
- ⊖ Schichten ↦ verzerrt ↦ Symmetrie schwer erkennbar, Umzeichnen erforderlich

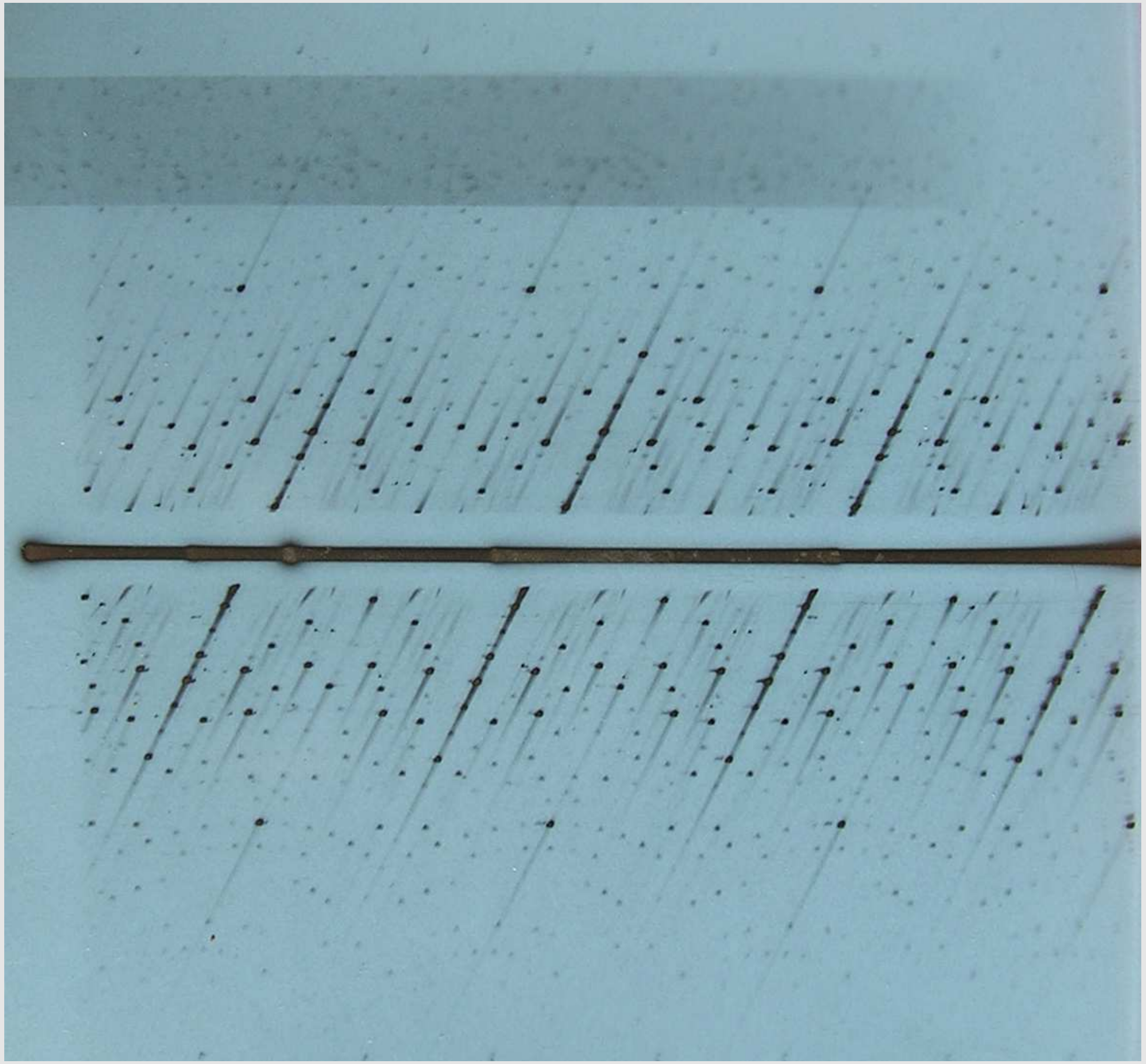




Filmmethoden: Weissenberg



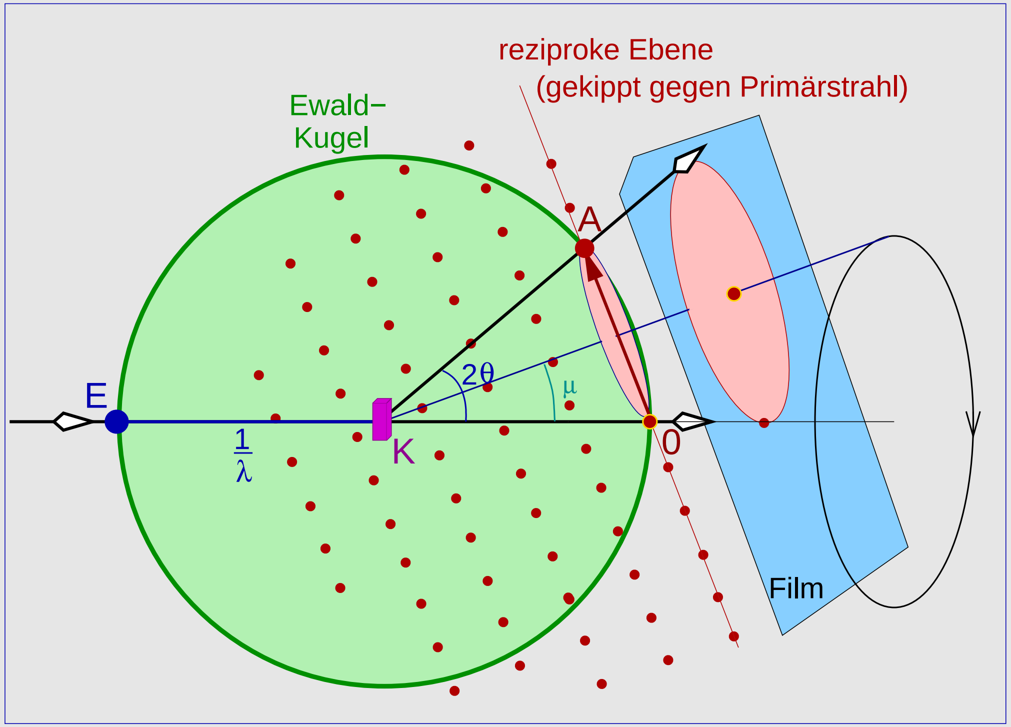
Drehkristall-Aufnahme



Äquator (0. Schicht)

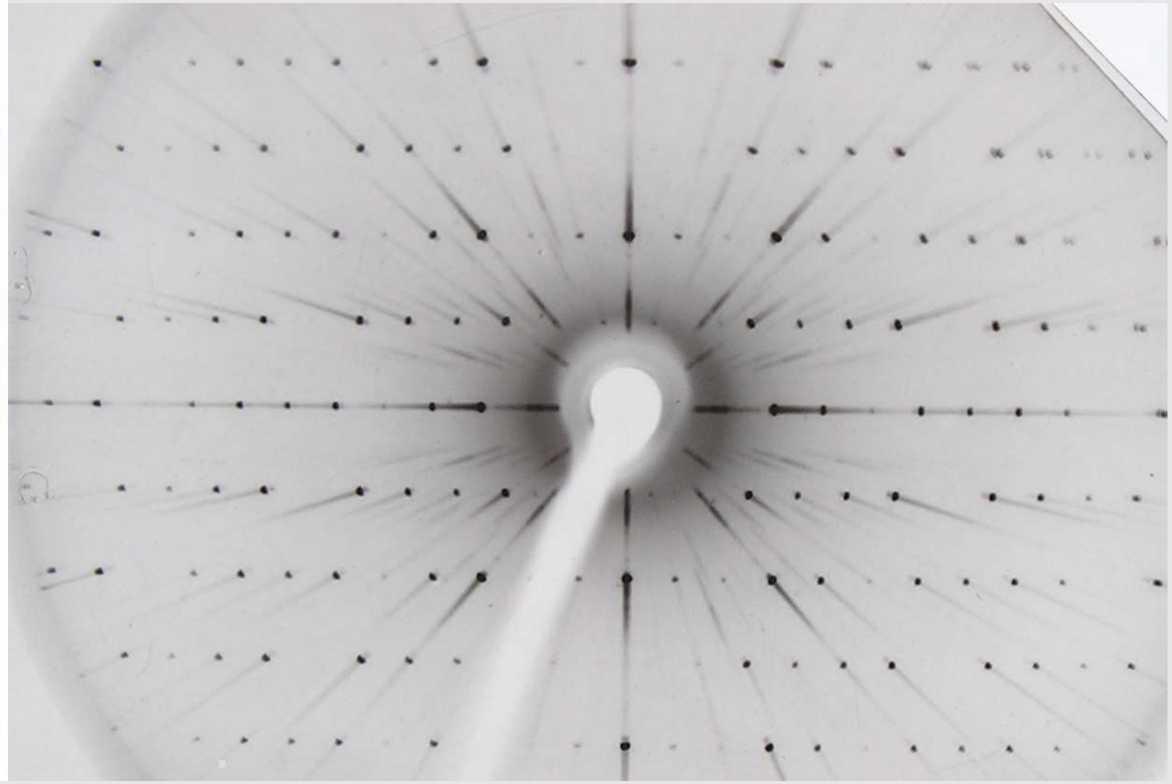
Filmmethoden: Buerger

- $\ominus$ aufwändige Mechanik
- Cone/Kegel-Aufnahmen $\Rightarrow$
- $\oplus$ Schichten $\mapsto$ unverzerrt $\mapsto$ Symmetrie direkt erkennbar



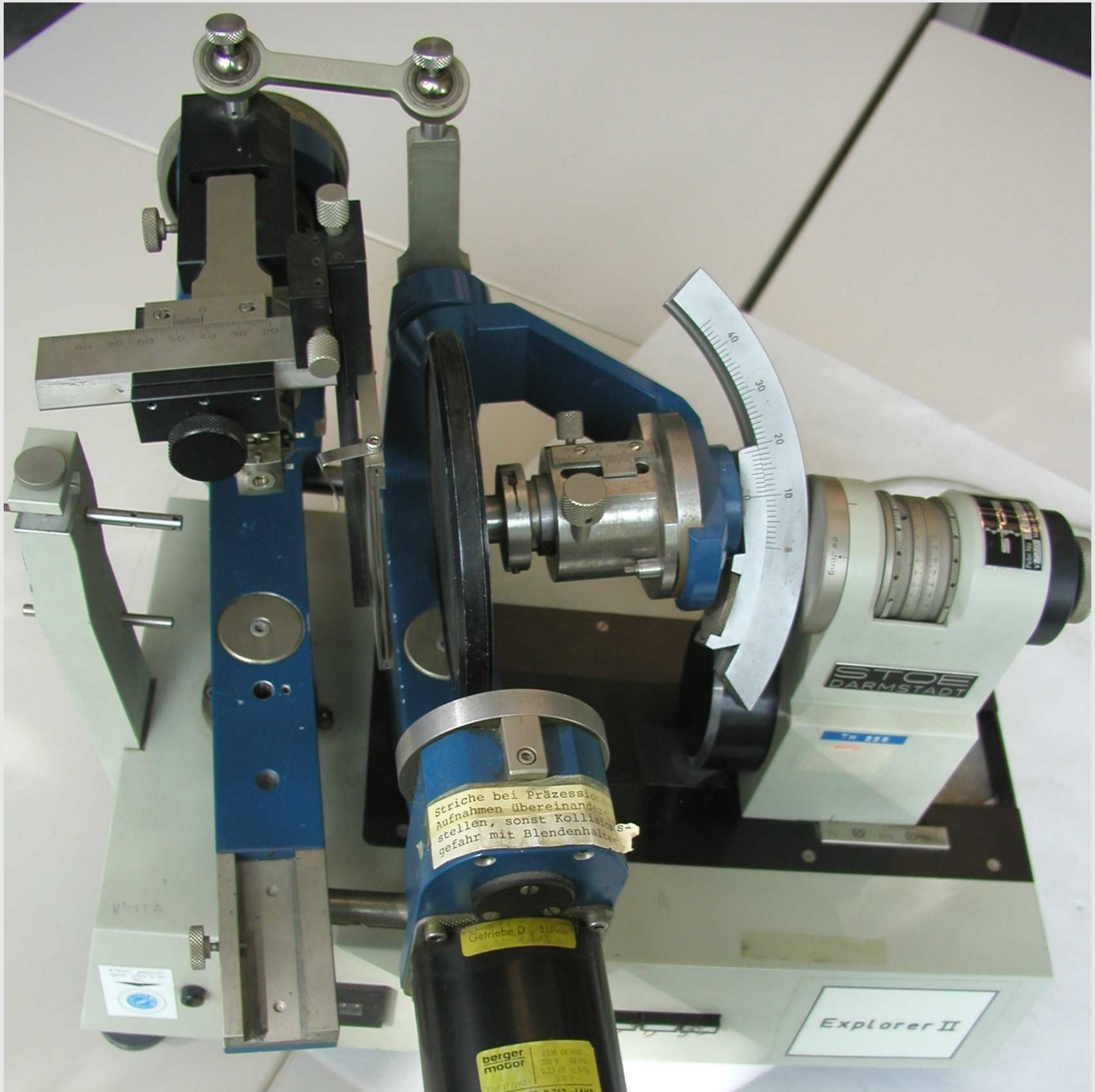
Filmmethoden: Buerger

Kegel-Aufnahme



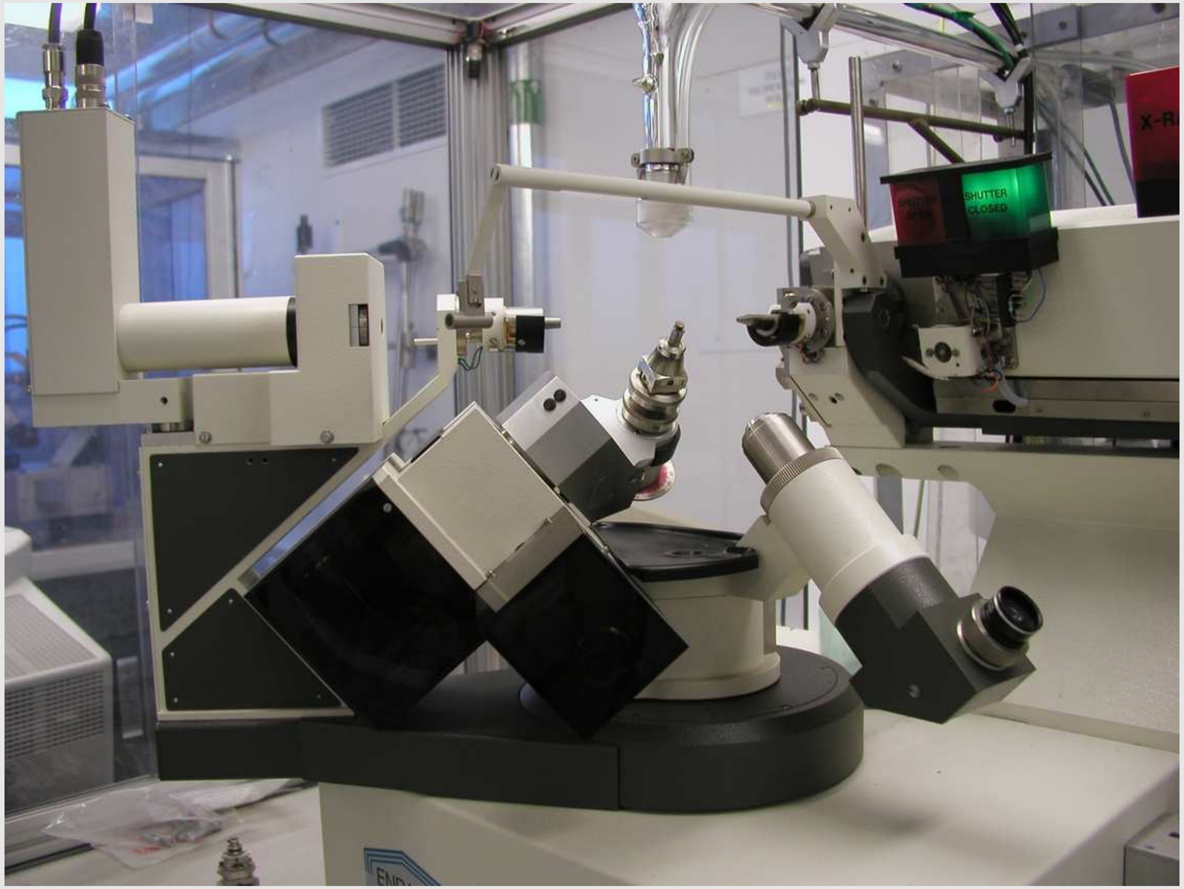
Buerger-Äquator

Filmmethoden: Explorer (Buerger oder DeJong-Bouman)



2.2. Vierkreisdiffraktometer

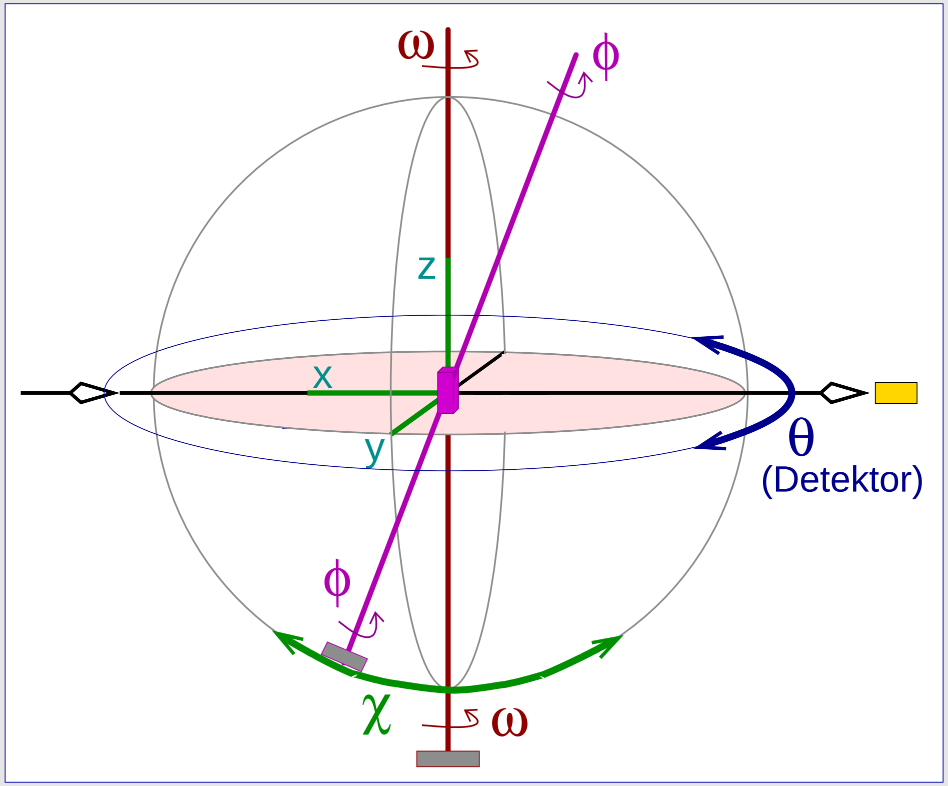
- $\oplus$ sehr gute Intensitätsinformation
- $\oplus$ keine Justage des Kristalls
- $\ominus$ Punkt-Zähler: nur einzelne Reflexe in einer Ebene (Θ-Kreis) messbar $\mapsto$
  - mehrere Drehachsen (Kreise) erforderlich, um alle Reflexe in Zählerebene einzudrehen
  - zeitaufwändig

