
Vorwort zur 8. Auflage

Die Methode der Kristallstrukturbestimmung durch Röntgenbeugung an Einkristallen, auch Röntgenstrukturanalyse genannt, ist soeben 100 Jahre alt geworden. Sie ist inzwischen dank ihrer hohen Aussagekraft und Genauigkeit eines der wichtigsten Werkzeuge in der chemischen Forschung geworden. Ihre Anwendung gehört in der anorganischen wie