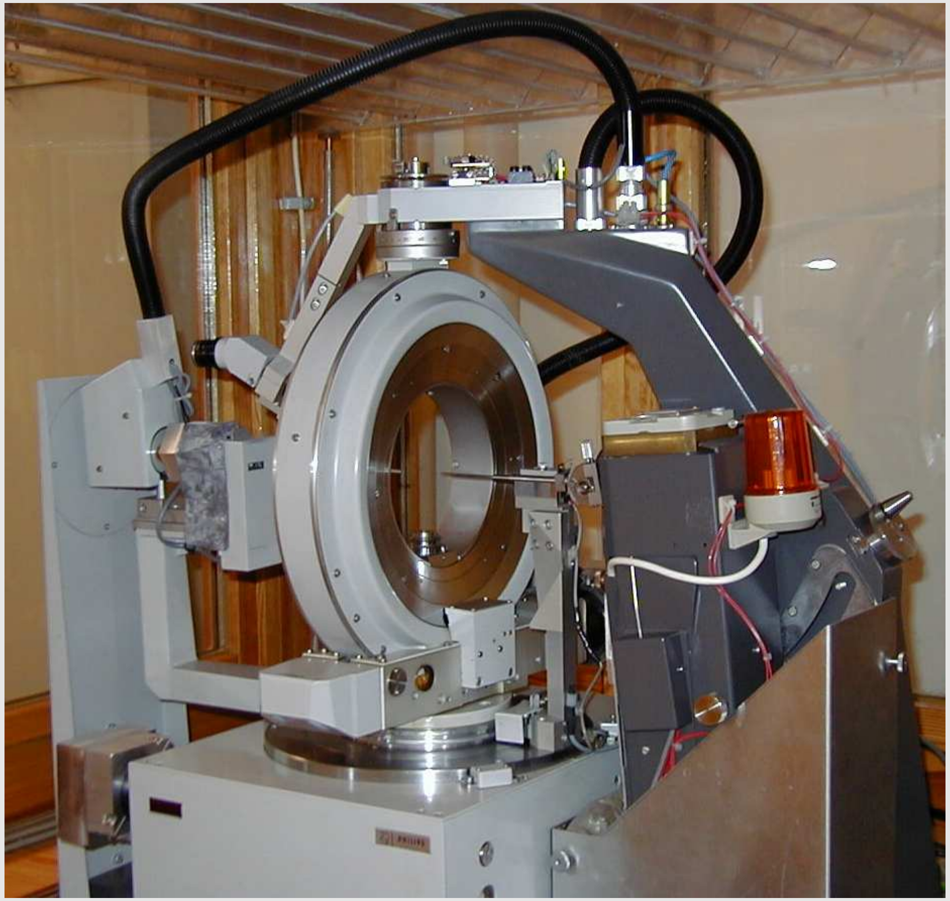


Enraf-Nonius CAD-4

2.2. Vierkreisdiffraktometer: Bauarten

- κ-Geometrie (ϕ, κ, ω und θ)
- Euler-Wiege (ϕ, χ, ω und θ)

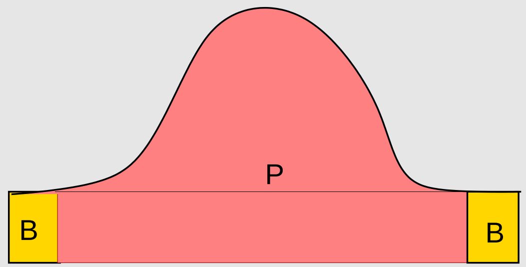




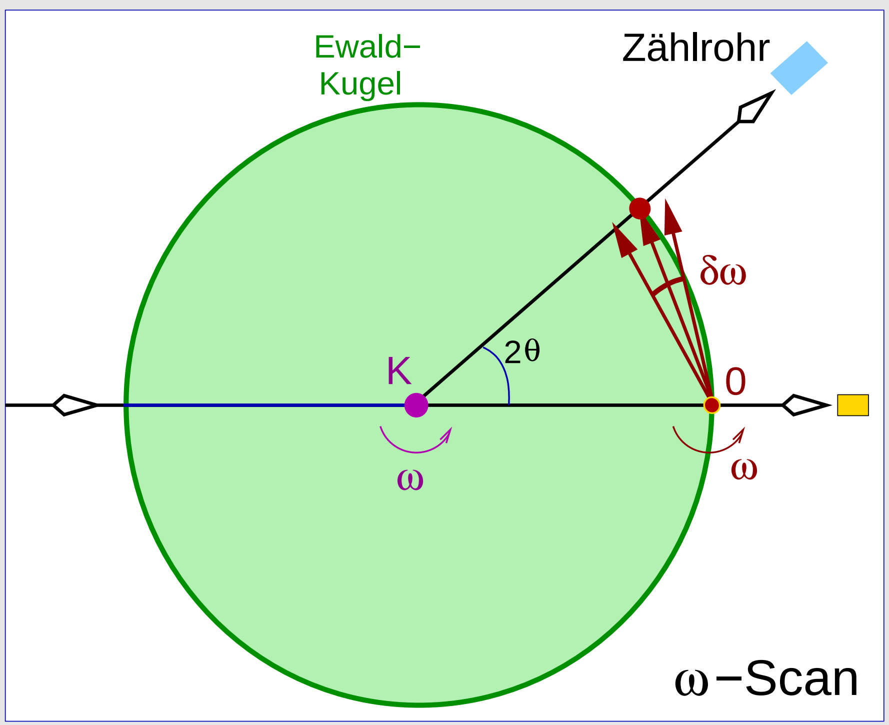
Philips PW-1100, Univ. Erlangen

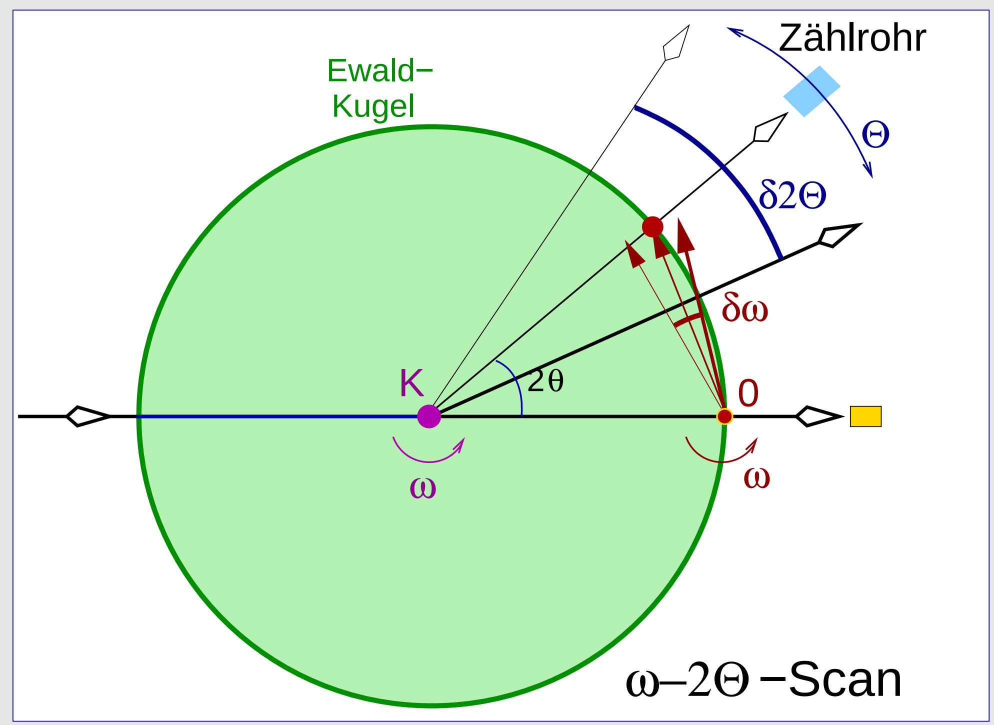
2.2. Vierkreisdiffraktometer

- Reflexsuche $\mapsto$ Indizierung $\mapsto$ Orientierungs-Matrix
- einzelne Reflexe in Zählerebene einschwenken
- Scans B-P-B



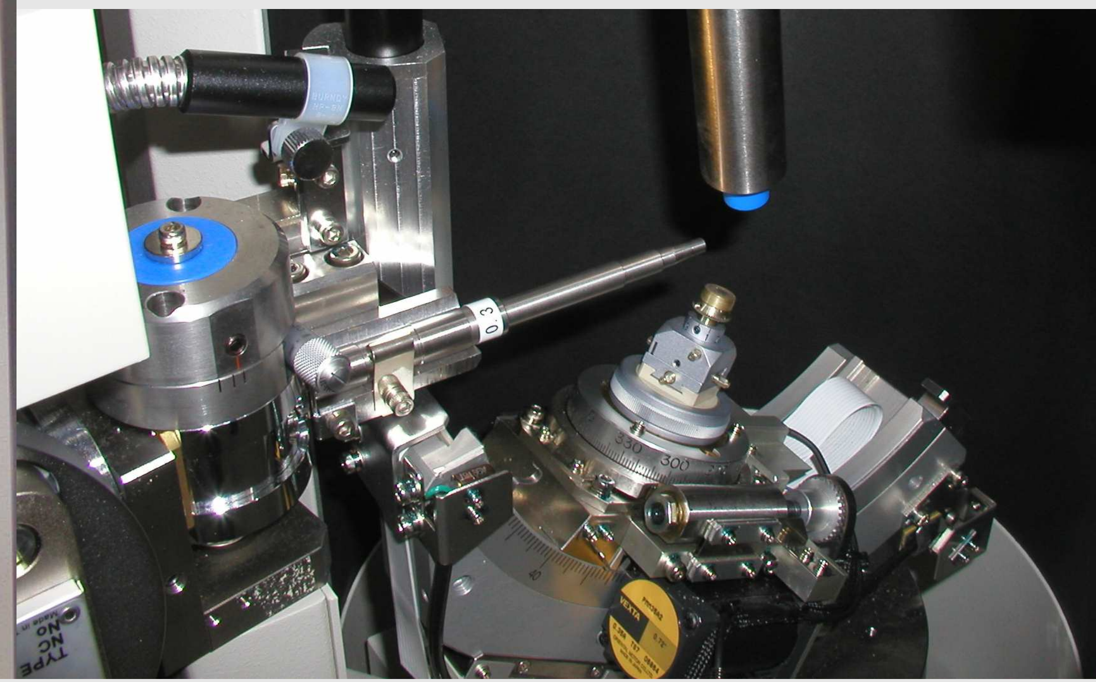
- $\mapsto$ Untergrund (rechts/links), integrale Intensitäten
- unterschiedliche Modi $\Rightarrow$





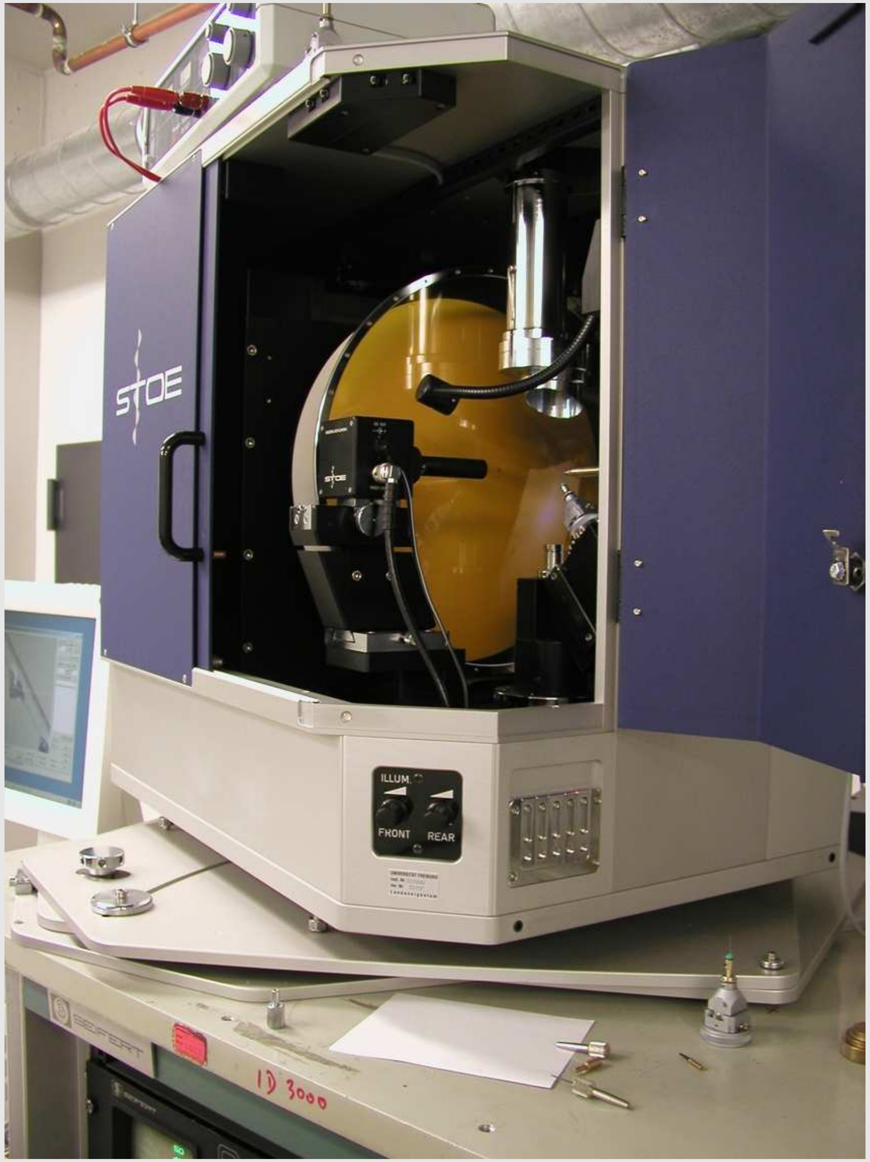
3. Diffraktometer mit Flächenzähler

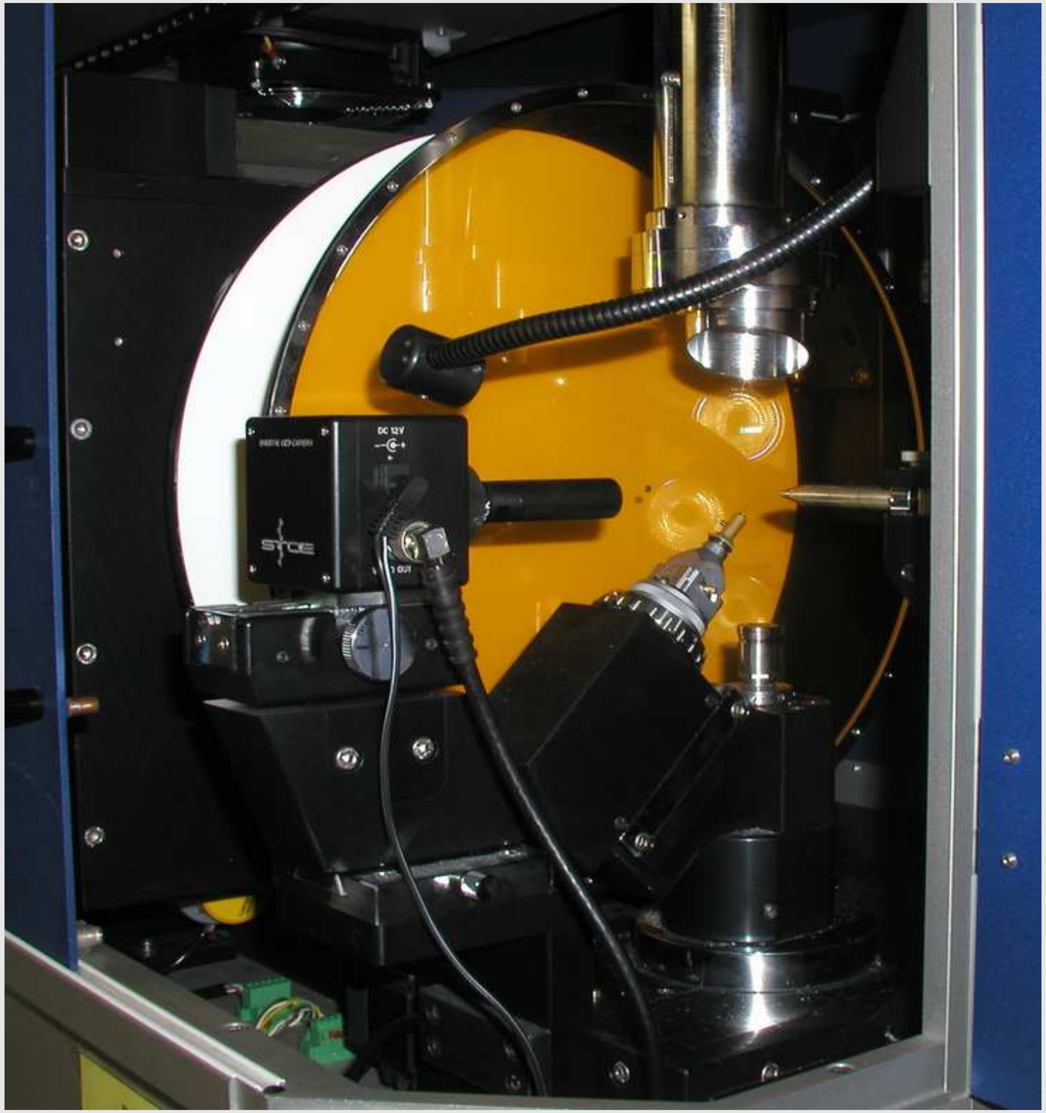
3.1. Hardware, Beispiel I: Rigaku Spider



- Dreiachsen-Goniometer (ϕ, χ, ω)
- gebogene Θ- und d-feste Image-Plate

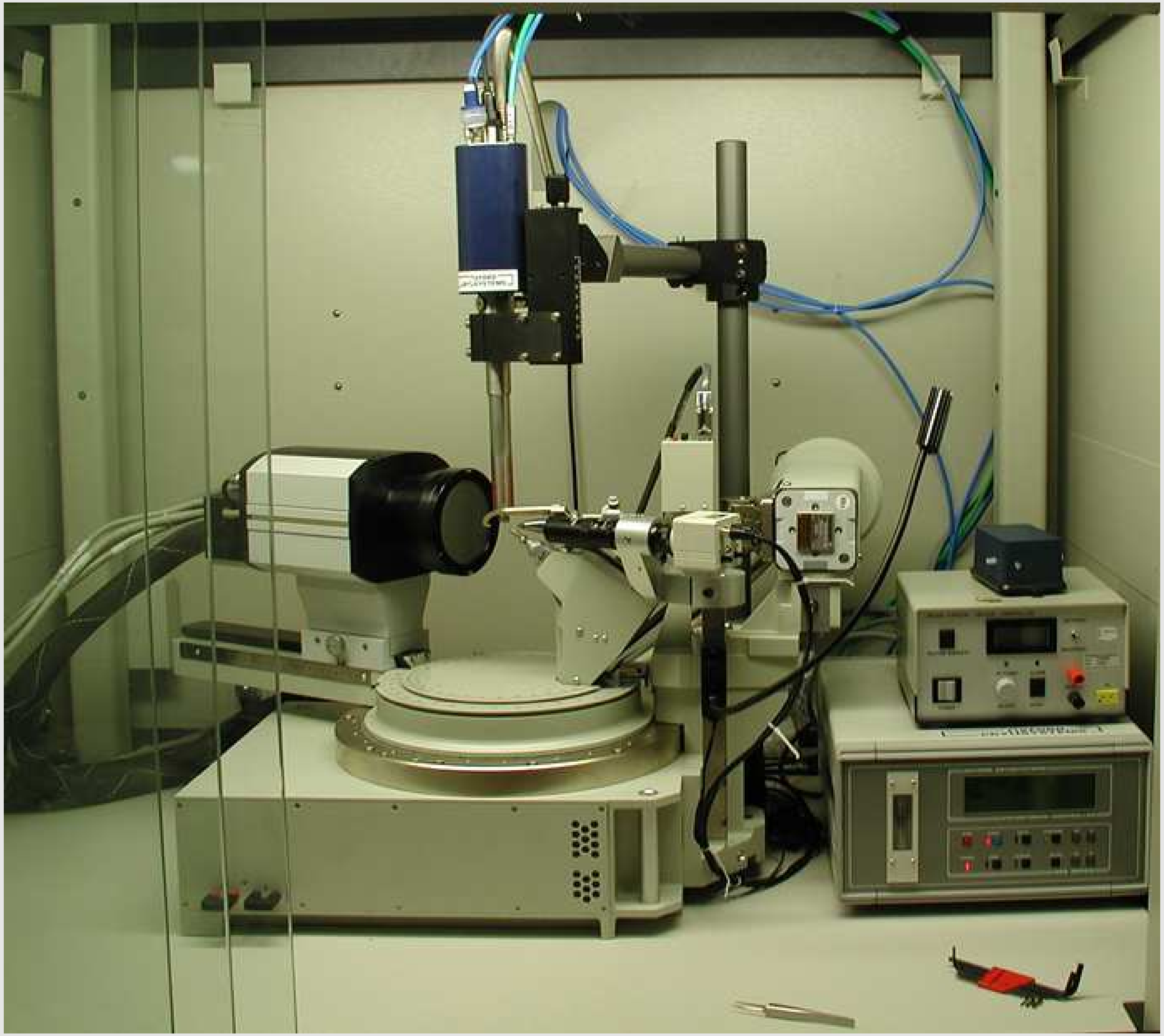
3.1. Hardware, Beispiel II: Stoe-IPDS-II





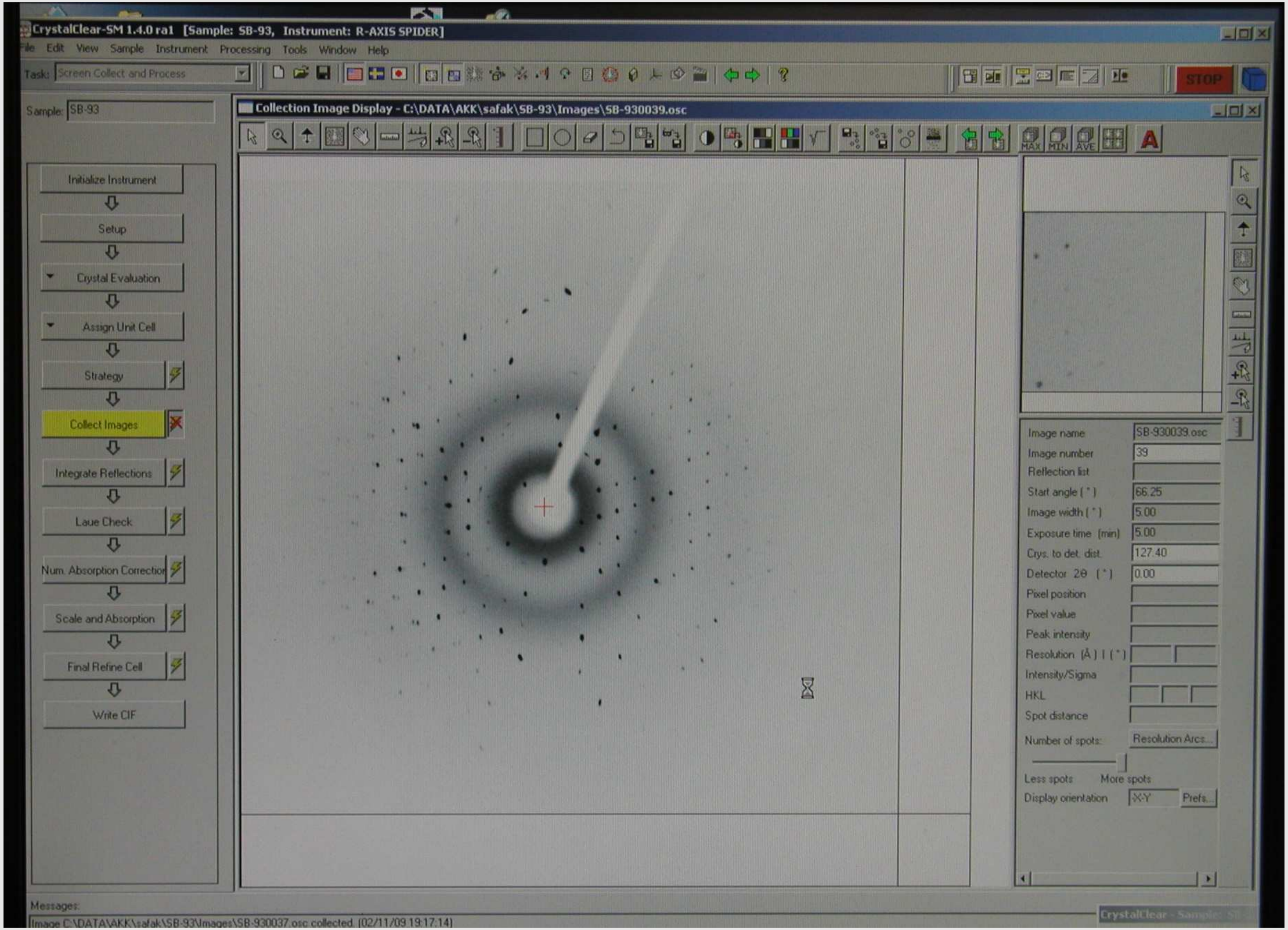
- Zweiachsen-Goniomter (ϕ, ω, χ=54.7°)
- ebene, Θ-feste Image-Plate

3.1. Hardware, Beispiel III: Bruker AXS CCD

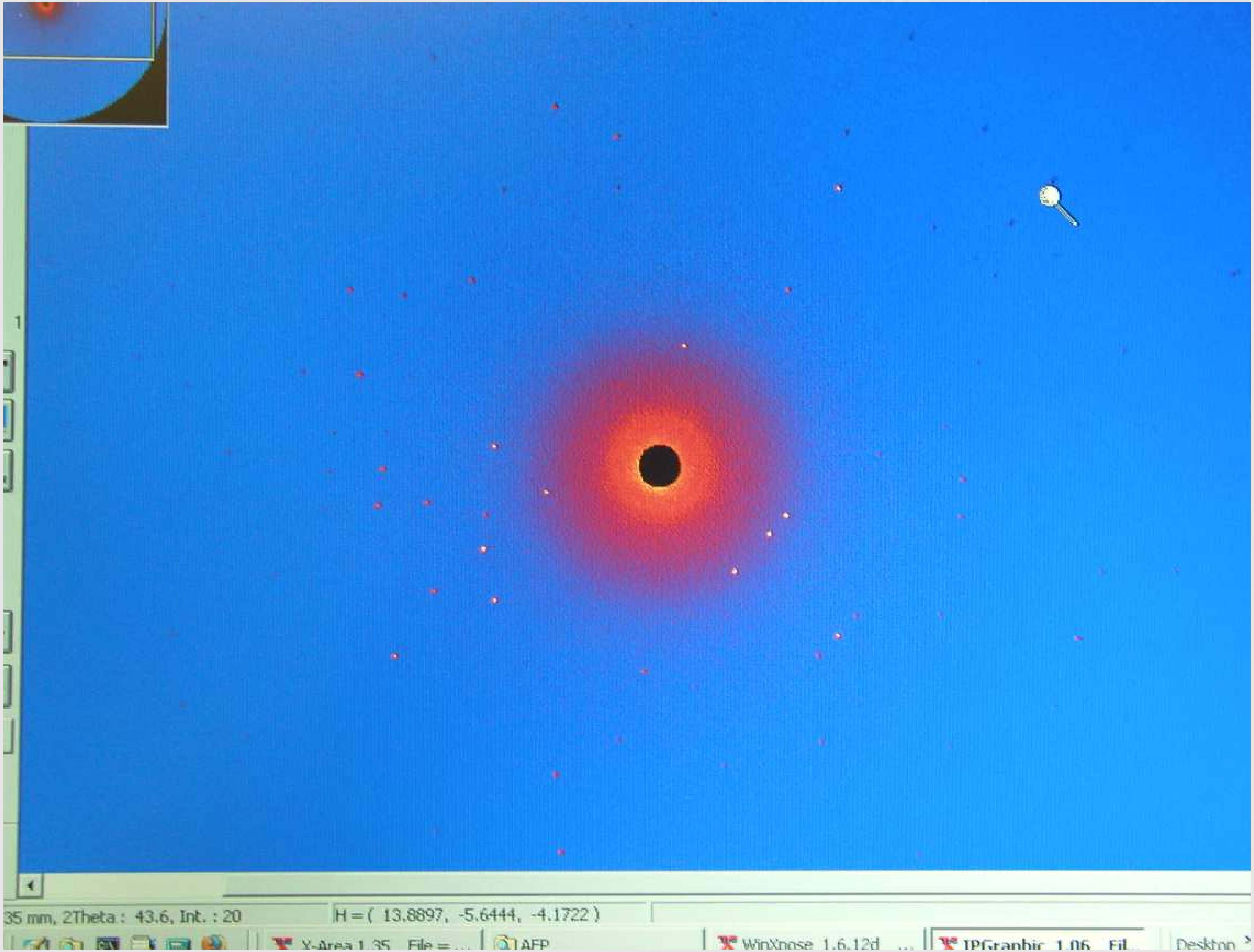


- Zweiachsen-Goniometer (ϕ, ω, χ = 54.7°)
- in Θ beweglicher CCD-Detektor

3.2. Images, Beispiel I: Rigaku-Spider

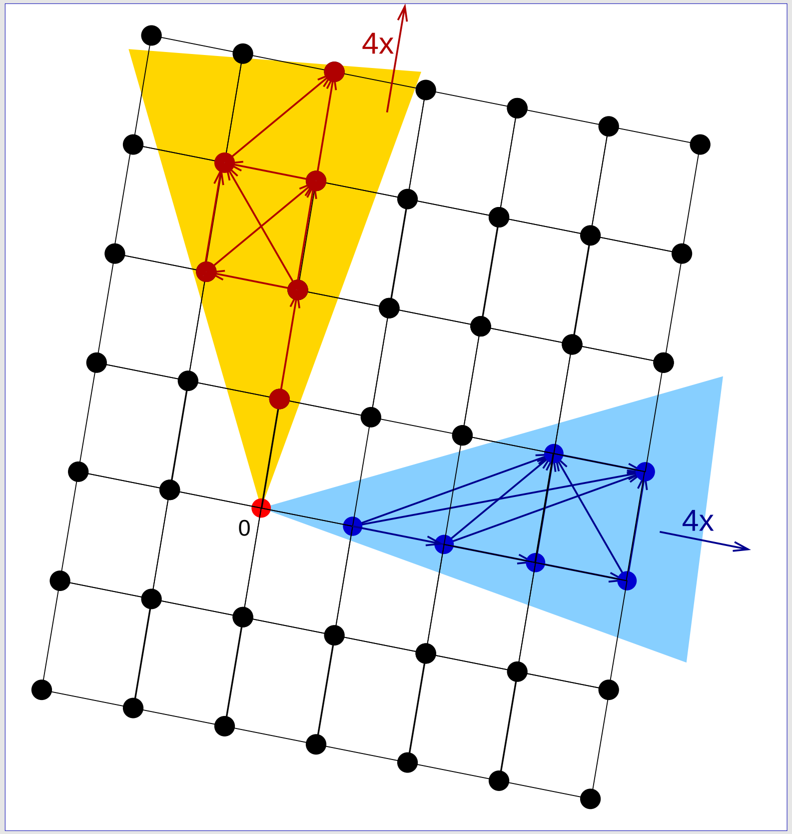


3.2. Images, Beispiel II: Stoe IPDS-II



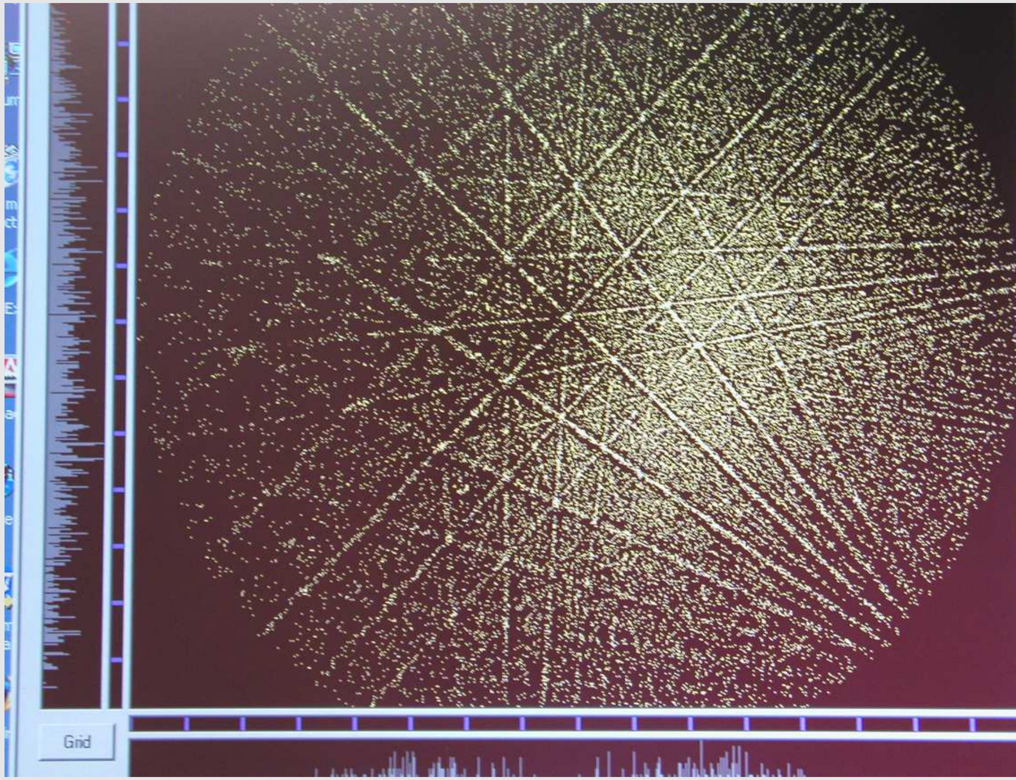
3.2. Indizierung

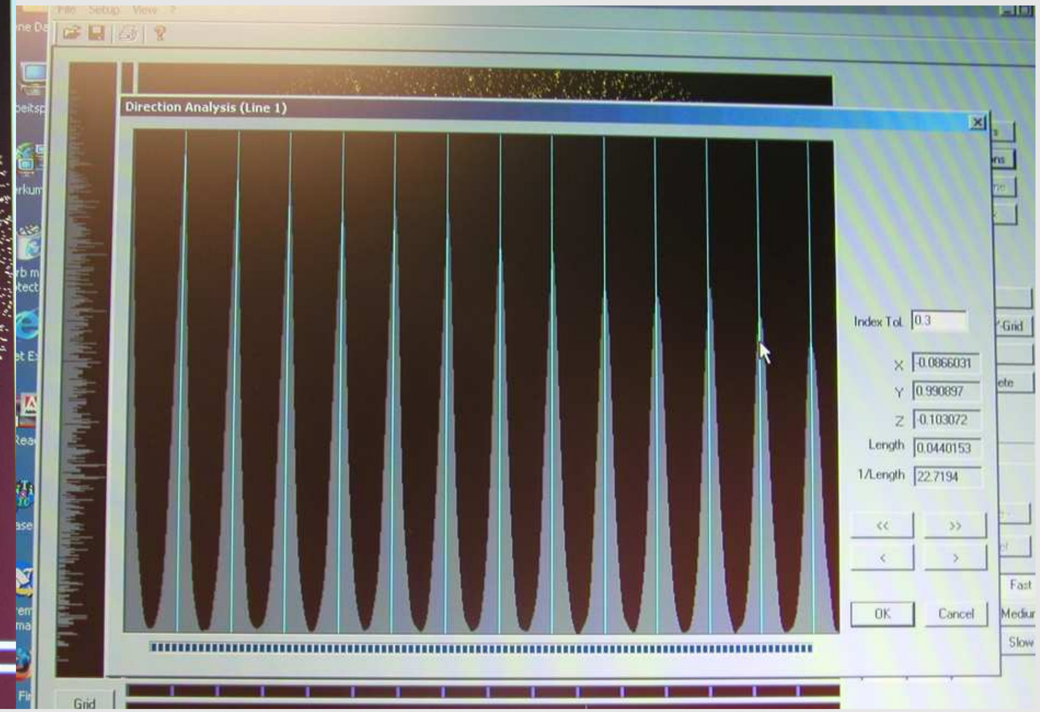
- Reflexsuche (Peak-Search/Picking/Hunting) oberhalb einer σ-Schranke
- Indizierung: Zuordnung zu einem Gitter (primitiv $\mapsto$ Bravais)
- Strategien:
  - ◇ Suche nach kurzen/häufigen Vektoren zwischen Reflexen (DIFFERENCE VECTORS)



  - ◇ Graphische Indizierung: Projektionen der Differenzvektoren

3.2. Indizierung: Strategien (Stoe IPDS-II)





- Projektion aller Differenzvektoren auf Äquator-Ebene
- $\longmapsto$ wiederkehrende Richtungen liegen auf Linien
- Auswahl 3er linear unabhängiger Geraden (Richtungsanalyse)
- $\longmapsto$ primitive Elementarzelle

3.2. Ergebnis der Indizierung (Beispiel)

```
08-Nov-2008 14:14  ----------------------- Peak search -----------------------

   Selected runs/frames ( available: 0 runs, 103 frames ) :
   Run  1   Frames  1,103
   Min, max I/Sigma : 10.0,  0.0        Grid : 6        N-Skip : 0
   Min, max 2Theta  :  3.0, 60.0        New peaklist : Yes
   3250 Peaks found, deleted 390, independent 1843

08-Nov-2008 14:14  ---------------------- Index results ----------------------

   Number of peaks used/selected = 1843 out of 1843

   Initial cell :   9.483   5.004   9.472   74.61   30.61   58.08    174.6
   Final   cell :   5.014   5.005   8.038   89.97   90.05  119.91    174.8

   Lattice type : Trigonal P

   Indexed peaks: 1649 ( 89.5 % )

   Orienting matrix :   0.118543  -0.039489   0.087210
                       -0.116869   0.037989   0.088717
                       -0.158841  -0.223891  -0.000327
```

3.3. Meßstrategien und -parameter

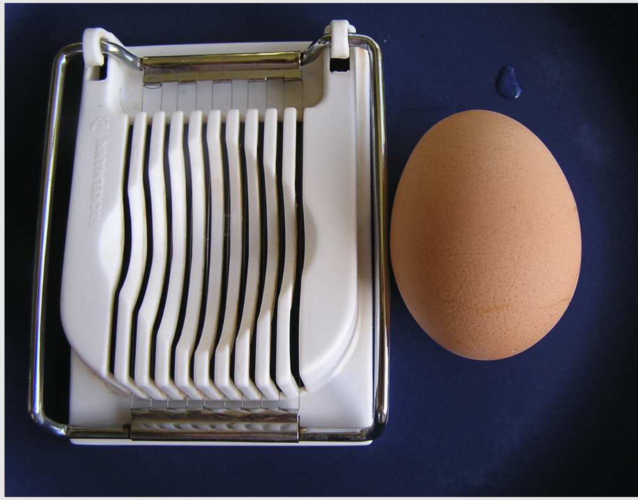
- Wellenlänge
  - ◇ Absorptionsprobleme (bei weicher = langwelligerer Strahlung kritischer)
  - ◇ Grenzkugel: λ groß $\mapsto$ Θ klein $\mapsto$ Auflösung klein
- Meßzeit
  - ◇ Proportionalitätsbereiche der Zählertypen
  - ◇ Warteschlange
- Auflösung (RESOLUTION) (in d oder θ)
- Redundanz (REDUNDANCY)
  - ◇ f(Laueklasse, Absorptionsprobleme, Warteschlange)
- Vollständigkeit der Daten (COMPLETENESS)
- Scan-Arten (bei festen Platten nur ω)
- Scanbreiten
  - ◇ Narrow-Scan ($< 1^o$): Reflexe über mehrere Images verteilt
    - mehr Images $\mapsto$ bei schnellen CCDs bevorzugt
    - bei Integration angepaßte Reflexprofile
    - genauere Reflexpositionen (Gitterparameter)
  - ◇ Wide-Scan ($> 1^o$): jeder Reflex vollständig auf einem Image
    - weniger Bilder erforderlich $\mapsto$ bei Image Plates bevorzugt
    - Integration durch Detektor
    - ungenauere Reflexpositionen (Gitterparameter)

3.3. Meßstrategien und -parameter

- Wellenlänge
  - Absorptionsprobleme (bei weicher = langwelligerer Strahlung kritischer)
  - Grenzkugel: λ groß $\mapsto$ Θ klein $\mapsto$ Auflösung klein
- Meßzeit
  - Proportionalitätsbereiche der Zählertypen
  - Warteschlange
- Auflösung (RESOLUTION) (in d oder θ)
- Redundanz (REDUNDANCY)
  - f(Laueklasse, Absorptionsprobleme, Warteschlange)
- Vollständigkeit der Daten (COMPLETENESS)
- Scan-Arten (bei festen Platten nur ω)
- Scanbreiten
  - Narrow-Scan ($< 1^{\circ}$): Reflexe über mehrere Images verteilt
    - mehr Images $\mapsto$ bei schnellen CCDs bevorzugt
    - bei Integration angepaßte Reflexprofile
    - genauere Reflexpositionen (Gitterparameter)
  - Wide-Scan ($> 1^{\circ}$): jeder Reflex vollständig auf einem Image
    - weniger Bilder erforderlich $\mapsto$ bei Image Plates bevorzugt
    - Integration durch Detektor
    - ungenauere Reflexpositionen (Gitterparameter)

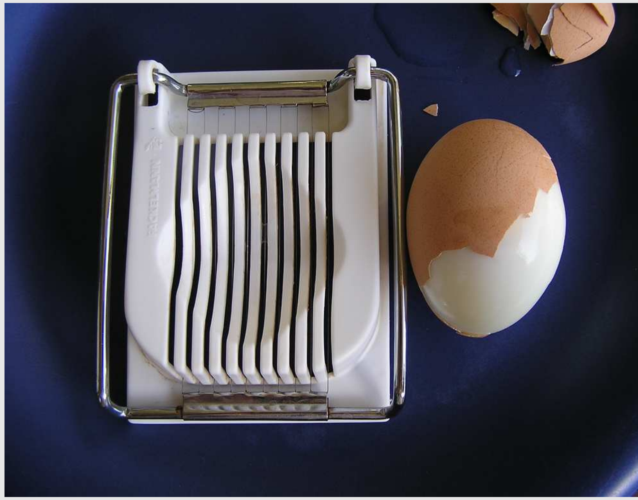
3.3. Meßstrategien und -parameter

- Wellenlänge
  - Absorptionsprobleme (bei weicher = langwelligerer Strahlung kritischer)
  - Grenzkugel: λ groß $\mapsto$ Θ klein $\mapsto$ Auflösung klein
- Meßzeit
  - Proportionalitätsbereiche der Zählertypen
  - Warteschlange
- Auflösung (RESOLUTION) (in d oder θ)
- Redundanz (REDUNDANCY)
  - f(Laueklasse, Absorptionsprobleme, Warteschlange)
- Vollständigkeit der Daten (COMPLETENESS)
- Scan-Arten (bei festen Platten nur ω)
- Scanbreiten
  - Narrow-Scan ($< 1°$): Reflexe über mehrere Images verteilt
    - mehr Images $\mapsto$ bei schnellen CCDs bevorzugt
    - bei Integration angepaßte Reflexprofile
    - genauere Reflexpositionen (Gitterparameter)
  - Wide-Scan ($> 1°$): jeder Reflex vollständig auf einem Image
    - weniger Bilder erforderlich $\mapsto$ bei Image Plates bevorzugt
    - Integration durch Detektor
    - ungenauere Reflexpositionen (Gitterparameter)



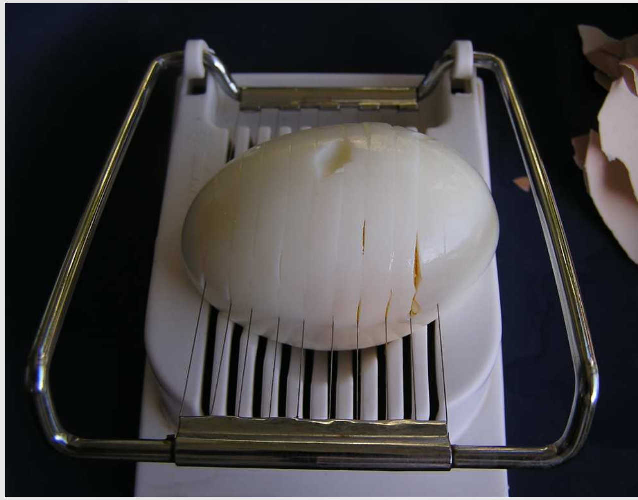
3.3. Meßstrategien und -parameter

- Wellenlänge
  - ◇ Absorptionsprobleme (bei weicher = langwelligerer Strahlung kritischer)
  - ◇ Grenzkugel: λ groß $\mapsto$ Θ klein $\mapsto$ Auflösung klein
- Meßzeit
  - ◇ Proportionalitätsbereiche der Zählertypen
  - ◇ Warteschlange
- Auflösung (RESOLUTION) (in d oder θ)
- Redundanz (REDUNDANCY)
  - ◇ f(Laueklasse, Absorptionsprobleme, Warteschlange)
- Vollständigkeit der Daten (COMPLETENESS)
- Scan-Arten (bei festen Platten nur ω)
- Scanbreiten
  - ◇ Narrow-Scan ($< 1^\circ$): Reflexe über mehrere Images verteilt
    - mehr Images $\mapsto$ bei schnellen CCDs bevorzugt
    - bei Integration angepaßte Reflexprofile
    - genauere Reflexpositionen (Gitterparameter)
  - ◇ Wide-Scan ($> 1^\circ$): jeder Reflex vollständig auf einem Image
    - weniger Bilder erforderlich $\mapsto$ bei Image Plates bevorzugt
    - Integration durch Detektor
    - ungenauere Reflexpositionen (Gitterparameter)



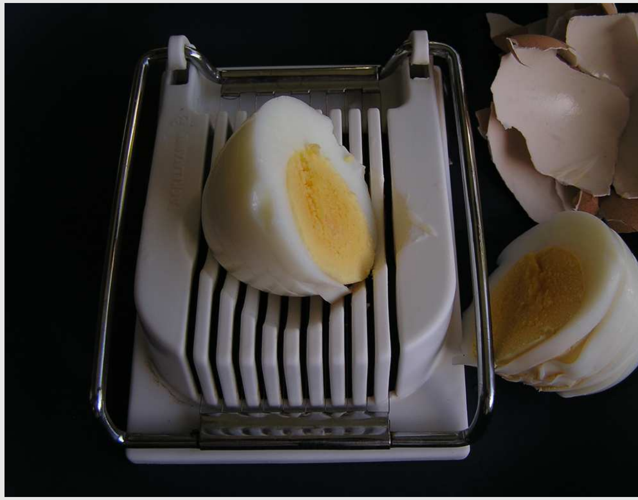
3.3. Meßstrategien und -parameter

- Wellenlänge
  - ◇ Absorptionsprobleme (bei weicher = langwelligerer Strahlung kritischer)
  - ◇ Grenzkugel: λ groß $\mapsto$ Θ klein $\mapsto$ Auflösung klein
- Meßzeit
  - ◇ Proportionalitätsbereiche der Zählertypen
  - ◇ Warteschlange
- Auflösung (RESOLUTION) (in d oder θ)
- Redundanz (REDUNDANCY)
  - ◇ f(Laueklasse, Absorptionsprobleme, Warteschlange)
- Vollständigkeit der Daten (COMPLETENESS)
- Scan-Arten (bei festen Platten nur ω)
- Scanbreiten
  - ◇ Narrow-Scan ($< 1^{\circ}$): Reflexe über mehrere Images verteilt
    - mehr Images $\mapsto$ bei schnellen CCDs bevorzugt
    - bei Integration angepaßte Reflexprofile
    - genauere Reflexpositionen (Gitterparameter)
  - ◇ Wide-Scan ($> 1^{\circ}$): jeder Reflex vollständig auf einem Image
    - weniger Bilder erforderlich $\mapsto$ bei Image Plates bevorzugt
    - Integration durch Detektor
    - ungenauere Reflexpositionen (Gitterparameter)



3.3. Meßstrategien und -parameter

- Wellenlänge
  - Absorptionsprobleme (bei weicher = langwelligerer Strahlung kritischer)
  - Grenzkugel: λ groß $\mapsto$ Θ klein $\mapsto$ Auflösung klein
- Meßzeit
  - Proportionalitätsbereiche der Zählertypen
  - Warteschlange
- Auflösung (RESOLUTION) (in d oder θ)
- Redundanz (REDUNDANCY)
  - f(Laueklasse, Absorptionsprobleme, Warteschlange)
- Vollständigkeit der Daten (COMPLETENESS)
- Scan-Arten (bei festen Platten nur ω)
- Scanbreiten
  - Narrow-Scan ($< 1^\circ$): Reflexe über mehrere Images verteilt
    - mehr Images $\mapsto$ bei schnellen CCDs bevorzugt
    - bei Integration angepaßte Reflexprofile
    - genauere Reflexpositionen (Gitterparameter)
  - Wide-Scan ($> 1^\circ$): jeder Reflex vollständig auf einem Image
    - weniger Bilder erforderlich $\mapsto$ bei Image Plates bevorzugt
    - Integration durch Detektor
    - ungenauere Reflexpositionen (Gitterparameter)

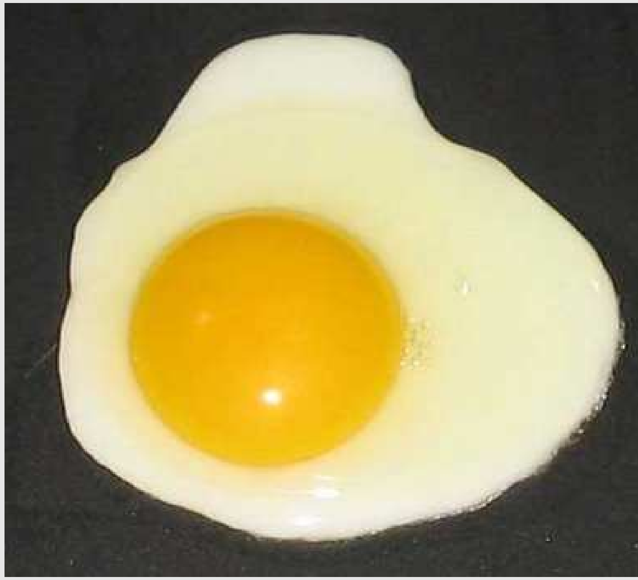


3.3. Meßstrategien und -parameter

- Wellenlänge
  - Absorptionsprobleme (bei weicher = langwelligerer Strahlung kritischer)
  - Grenzkugel: λ groß $\mapsto$ Θ klein $\mapsto$ Auflösung klein
- Meßzeit
  - Proportionalitätsbereiche der Zählertypen
  - Warteschlange
- Auflösung (RESOLUTION) (in d oder θ)
- Redundanz (REDUNDANCY)
  - f(Laueklasse, Absorptionsprobleme, Warteschlange)
- Vollständigkeit der Daten (COMPLETENESS)
- Scan-Arten (bei festen Platten nur ω)
- Scanbreiten
  - Narrow-Scan ($< 1^\circ$): Reflexe über mehrere Images verteilt
    - mehr Images $\mapsto$ bei schnellen CCDs bevorzugt
    - bei Integration angepaßte Reflexprofile
    - genauere Reflexpositionen (Gitterparameter)
  - Wide-Scan ($> 1^\circ$): jeder Reflex vollständig auf einem Image
    - weniger Bilder erforderlich $\mapsto$ bei Image Plates bevorzugt
    - Integration durch Detektor
    - ungenauere Reflexpositionen (Gitterparameter)

3.3. Meßstrategien und -parameter

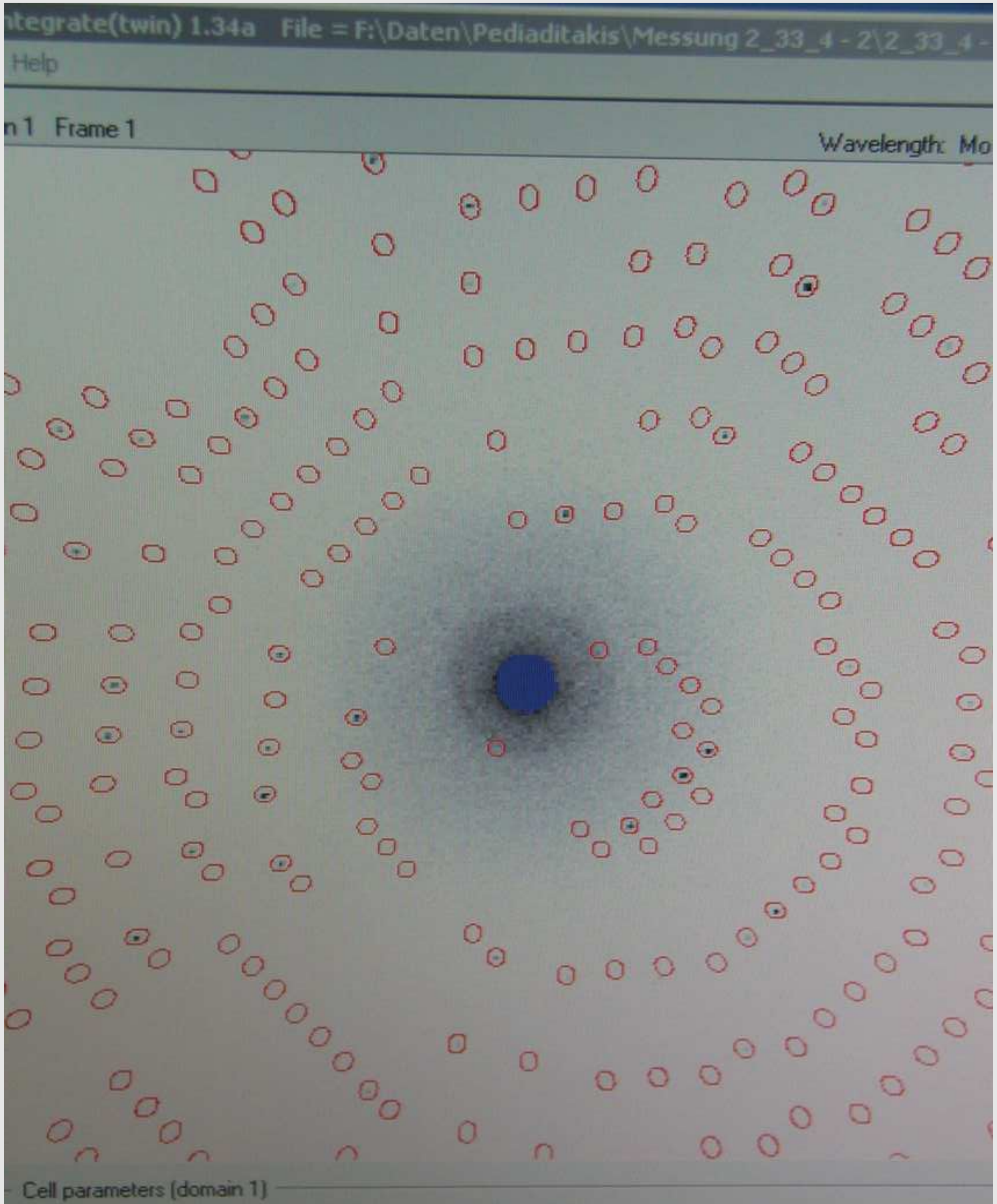
- Wellenlänge
  - ◇ Absorptionsprobleme (bei weicher = langwelligerer Strahlung kritischer)
  - ◇ Grenzkugel: λ groß $\mapsto$ Θ klein $\mapsto$ Auflösung klein
- Meßzeit
  - ◇ Proportionalitätsbereiche der Zählertypen
  - ◇ Warteschlange
- Auflösung (RESOLUTION) (in d oder θ)
- Redundanz (REDUNDANCY)
  - ◇ f(Laueklasse, Absorptionsprobleme, Warteschlange)
- Vollständigkeit der Daten (COMPLETENESS)
- Scan-Arten (bei festen Platten nur ω)
- Scanbreiten
  - ◇ Narrow-Scan ($< 1^\circ$): Reflexe über mehrere Images verteilt
    - mehr Images $\mapsto$ bei schnellen CCDs bevorzugt
    - bei Integration angepaßte Reflexprofile
    - genauere Reflexpositionen (Gitterparameter)
  - ◇ Wide-Scan ($> 1^\circ$): jeder Reflex vollständig auf einem Image
    - weniger Bilder erforderlich $\mapsto$ bei Image Plates bevorzugt
    - Integration durch Detektor
    - ungenauere Reflexpositionen (Gitterparameter)



4. Integration, Datenreduktion

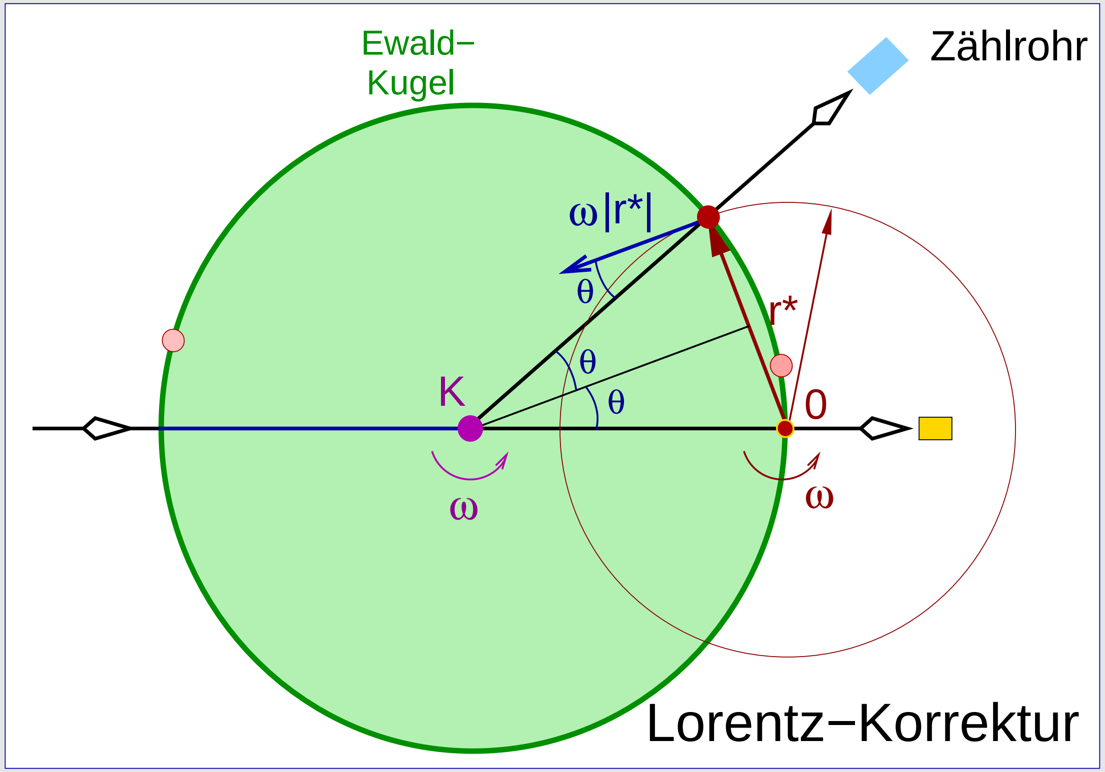
4.1. Erfassung integraler Intensitäten

- Integration aller Reflexe auf allen Images (Integrationsellipsoide, Profile, ...)



4.2. Lorentz-Korrektur

- Korrektur auf Verweilzweit der Reflexe in ’Reflektions’stellung
- Korrekturfaktor L proportional zur Zeit, die Reflex in Beugungsposition ist.
- Einfachster Fall: Äquator-Reflexe; Drehung des Kristalls/reziproken Gitters mit konstanter Winkelgeschwindigkeit ω



- Aufenthaltszeit des Reflexes (bei ω = konst.) kürzer, wenn
  - ◇ reziproker Gittervektor lang
  - ◇ Winkel zwischen Ewald-Kugel-Tangente und der Tangente am Kristall-Drehkreis stumpf

4.2. Lorentz-Korrektur (Forts.)

- Für L gilt mit der linearen Geschwindigkeitskomponente V_n entlang des Kugelradius:

$$\boxed{L = \frac{\omega}{V_n \lambda}}$$

- Die Lineargeschwindigkeit V des Reflexes ist,

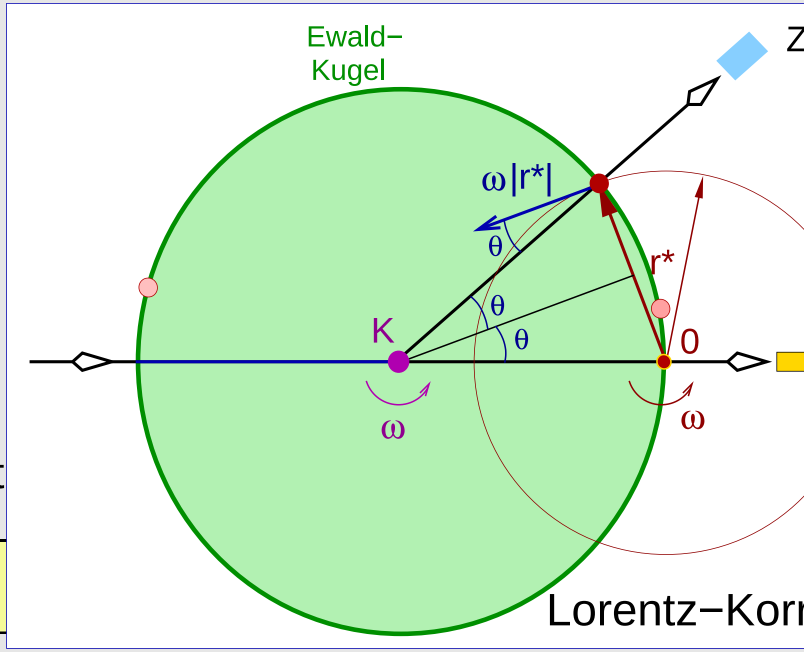
$$\boxed{V = |\vec{r}^*|\omega}$$

- die Komponente V_n entlang r der Ewald-Kugel:

$$\boxed{V_n = |\vec{r}^*|\omega \cos\Theta}$$

- Mit der Bragg'schen Gleichung $\boxed{|\vec{r}^*| = \frac{1}{d} = \frac{2\sin\Theta}{\lambda}}$ folgt

$$\boxed{V_n = \frac{\omega}{\lambda}\sin\Theta\cos\Theta}$$



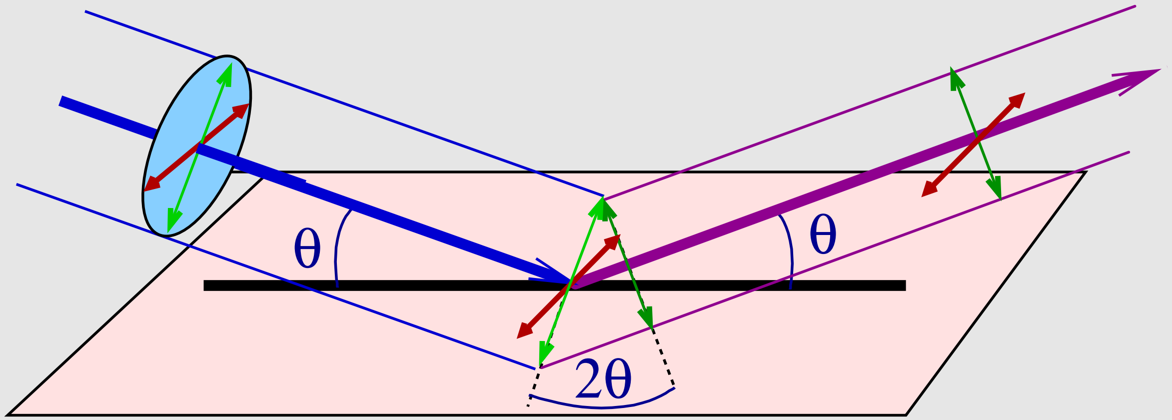
- und damit:

$$\boxed{L = \frac{\omega}{V_n\lambda} = \frac{1}{\sin\theta\cos\theta} = \frac{1}{\sin 2\theta}}$$

- Konsequenz:
  - ◇ L für verschiedene Experimente/Geräte/Scan-Arten ... kompliziert, aber jeweils bekannt und berechenbar
  - ◇ Werte für L: $+\infty$ ($\Theta = 0°$) ... 1 (45°) ... $+\infty$ (90°)

4.3. Polarisations-Korrektur

- einfachster Fall: zirkular polarisierter Primärstrahl



- Amplitude der zirkular polarisierten Strahlung zerlegbar (Verhältnis 1:1) in $A_\perp$ und $A_\|$
- $A_\|$: unverändert durch Beugung
- $A_\perp$: nur Komponente ⊥ Ausfallsrichtung bleibt erhalten

$$\boxed{\cos 2\theta = \frac{\text{Ankathete}}{\text{Hypotenuse}} = \frac{A_{aus}}{A_{ein}}}$$

- wegen $I_{aus} = A^2_{aus}$ folgt für die senkrechte Komponente:

$$\boxed{I_{aus} = I_{ein} \cos^2 2\theta}$$

- und wegen unverändertem $A_\|$ insgesamt als Korrekturfaktor:

$$\boxed{p = \frac{1+\cos^2 2\Theta}{2}}$$

4.3. Polarisations-Korrektur (Forts.)

- !! bei Verwendung von Kristallmonochromatoren
  - Primärstrahl durch Monochromator bereits teilpolarisiert
  - $\longmapsto$ komplizierte Formeln für p,
  - mit Parametern, die vom Monochromatorkristall (Mosaizität) abhängen.
- Konsequenz der Polarisationskorrektur:
  - Werte für p: 1.0 ... 0.5 (bei θ = 45°)
- Lp-Gesamtkorrektur gesamt (Produkt):

$$\boxed{\mathsf{Lp} = \frac{1+\cos^2 2\theta}{2\sin 2\theta}}$$

  - Beispiele:
  - θ = 5° $\longmapsto$ Lp = 5.67
  - θ = 20° $\longmapsto$ Lp = 1.23
  - θ = 45° $\longmapsto$ Lp = 0.5
- wegen $\boxed{\mathsf{F_{obs}} = \sqrt{\frac{\mathsf{I_{roh}}}{\mathsf{LpA}}}}$ werden Hochwinkelreflexe relativ verstärkt

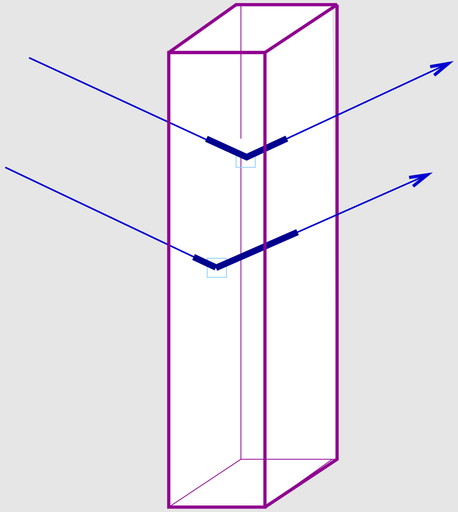
  (wichtig z.B. für die Bewertung von Auslöschungsbedingungen).

4.4. Absorptionskorrektur

- Absorption durch elastische (Rayleigh) und inelastische (Compton)-Streuung, Ionisation
- Korrektur durch Absorptionsfaktor A nach Lambert-Beer:

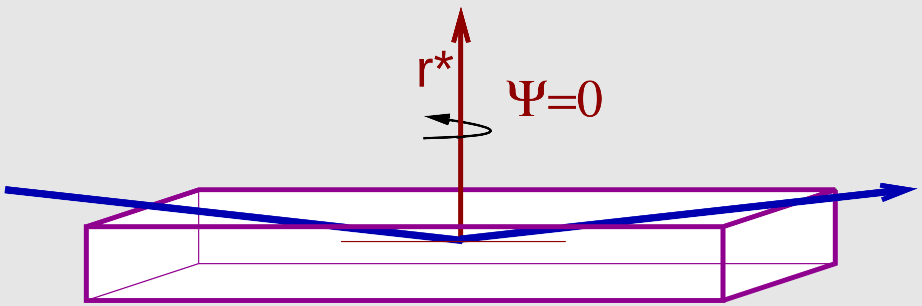
$$\boxed{A = e^{-\mu d}}$$

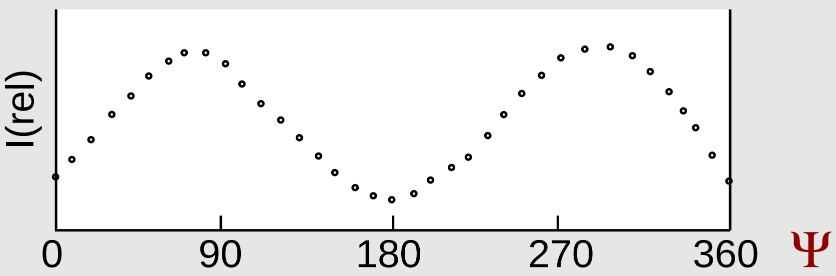
- A hängt ab von
  - Massenschwächungskoeffizienten μ der enthaltenen Elemente
    $\mapsto$ A steigt ca. mit (Ordnungszahl)^4
    $\mapsto$ A steigt ca. mit λ^3 (d.h. Cu:Mo wie ca. 8:1)
  - Weglänge d der Strahlung (ein/aus) durch Kristall
- Korrekturen:
  - nur ○-Kristalle verwenden
  - <u>numerisch</u>: bei bekannter Kristall-Form/Abmessungen/Orientierung auf dem Diffraktometer
    $\mapsto$ Addition über alle Volumeninkremente



4.4. Absorptionskorrektur (Forts.)

- Korrekturen (Forts.):
  - empirisch mit Ψ-Scans
    - I einiger ausgewählter Reflexe bei vielen Ψ-Winkeln (z.B. alle 10°) vermessen
    - daraus Absorptionsprofil des Kristalls berechnen
    - (i.A. nur bei Vierkreisdiffraktometern möglich)





  - empirisch mit multiscan-Methode:
    - ähnlich Ψ-Scans, aber
    - vorhandene Redundanz der Daten wird zur Anpassung des Absorptionsprofils genutzt
    - (nur bei hohen Redundanzen, z.B. Flächenzählerdaten, besonders bei hoher Symmetrie, s.u.)
  - Optimierung ausgewählter Kristallformen auf Basis von Redundanzen (XSHAPE)
  - Modellabhängige Korrekturen auf Basis $F_{obs} - F_{calc}$ (DIFABS)

Zusammenfassung Integration/Datenreduktion

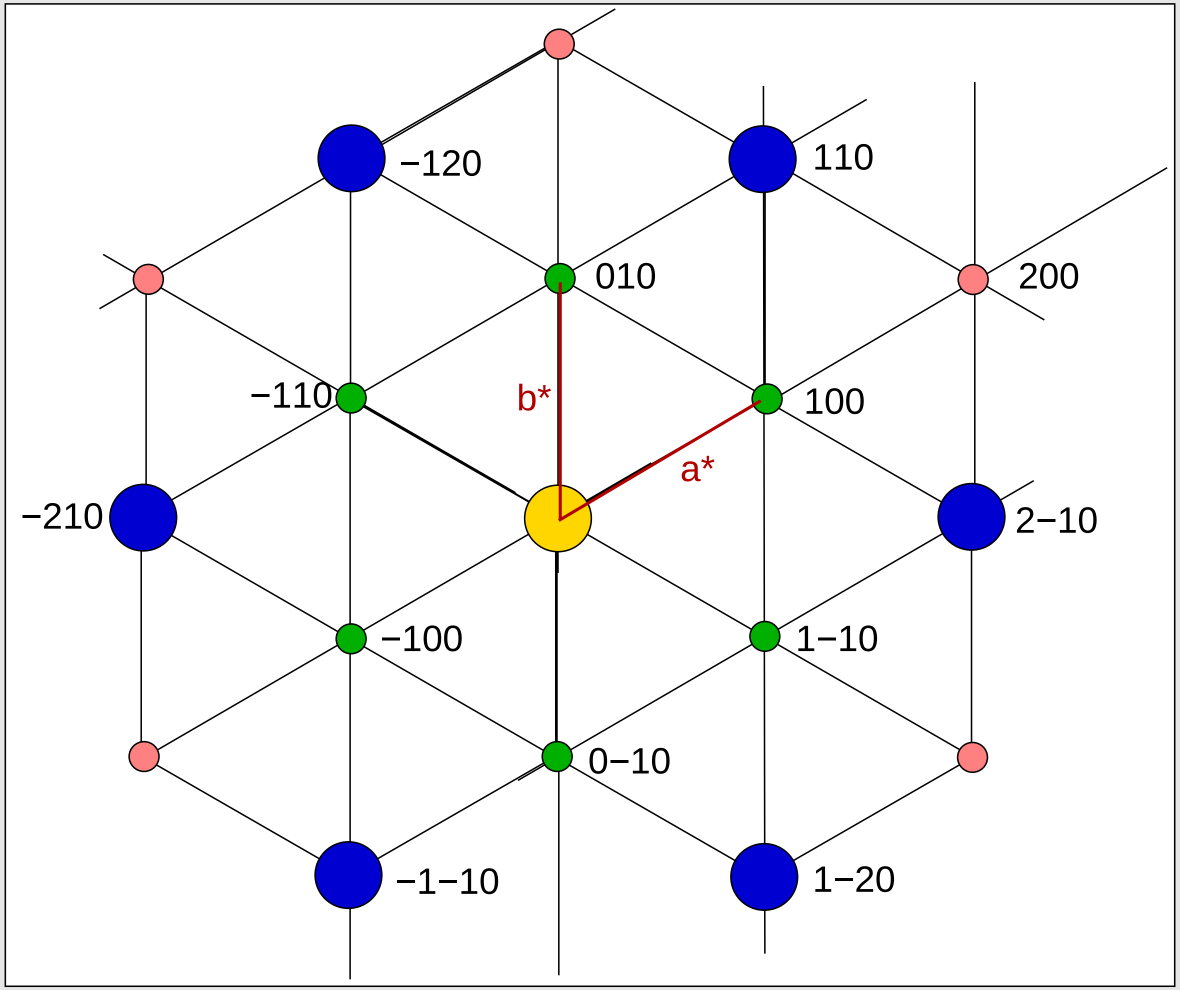
- überwiegend Software der Diffraktometerhersteller (Was hinter meiner Software steckt $\longmapsto$?)
- Integration: Erfassen der integralen Intensitäten aller gemessenen Reflexe (Profile, Scans, Untergrund, Meßzeiten, Attenuator, usw.)
- Lorentz- und Polarisationskorrektur
- Absorptionskorrektur
- ggf. Zerfallskorrektur
- $\longmapsto$ Ergebnis ...

↦ 'hkl-Datei'

Gitterkonstanten und ...

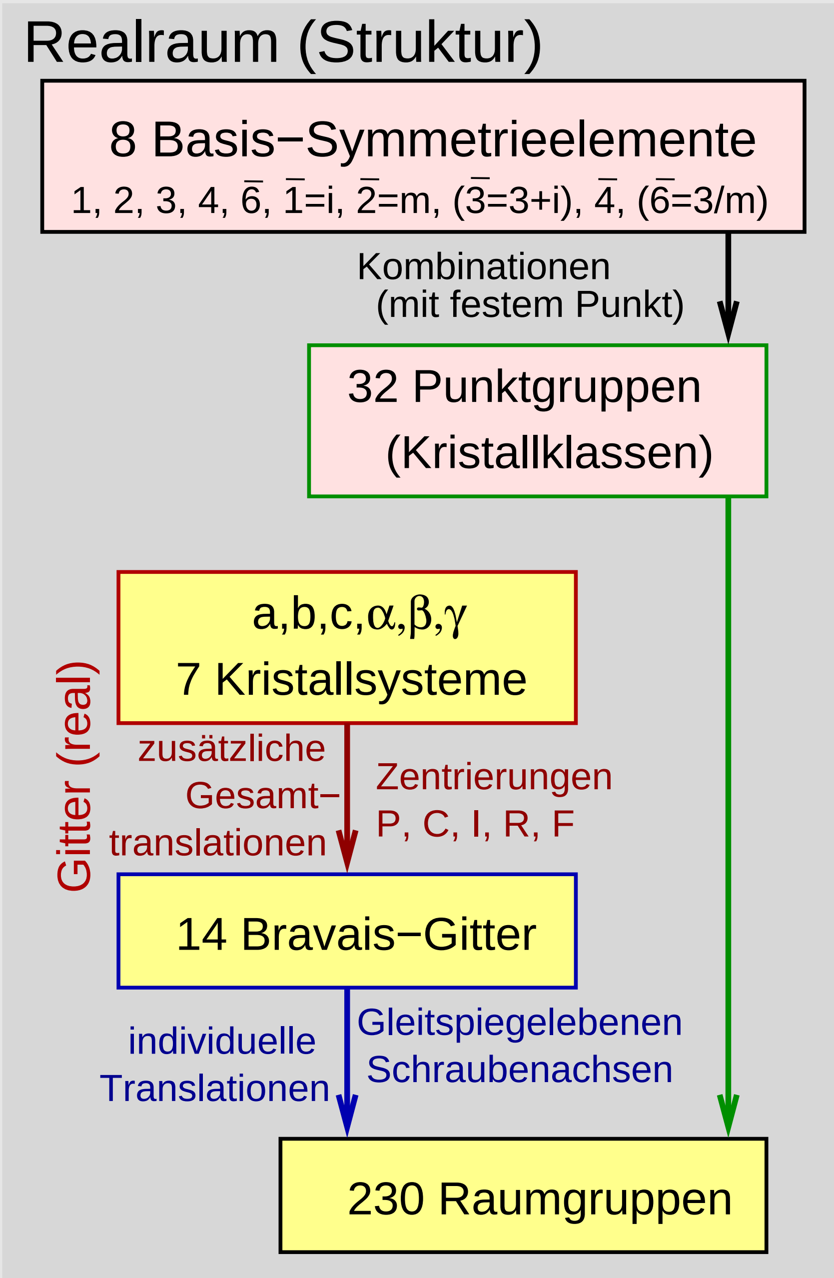
-1	0	0	127.67	7.74	0
-1	1	0	164.69	20.47	0
1	-1	0	150.86	19.70	0
0	1	0	141.06	15.97	0
-1	1	0	128.60	8.67	0
0	-1	0	116.54	15.66	0
1	-1	0	129.20	8.76	0
1	0	0	128.67	9.12	0
1	0	0	130.77	8.47	0
-1	0	0	125.69	9.19	0
1	-2	0	8378.33	19.27	0
-2	1	0	9999.99	17.43	0
-2	1	0	8797.08	16.48	0
2	-1	0	9471.04	19.29	0
2	-1	0	8080.88	14.42	0
-1	2	0	9086.26	29.30	0
1	1	0	8781.39	17.79	0
-1	2	0	7946.62	18.97	0
-1	-1	0	8867.95	18.65	0
2	0	0	117.59	6.31	0
0	2	0	114.25	9.80	0
-2	0	0	116.43	4.99	0

.....



5. Symmetrie im reziproken Raum

5.1. Symmetrie im realen Raum (Wdh.)



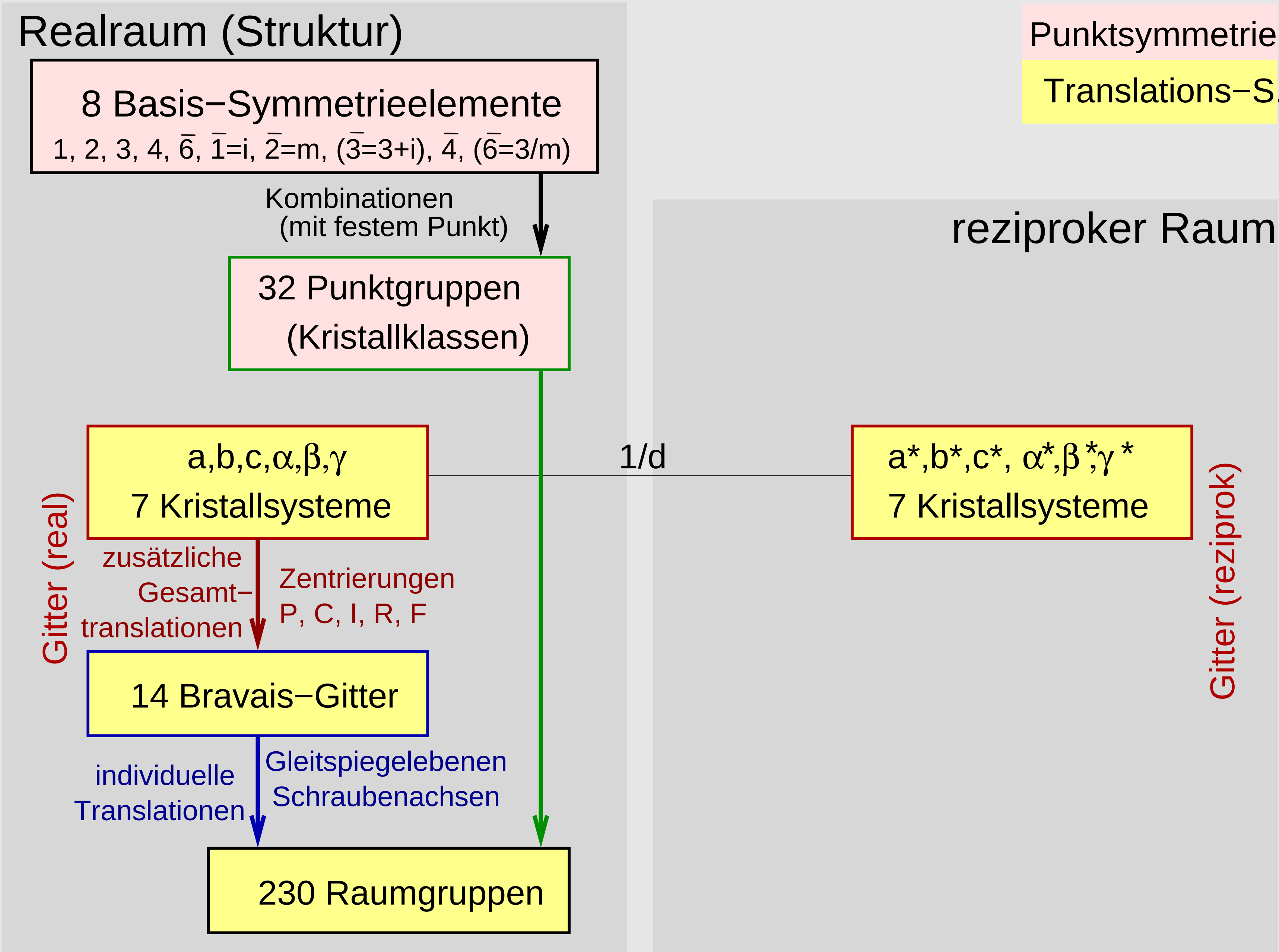
Punktsymmetrie

Translations−S.

5.1. Symmetrie des reziproken Gitters (ohne I/F)

- Das nicht (!) intensitätsgewichtete reziproke Gitter ist translationssymmetrisch:
  - Gitterparameter: a^*, b^*, c^*, α^*, β^*, γ^*
  - ggf. spezielle Metrik (aufgrund von Symmetrie, s.u.)
  - Zuordnung zu einem der 7 Kristallsysteme (analog Realraum);
    (Indizierung $\longmapsto$ primitive reziproke Gittervektoren)

5.1. Symmetrie im realen und reziproken Raum

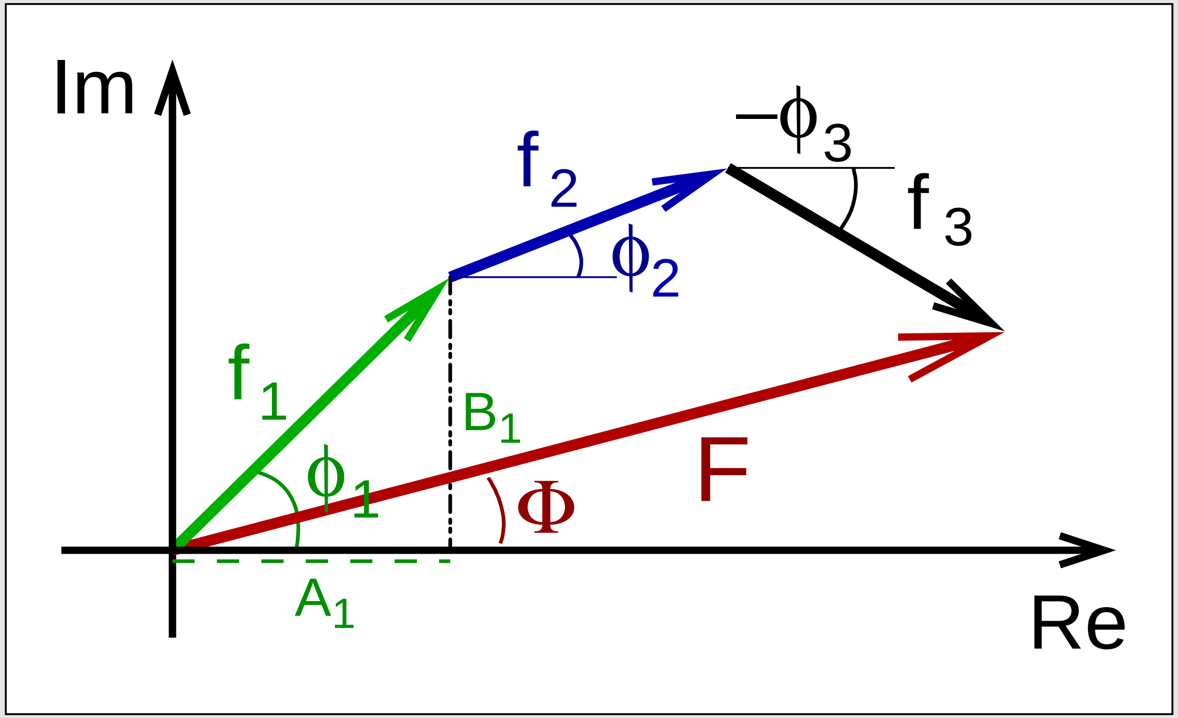


5.2. Intensitäten (Wdh.)

- Im intensitätsgewichteten reziproken Gitter (Beobachtung!) hat jeder Reflex $\vec{h}$ eine Intensität, die sich aus dem Betragsquadrat des Strukturfaktors ergibt:

$$F_{\vec{h}} = \sum_{j=1}^{N} f_j e^{2\pi i(\vec{h}\vec{x}_j)} = \sum_{j=1}^{N} f_j [\underbrace{\cos(2\pi\vec{h}\vec{x}_j)}_{A_j} + i\underbrace{\sin(2\pi\vec{h}\vec{x}_j)}_{B_j}] = \sum_{j=1}^{N} f_j(A_j + iB_j)$$

- $\sum_{j=1}^{N}$ am besten in Gauß'scher Zahlenebene darstellbar (3 Atome):



- messbar nur $I_{\vec{h}} = |F_{\vec{h}}|^2$ (Quadrat der Amplitude, anschaulich: Quadrat der Länge von F)

Jaques Friedel

unabhängig von der Symmetrie der Struktur gilt das Friedel’sche Gesetz:

Das intensitätsgewichtete reziproke Gitter ist zentrosymmetrisch.

Beweis: Vergleich von $I_{\vec{h}} = |F_{\vec{h}}|^2$ und $I_{-\vec{h}} = |F_{-\vec{h}}|^2$

- Strukturfaktor des Reflexes $\vec{h}$ (h, k, l):

$$F_{\vec{h}} = \sum_{j=1}^{N} f_j e^{2\pi i(\vec{h}\vec{x}_j)} = \sum_{j=1}^{N} f_j [\underbrace{\cos(2\pi\vec{h}\vec{x}_j)}_{A_j} + i \underbrace{\sin(2\pi\vec{h}\vec{x}_j)}_{B_j}] = \sum_{j=1}^{N} f_j (A_j + iB_j)$$

- und des ’Gegen’-Reflexes $-\vec{h}$ $(\bar{h}, \bar{k}, \bar{l})$:

$$F_{-\vec{h}} = \sum_{j=1}^{N} f_j e^{2\pi i(-\vec{h}\vec{x}_j)} = \sum_{j=1}^{N} f_j [\cos(-2\pi\vec{h}\vec{x}_j) + i\sin(-2\pi\vec{h}\vec{x}_j)]$$

- wegen $\cos\phi = \cos(-\phi)$ (Spiegelsymmetrie) und $\sin(-\phi) = -\sin\phi$ (Inversionssymmetrie) folgt:

$$F_{-\vec{h}} = \sum_{j=1}^{N} f_j [\underbrace{\cos(2\pi\vec{h}\vec{x}_j)}_{A_j} - i \underbrace{\sin(2\pi\vec{h}\vec{x}_j)}_{B_j}] = \sum_{j=1}^{N} f_j (A_j - iB_j)$$

5.1. Friedel'sches Gesetz: Erklärung in der Gauß'schen Zahlenebene

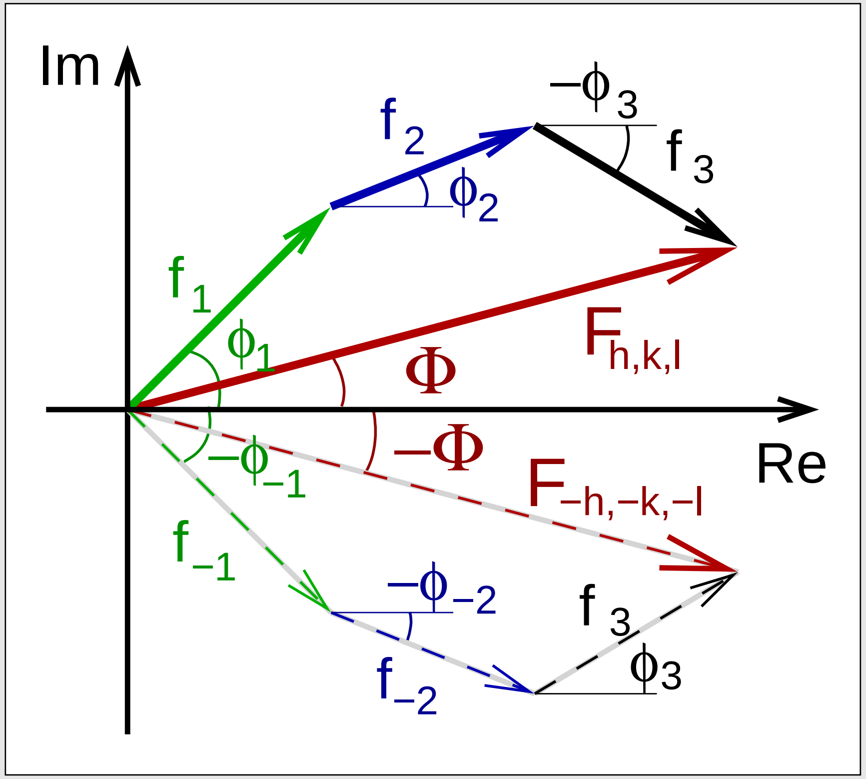
- Die Strukturfaktoren von $\vec{h}$

$$\boxed{F_{\vec{h}} = \sum_{j=1}^{N} f_j(A_j + iB_j) = \sum_{j=1}^{N} f_j A_j + i\sum_{j=1}^{N} f_j B_j}$$

- und $-\vec{h}$

$$\boxed{F_{-\vec{h}} = \sum_{j=1}^{N} f_j(A_j - iB_j) = \sum_{j=1}^{N} f_j A_j - i\sum_{j=1}^{N} f_j B_j}$$

- unterscheiden sich nur im <u>Vorzeichen des Phasenwinkels</u>.
- gemessen wird $I = |F|^2$, das Quadrat der Länge von F in der komplexen Zahlenebene:



5.1. Friedel'sches Gesetz: Erklärung für die Mathematik-Freunde

- Die Strukturfaktoren von $\vec{h}$

$$\boxed{F_{\vec{h}} = \textstyle\sum_{j=1}^{N} f_j(A_j + iB_j) = \underbrace{\displaystyle\sum_{j=1}^{N} f_j A_j}_{\alpha} + i \underbrace{\displaystyle\sum_{j=1}^{N} f_j B_j}_{\beta} = \alpha + i\beta}$$

- und $-\vec{h}$

$$\boxed{F_{-\vec{h}} = \textstyle\sum_{j=1}^{N} f_j(A_j - iB_j) = \underbrace{\displaystyle\sum_{j=1}^{N} f_j A_j}_{\alpha} - i \underbrace{\displaystyle\sum_{j=1}^{N} f_j B_j}_{\beta} = \alpha - i\beta}$$

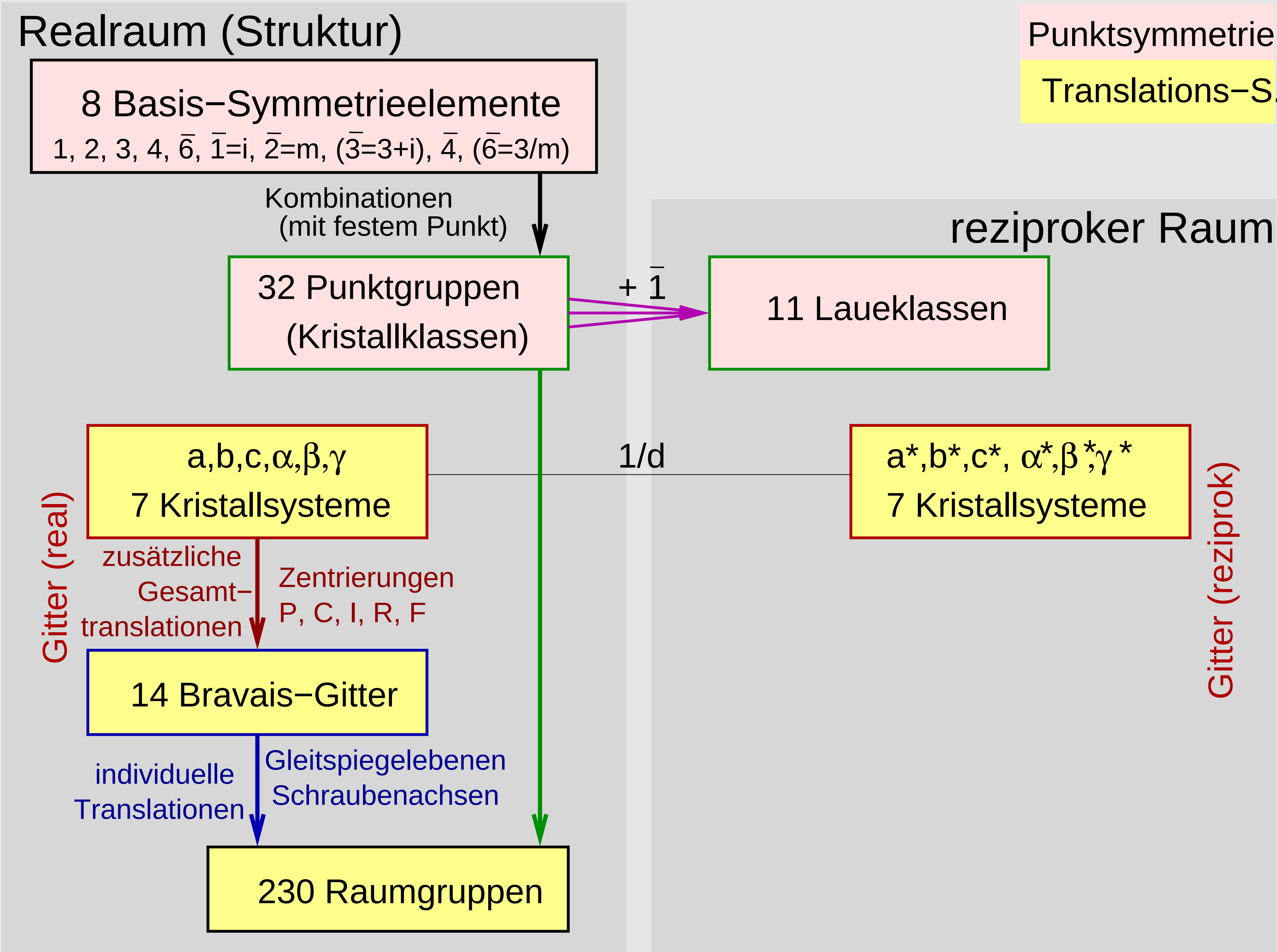
- sind konjugiert komplex (Unterschied nur im Vorzeichen des Imaginärteils).
- Für den Betrag einer komplexen Zahl gilt (Bronstein, S. 559)

$$\boxed{|a| = \sqrt{a\bar{a}} = \sqrt{\alpha^2 + \beta^2}}$$

- Daraus folgt für die komplexen Zahlen F:

$$\boxed{|F_{\vec{h}}| = |F_{-\vec{h}}| = \sqrt{\alpha^2 + \beta^2}} \text{ und } \boxed{|F_{\vec{h}}|^2 = |F_{-\vec{h}}|^2 = \alpha^2 + \beta^2} \text{ (Pythagoras)}$$

5.1. Symmetrie im realen und reziproken Raum



5.2. Zentrosymmetrische Strukturen

- Zentrosymmetrie: x,y,z $\leftrightarrow$ -x,-y,-z

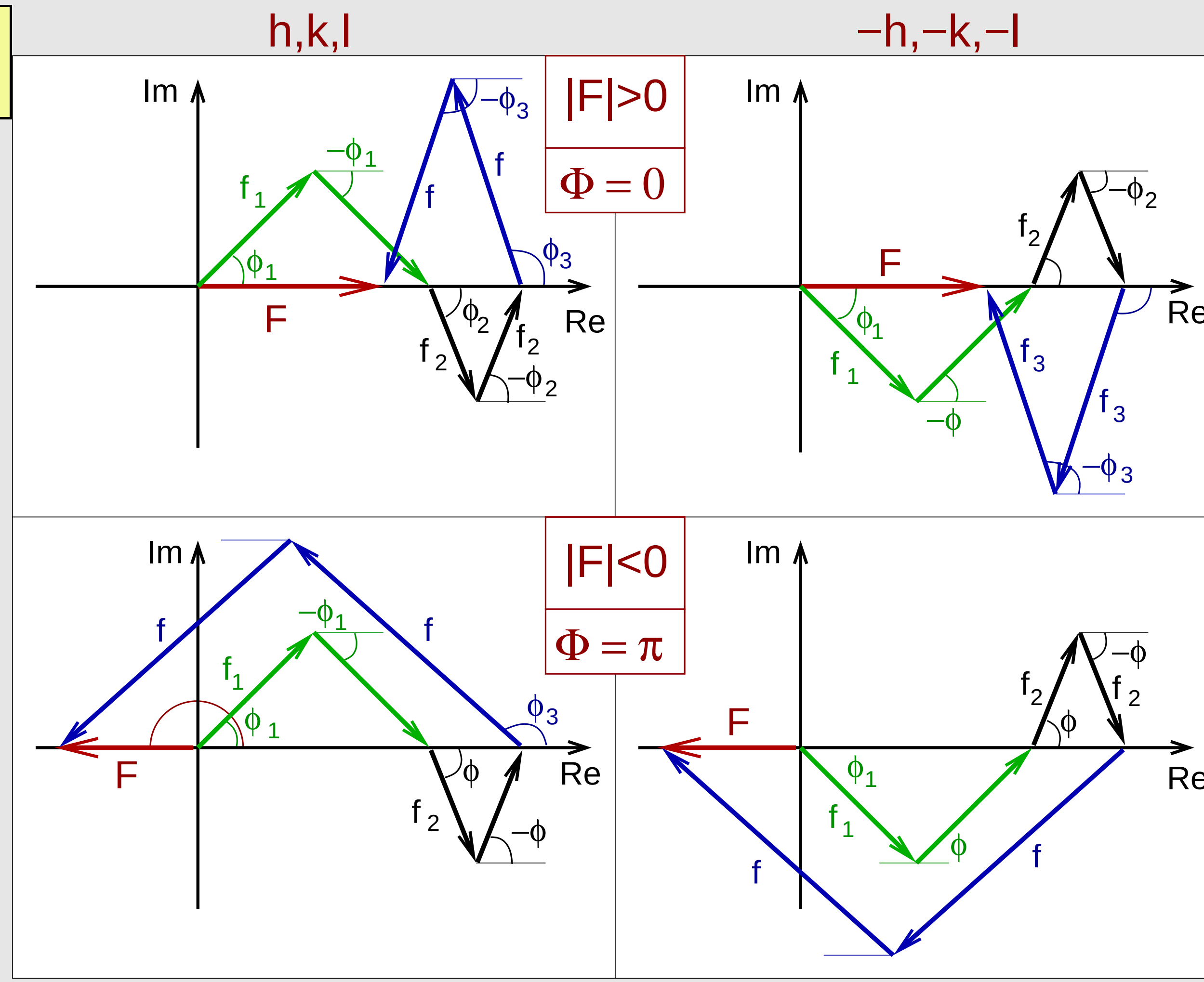
$$\boxed{F_{\vec{h}} = \sum_{j=1}^{N} f_j e^{2\pi i(\vec{h}\vec{x}_j)} = \sum_{j=1}^{N/2} f_j [e^{2\pi i(\vec{h}\vec{x}_j)} + e^{2\pi i(-\vec{h}\vec{x}_j)}]}$$

- mit $2\pi(\vec{h}\vec{x}_j) = \phi_j$ und $e^{\pm i\phi} = \cos\phi \pm i \sin\phi$ folgt

$$\boxed{F_{\vec{h}} = \sum_{j=1}^{N/2} f_j [\cos\phi_j + i\sin\phi_j + \cos\phi_j - i\sin\phi_j]}$$

$$\boxed{F_{\vec{h}} = 2\sum_{j=1}^{N/2} f_j 2\cos\phi_j}$$

- der Imaginärteil entfällt
- Φ = 0 oder π
- Phasen $\mapsto$ Vorzeichen



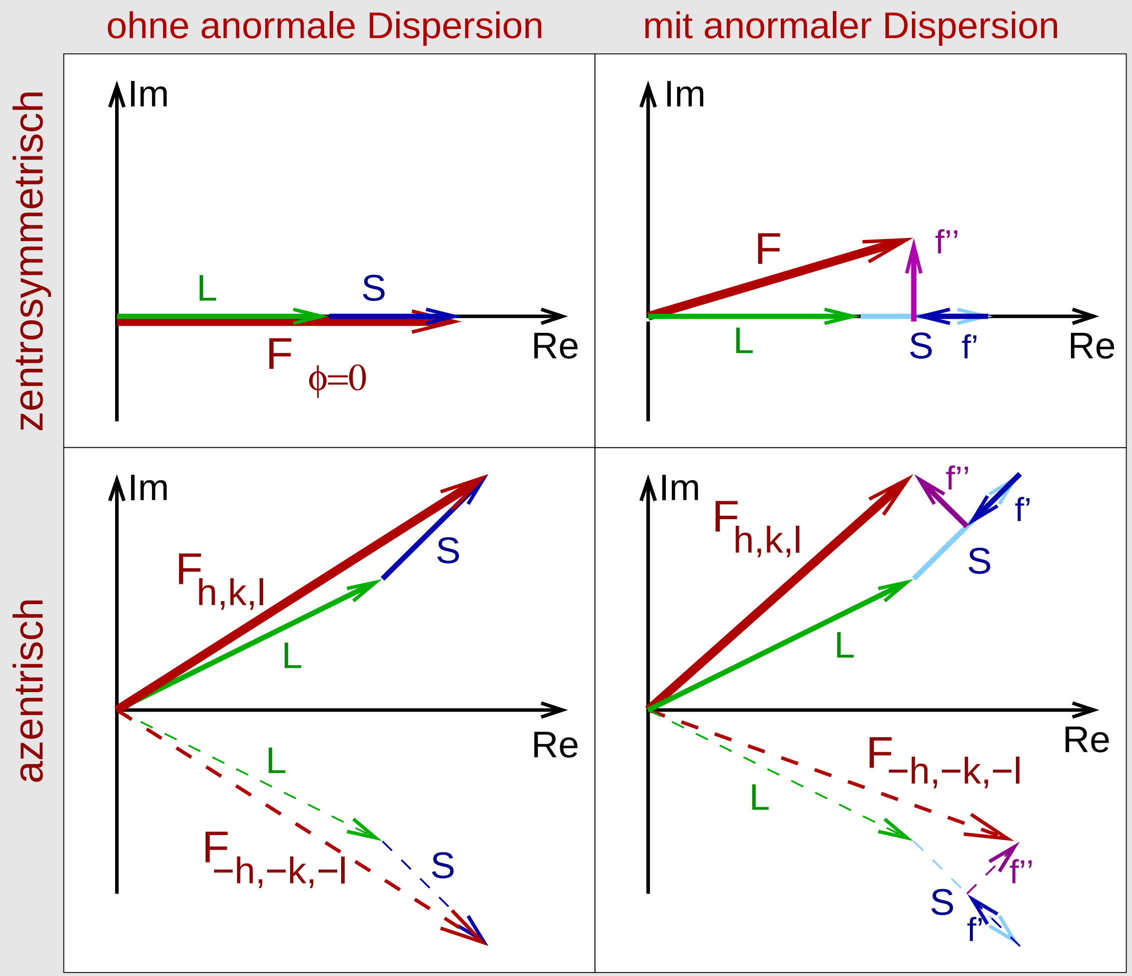
5.2. Resonante Streuung (Anomale Dispersion)

- wenn λ energetisch etwas oberhalb einer Absorptionskante eines Elementes der Struktur
- $\mapsto$ Röntgenstrahlen bewirken Ionisation dieses Elementes
- $\mapsto$ zusätzliche Anteile zum Atomformfaktor f_o:

$$\boxed{f_o^{anom.} = f_o + \Delta f' + i\Delta f''}$$

  - ◇ Realteil $\Delta f'$: $\oplus$ oder meist $\ominus$
  - ◇ Imaginärteil: $\Delta f''$: immer $\oplus$
- Δf weitgehend unabhängig von $\sin\theta$, da innere Elektronen beteiligt
- $\mapsto$ besonders Hochwinkelreflexe betroffen

5.2. Resonante Streuung (Anomale Dispersion)

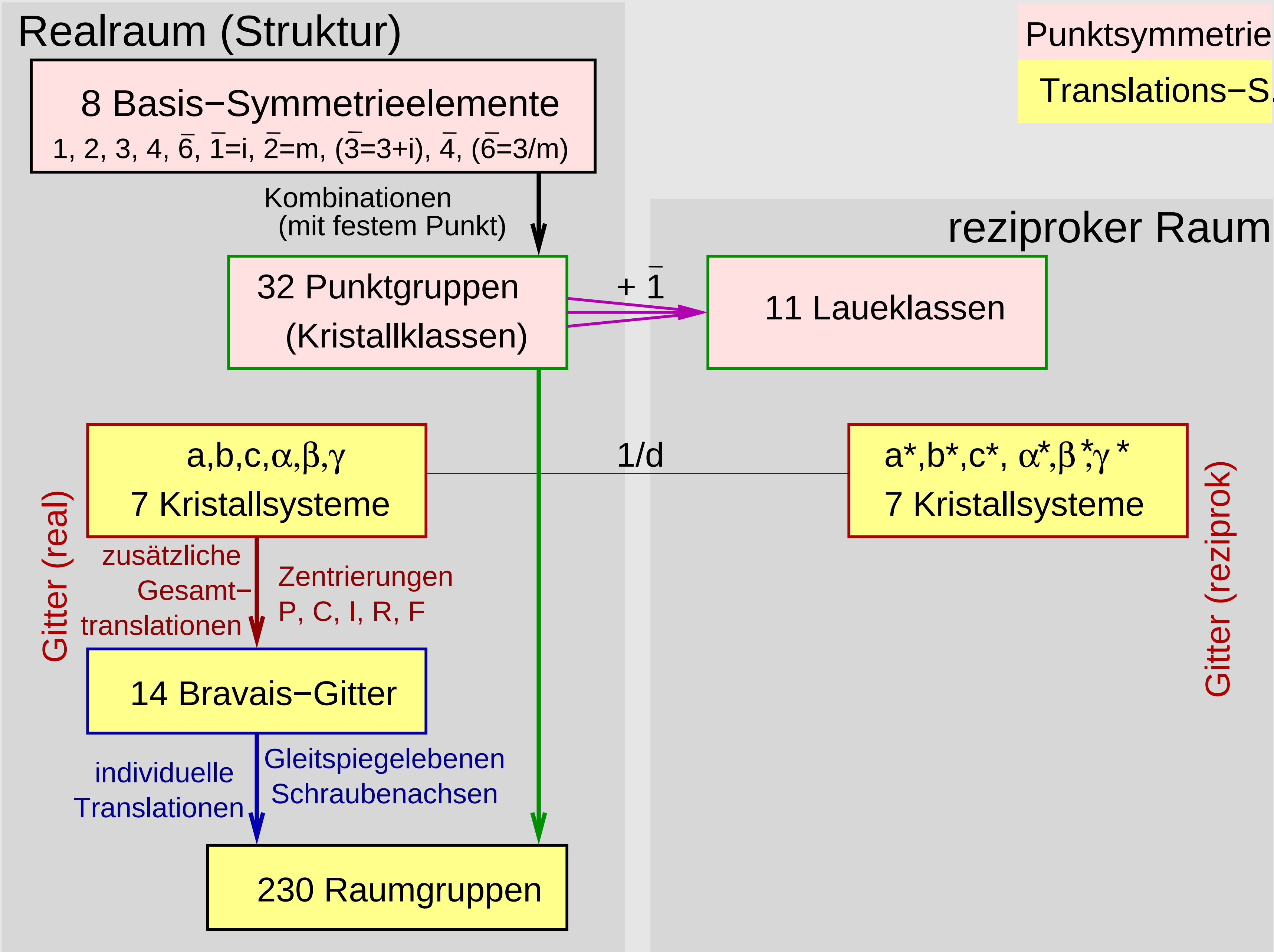


L: alle 'Leichtatome'

S: Schweratom

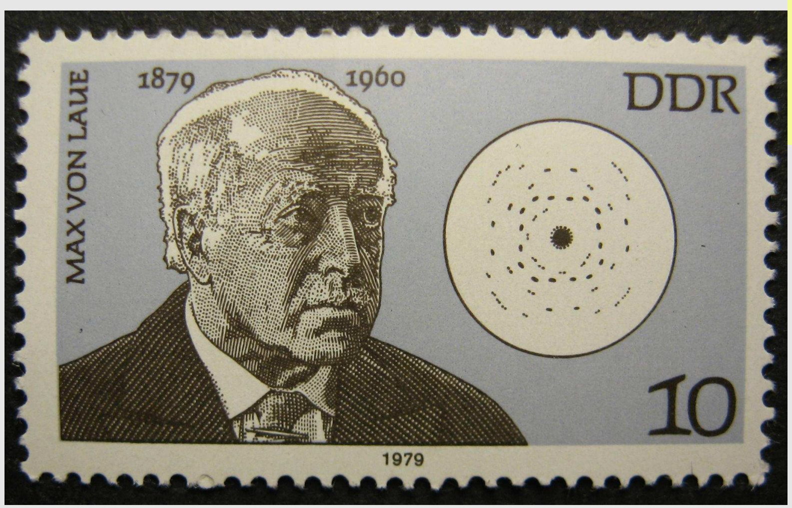
- Auswirkungen:
  - ◇ zentrosymmetrische Strukturen:
    - Phasen Φ weichen von $0/\pi$ ab
    - Friedel'sches Gesetz gilt weiterhin
  - ◇ azentrische Strukturen:
    - Abweichung vom Friedel'schen Gesetz
- ab 3. Periode (S, Cl) bereits zuverlässige Aussagen zur absoluten Struktur möglich ($\mapsto$ H. Flack)

5.2. Symmetrie im realen und reziproken Raum: Laueklassen



5.2. Laueklassen

Kristallsystem	Kristallklasse	Lauegruppe
triklin	$1, \bar{1}$	$\bar{1}$
monoklin	$2, m, 2/m$	$2/m$
orthorhombisch	$222, mm2, mmm$	mmm
tetragonal	$4, \bar{4}, 4/m$ $422, \bar{4}2m, 4mm, 4/mmm$	$4/m$ (niedrig) $4/mmm$ (hoch)
trigonal	$3, \bar{3}$ $321, 3m1, \bar{3}m1$ $311, 31m, \bar{3}1m$	$\bar{3}$ (niedrig) $\bar{3}m1$ (hoch) $\bar{3}1m$ (hoch)
hexagonal	$6, \bar{6}, 6/m$ $622, \bar{6}2m, 6mm, 6/mmm$	$6/m$ (niedrig) $6/mmm$ (hoch)
kubisch	$23, m\bar{3}$ $432, \bar{4}3m, m\bar{3}m$	$m\bar{3}$ (niedrig) $m\bar{3}m$ (hoch)

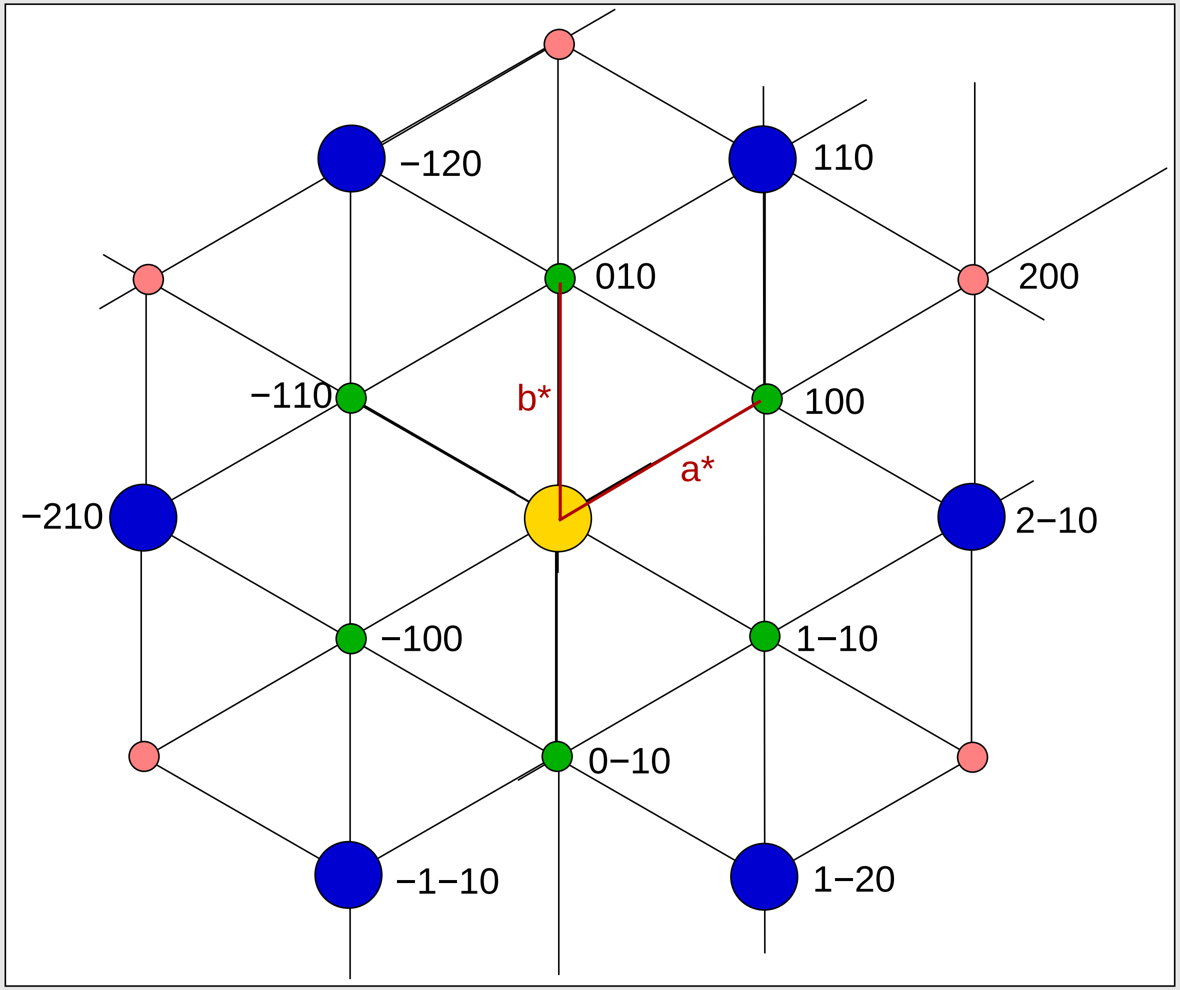


Max v. Laue, inkl. Experiment

5.2. Laueklassen: Beispiel

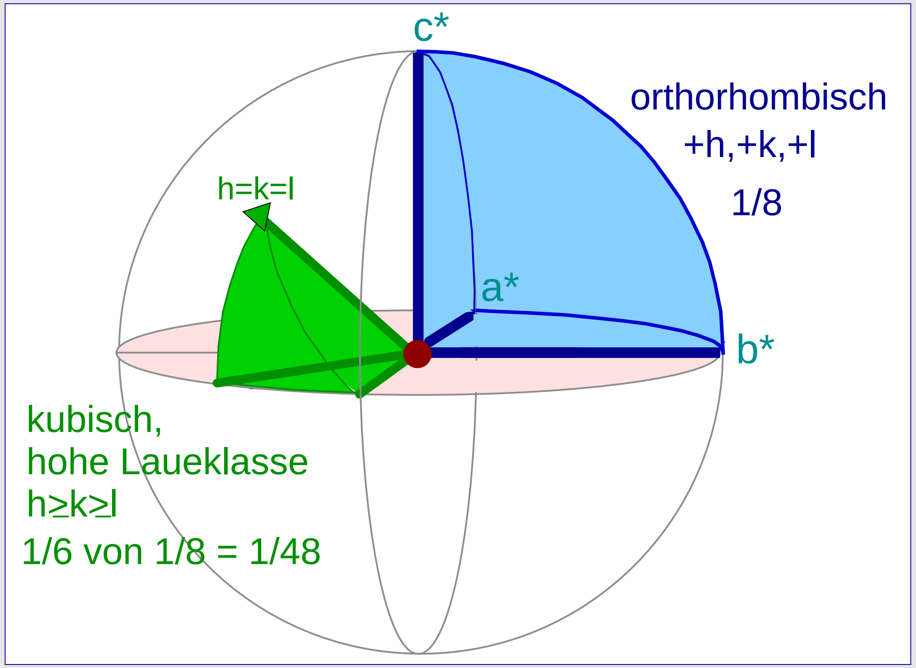
-1	0	0	127.67	7.74	0
-1	1	0	164.69	20.47	0
1	-1	0	150.86	19.70	0
0	1	0	141.06	15.97	0
-1	1	0	128.60	8.67	0
0	-1	0	116.54	15.66	0
1	-1	0	129.20	8.76	0
1	0	0	128.67	9.12	0
1	0	0	130.77	8.47	0
-1	0	0	125.69	9.19	0
1	-2	0	8378.33	19.27	0
-2	1	0	9999.99	17.43	0
-2	1	0	8797.08	16.48	0
2	-1	0	9471.04	19.29	0
2	-1	0	8080.88	14.42	0
-1	2	0	9086.26	29.30	0
1	1	0	8781.39	17.79	0
-1	2	0	7946.62	18.97	0
-1	-1	0	8867.95	18.65	0
2	0	0	117.59	6.31	0
0	2	0	114.25	9.80	0
-2	0	0	116.43	4.99	0

.....



5.2. Laueklassen

- Punktsymmetrie des/im Kristall $\mapsto$ Punktsymmetrie im reziproken Raum
- wegen Friedel'schem Gesetz $\mapsto$ 11 (Laueklassen) statt 32 (Kristallklassen) Punktgruppen
- analog Realraum $\mapsto$ asymmetrische Einheit $\mapsto$ enthält bereits sämtliche I-Informationen
  - ◇ triklin: 1/2; monoklin: 1/4;



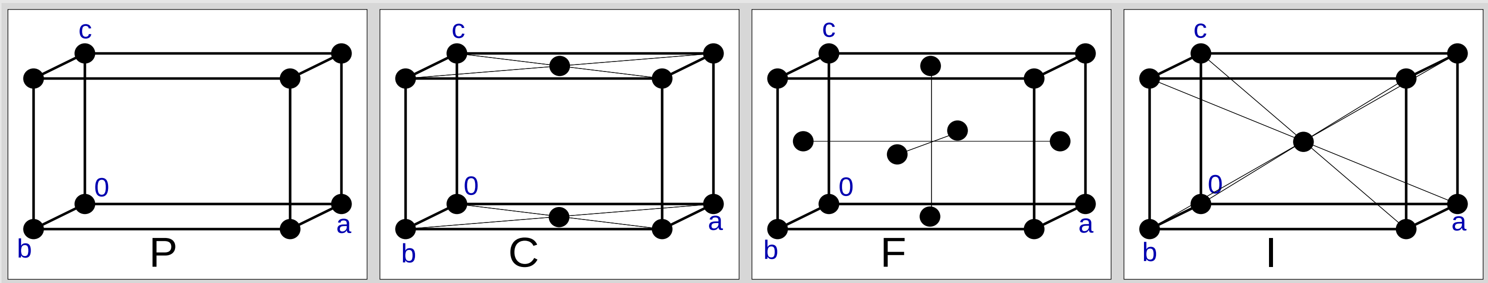
  - ◇ orthorhombisch: 1/8 (ein Oktant) ... kubisch, hohe Laueklasse: 1/48
- Test auf Laueklasse (MERGE EQUIVALENTS)

$$\boxed{R_{int} = \frac{\Sigma|F^2_{obs} - F^2_{obs}(\text{gemittelt})|}{\Sigma F^2_{obs}}}$$

- für die Datensammlung: Redundanz (REDUNDANCY)

5.3. Auslöschungsbedingungen I: Integrale Auslöschungen

- Gesamtzentrierung der Gitter (Realraum)

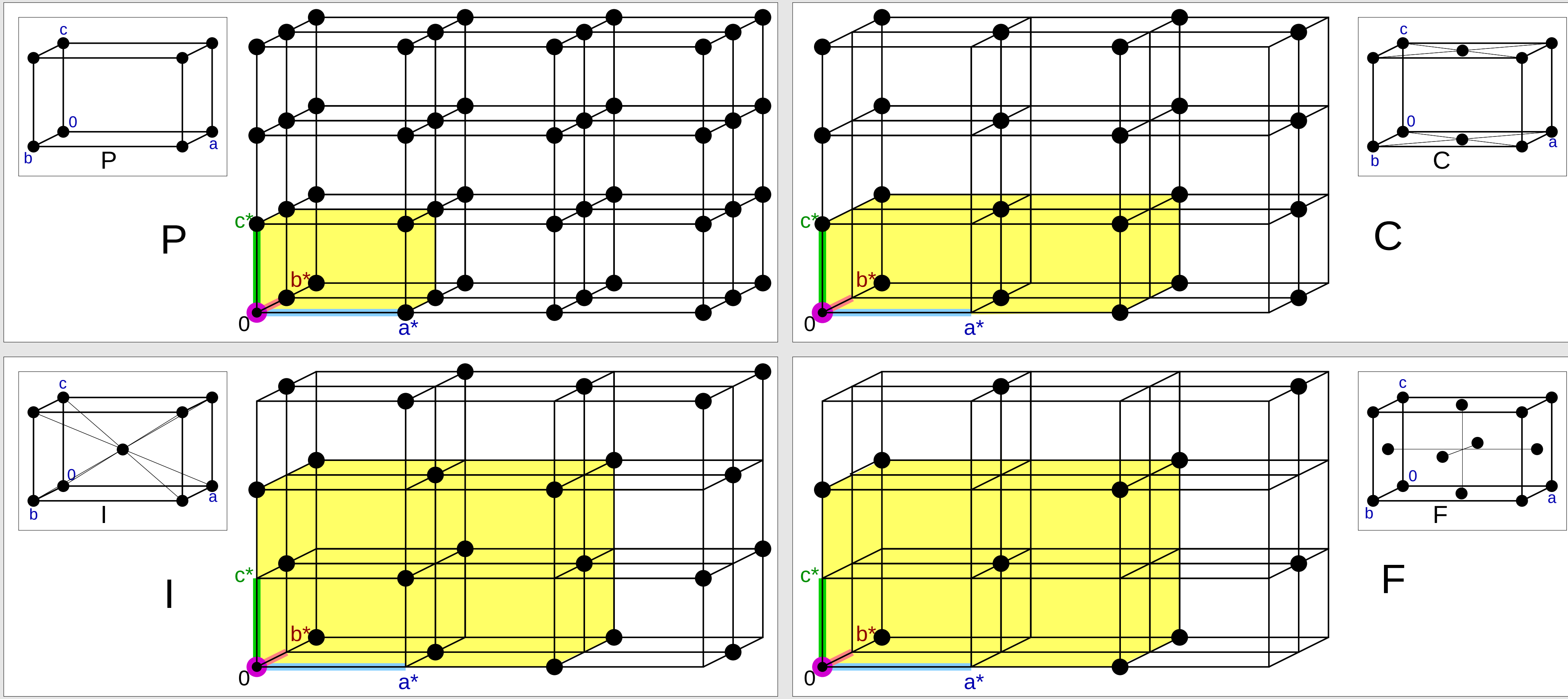


- $\mapsto$ integrale Auslöschungen (gültig für alle Reflexe h,k,l)

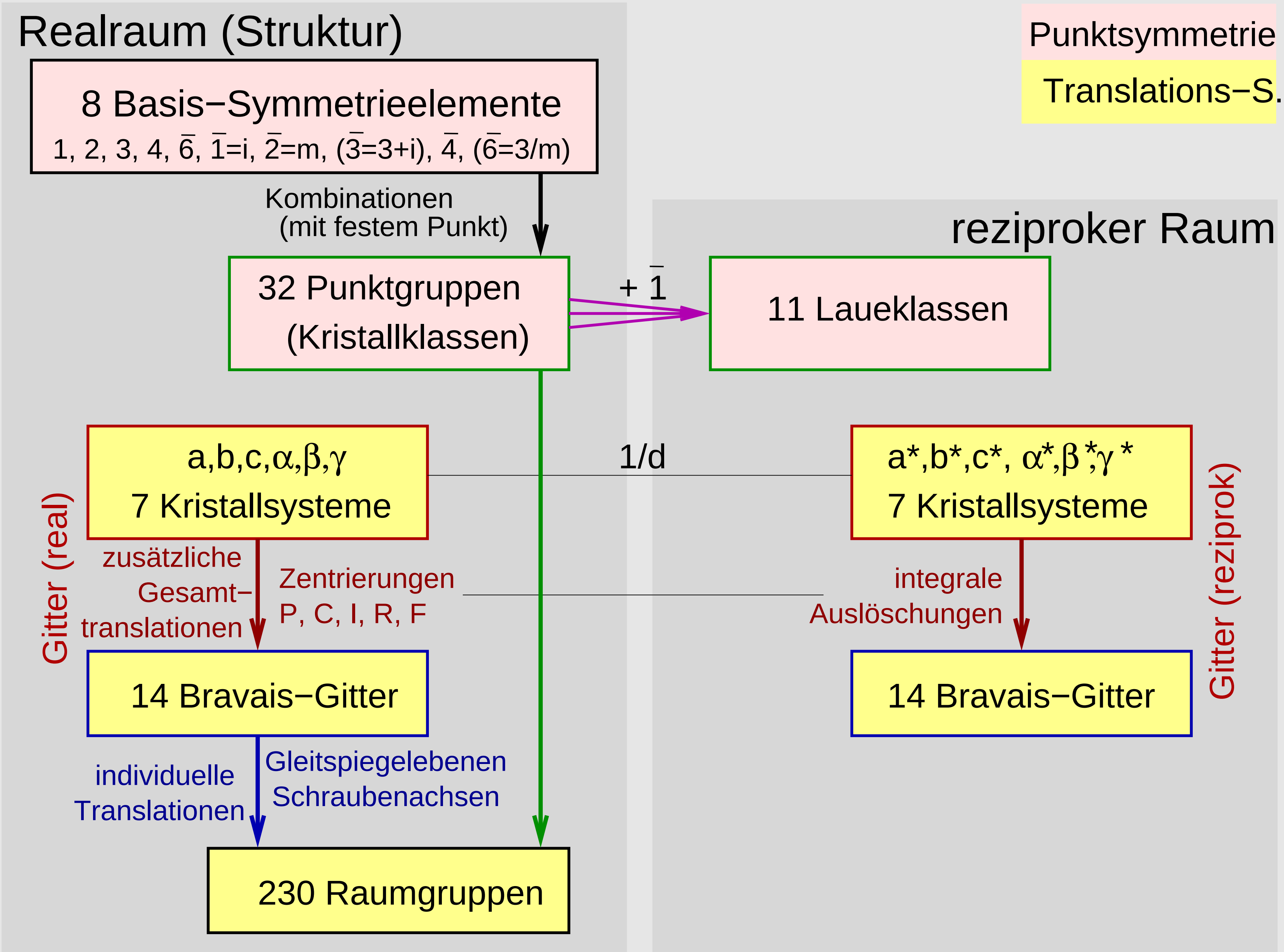
Symbol		zusätzliche Atompositionen	Bedingung für das Auftreten von Reflexen
P	primitiv	-	-
C	2 fach primitiv	$x+\frac{1}{2}, y+\frac{1}{2}, z$	h+k=2n
I	2 fach primitiv	$x+\frac{1}{2}, y+\frac{1}{2}, z+\frac{1}{2}$	h+k+l=2n
F	4 fach primitiv	$x+\frac{1}{2}, y+\frac{1}{2}, z$ $x+\frac{1}{2}, y, z+\frac{1}{2}$ $x, y+\frac{1}{2}, z+\frac{1}{2}$	h+k=2n h+l=2n k+l=2n
R	3 fach primitiv	$x+\frac{1}{3}, y+\frac{2}{3}, z+\frac{2}{3}$ $x+\frac{2}{3}, y+\frac{1}{3}, z+\frac{1}{3}$	-h+k+l=3n

- Beweis: Einsetzen in Strukturfaktoren (s.u. für etwas Einfacheres)
- Bravais-Gitter auch im reziproken Raum

5.3. Auslöschungsbedingungen I: Integrale Auslöschungen

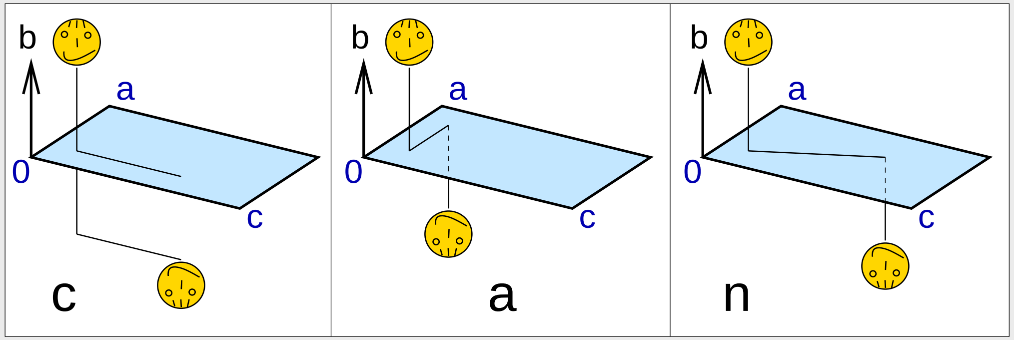


5.3. Symmetrie im realen und reziproken Raum



5.3. Auslöschungsbedingungen II: Zonale und serielle Auslöschungen

- alle weiteren Symmetrieelemente mit Translationskomponenten, d.h.
  - Gleitspiegelebenen (a, b, c, n, d)



  - Schraubenachsen (n_m, z.B. 2_1, 3_1 usw.)
- erzeugen weitere Auslöschungen:
  - zonale Auslöschungsbedingungen für Gleitspiegelebenen, z.B. für Äquator-Reflexe 0kl:
    - $k + l = 2n \longmapsto n \perp \vec{a}$
    - $k = 2n \longmapsto b \perp \vec{a}$
    - $l = 2n \longmapsto c \perp \vec{a}$
  - serielle Auslöschungsbedingungen für Schraubenachsen, z.B. für Achs-Reflexe 00l:
    - $l = 2n \longmapsto 2_1$ bzw. 4_2 bzw. $6_3 \parallel \vec{c}$
    - $l = 3n \longmapsto 3_1$ bzw. $6_2 \parallel \vec{c}$
    - $l = 4n \longmapsto 4_1 \parallel \vec{c}$
    - $l = 6n \longmapsto 6_1 \parallel \vec{c}$
- vollständige Liste s. I.T.; rechte Spalte bei jeder Raumgruppe

5.3. Serielle Auslöschungen: Beispiel Gleitspiegelebene $c \perp \vec{b}$

- $c \perp \vec{b}$: $x, y, z \leftrightarrow x, -y, z + \frac{1}{2}$
- der Strukturfaktor kann damit unterteilt werden:

$$\boxed{F_{\vec{h}} = \sum_{j=1}^{N} f_j e^{2\pi i(\vec{h}\vec{x}_j)} = \sum_{j=1}^{N/2} f_j [e^{2\pi i(hx+ky+lz)} + e^{2\pi i\{hx-ky+l(z+\frac{1}{2})\}}]}$$

- für k=0 (h0l-Reflexe) läßt sich vereinfachen:

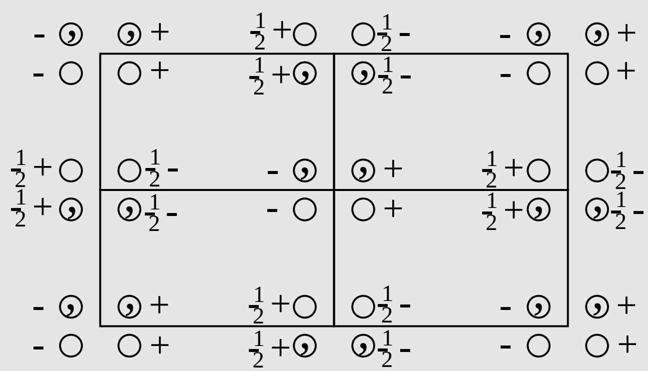
$$\boxed{F_{h0l} = \sum_{j=1}^{N/2} f_j [(e^{2\pi ihx} e^{2\pi ilz})(1 + \underbrace{e^{\pi il}}_{-1?})]}$$

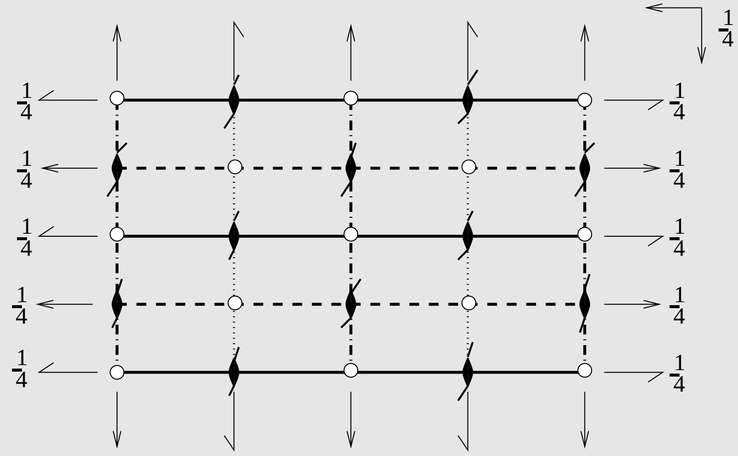
- F_{h0l} wird 0, wenn $e^{\pi il}$ = -1 ist.
- Wegen $e^{\pi il} = \cos \pi l + i \sin \pi l$
- ist dies für ungeradzahlige l erfüllt, da
  - $\cos l\pi = -1$
  - $\sin l\pi = 0$
- und damit $e^{\pi il}$ = -1 und F_{h0l} = 0.

5.3. Auslöschungsbedingungen: Eintrag in den I.T.

Cmca

Orthorhombic mmm C 2/m 2/c 2_1/a No. 64 D_{2h}^{18}





Origin at centre (2/m)

Number of positions, Wyckoff notation, and point symmetry			Co-ordinates of equivalent positions	Conditions limiting possible reflections
			$(0,0,0;\ \frac{1}{2},\frac{1}{2},0)+$	
16	g	1	$x,y,z;\ x,\bar{y},\bar{z};\ x,\frac{1}{2}-y,\frac{1}{2}+z;\ x,\frac{1}{2}+y,\frac{1}{2}-z;$ $\bar{x},\bar{y},\bar{z};\ \bar{x},y,z;\ \bar{x},\frac{1}{2}+y,\frac{1}{2}-z;\ \bar{x},\frac{1}{2}-y,\frac{1}{2}+z.$	hkl: h+k=2n 0kl: (k=2n) h0l: l=2n; (h=2n) hk0: h=2n; (k=2n) h00: (h=2n) 0k0: (k=2n) 00l: (l=2n)

5.3. Auslöschungsbedingungen: Eintrag in den I.T.

Orthorhombic	mmm	C 2/m 2/c $2_1/a$	No. 64	D_{2h}^{18}

Origin at centre (2/m)

Number of positions, Wyckoff notation, and point symmetry			Co-ordinates of equivalent positions	Conditions limiting possible reflections
			$(0,0,0;\ \frac{1}{2},\frac{1}{2},0)+$	
16	g	1	$x,y,z;\ x,\bar{y},\bar{z};\ x,\frac{1}{2}-y,\frac{1}{2}+z;\ x,\frac{1}{2}+y,\frac{1}{2}-z;$ $\bar{x},\bar{y},\bar{z};\ \bar{x},y,z;\ \bar{x},\frac{1}{2}+y,\frac{1}{2}-z;\ \bar{x},\frac{1}{2}-y,\frac{1}{2}+z.$	hkl: h+k=2n 0kl: (k=2n) h0l: l=2n; (h=2n) hk0: h=2n; (k=2n) h00: (h=2n) 0k0: (k=2n) 00l: (l=2n)
				Special: as above, plus
8	f	m	$0,y,z;\ 0,\bar{y},\bar{z};\ \frac{1}{2},y,\frac{1}{2}-z;\ \frac{1}{2},\bar{y},\frac{1}{2}+z.$	no extra conditions
8	e	2	$\frac{1}{4},y,\frac{1}{4};\ \frac{3}{4},\bar{y},\frac{3}{4};\ \frac{3}{4},y,\frac{1}{4};\ \frac{1}{4},\bar{y},\frac{3}{4}.$	hkl: h=2n; (k=2n)
8	d	2	$x,0,0;\ \bar{x},0,0,\ x,\frac{1}{2},\frac{1}{2};\ \bar{x},\frac{1}{2},\frac{1}{2}.$	hkl: k+l=2n; (l+h=2n)
8	c	$\bar{1}$	$\frac{1}{4},\frac{1}{4},0;\ \frac{1}{4},\frac{3}{4},0;\ \frac{1}{4},\frac{1}{4},\frac{1}{2};\ \frac{1}{4},\frac{3}{4},\frac{1}{2};.$	hkl: h,l=2n; (k=2n)
4	b	2/m	$\frac{1}{2},0,0;\ \frac{1}{2},\frac{1}{2},\frac{1}{2}$	
4	a	2/m	$0,0,0;\ 0,\frac{1}{2},\frac{1}{2}.$	

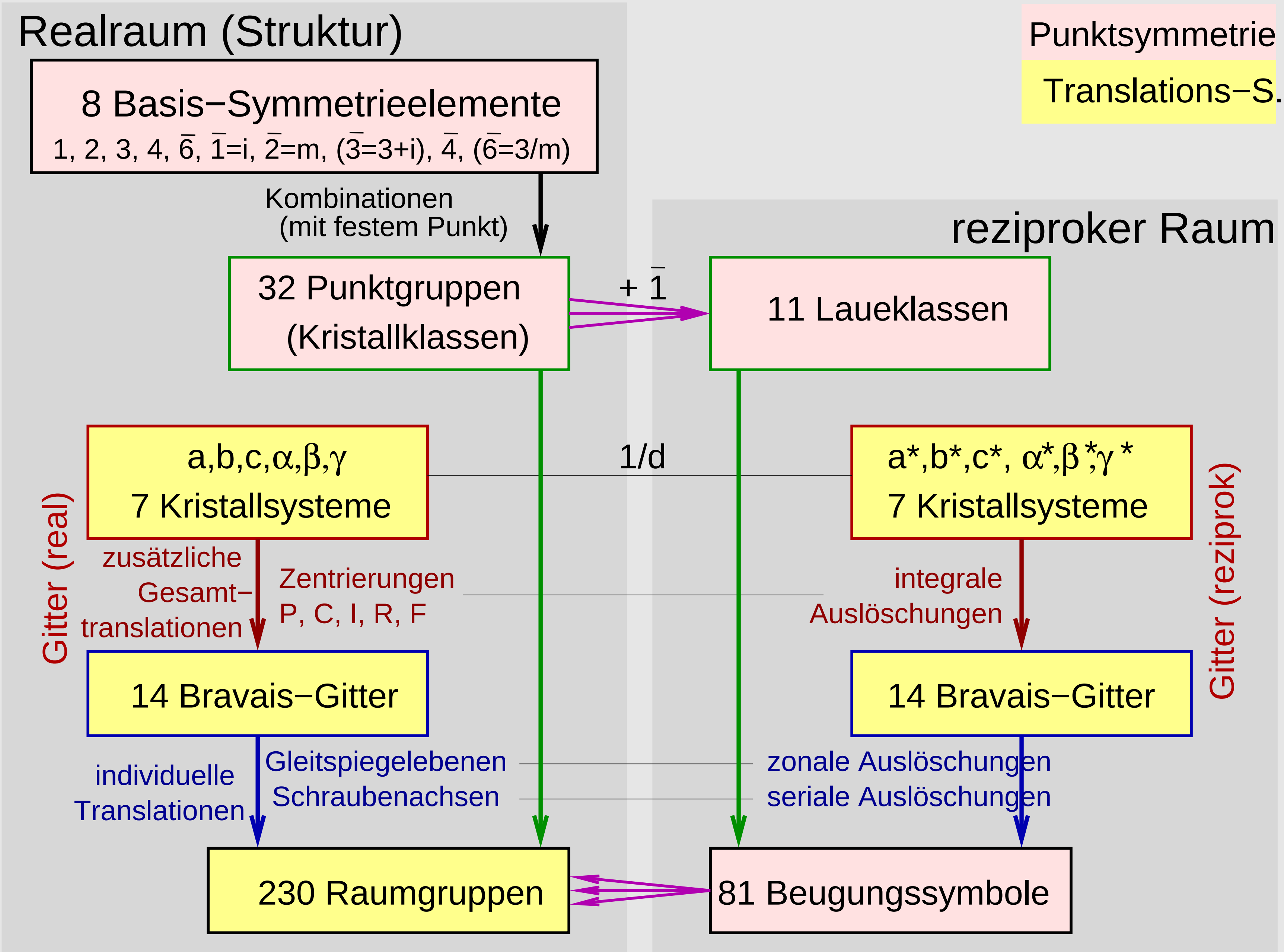
5.3. Auslöschungsbedingungen: Beispiel einer Analyse

```
-----------------------------------------------------------------
      2448 hkl - Reflexe               19 h00 - Reflexe
       247 0kl - Reflexe               10 0k0 - Reflexe
       278 h0l - Reflexe               30 00l - Reflexe
       187 hk0 - Reflexe              154 hhl - Reflexe
-----------------------------------------------------------------
Interferenzbedingung            verletzt staerker als       Beugungs-
                       0sig  2sig  4sig  6sig  8sig    symbol
Reflexe  nur vorh. f.

hkl      h+k+l=2n      1190  1044   962   891   835    I - - -
           h+l=2n      1172  1032   953   884   831    B - - -   |
           h+k=2n      1166  1027   951   896   844    C - - -   | F
           h+l=2n      1168  1023   946   882   821    A - - -   |



h00          h=2n        11    11     9     8     8    - 21- -
             h=4n        15    15    13    12    12    - 41- -
....
00l          l=2n        12     1     0     0     0    - - - 21
             l=4n        21    10     9     9     9    - - - 41

             l=3n        18    13    12    12    12    - - - 31
             l=6n        24    13    12    12    12    - - - 61
-----------------------------------------------------------------
```

5.4. rez. Gitter, Laueklasse, Zentrierung, Beugungssymbol

- Indizierung: reziprokes Gitter, ggf. mit symmetriebedingter Metrik
- Laueklasse: Mittelung über symmetrieäquivalente Daten $\longmapsto R_{int}$
- Gesamtzentrierung aus integralen Auslöschungen (Bravais-Zelle)
- Beugungssymbol: Sammlung aller aus den Auslöschungsbedingungen folgenden Symmetrieelemente
  - für das Beispiel: $P6_3$__c
- mögliche Raumgruppen:
  - für das Beispiel: $P6_3/mmc$ und $P6_3mc$
- 81 verschiedene Beugungssymbole

5.4. Symmetrie im realen und reziproken Raum (Zusammenfassung)



5.4. Übersicht und Ausblick: realer – reziproker – Patterson-Raum

Raum	reziprok	real	Vektor
Orts-Koord	$\vec{h}$ = h,k,l	$\vec{x} = x, y, z$	$\vec{u}$ = u,v,w; $u = x_1 - x_2$ ...
Amplitude	Strukturfaktor F	Elektronendichte ρ	Pattersonfunktion P
	$F_{\vec{h}} = \sum_{j=1}^{N} f_j e^{2\pi i(\vec{h}\vec{x}_j)}$ (2) $F_{\vec{h}} = \int \rho_{\vec{x}} e^{2\pi i \vec{h}\vec{x}} dV$ (3)	$\rho_{\vec{x}} = \frac{1}{V} \sum_{\vec{h}} F_{\vec{h}} e^{-2\pi i \vec{h}\vec{x}}$ (4)	$P_{\vec{u}} = \frac{1}{V} \sum_{\vec{h}} F_{\vec{h}}^2 e^{-2\pi i \vec{h}\vec{u}}$ (5) $P_{\vec{u}} = \frac{1}{V} \int_V \rho_{\vec{x}} \rho_{\vec{x}+\vec{u}} dV$ (6)
Symmetrie	11 Laueklassen 81 Beugungssymbole aus F^2 <u>keine</u> Translationssymmetrie	32 Punktgruppen 230 Raumgruppen translationssymmetrisch	24 Pattersongruppen Harker-Geraden; Harker-Schnitte translationssymmetrisch

Literatur, Web-Seiten, Programme

- W. Massa, Kristallstrukturbestimmung, Teubner Studienbücher
- G. H. Stout, L. H. Jensen: X-Ray Structure Determination, Wiley Inters.
- C. Giacovazzo (ed.), Fundamentals of Crystallography, IUCr, Oxford Science Publ.
- G. Phillips, University of Wisconsin, Madison (XRayView3.0)
- G. Chapuis, http://escher.epfl.ch (DiffractOgram)
- R. B. Neder, Th. Proffen: http://discus.sourceforge.net (Discus)
- http://ruby.chemie.uni-freiburg.de/Vorlesung/Seminare/chemkrist09.pdf

DANKE!


newstructure.ins - Editor
ChemKrist-Workshop 2009
Was hinter meiner Software steckt
(Mehr Verständnis für kristallographische Zusammenhänge!)
Freiburg i.Br.
14.-17.9.2009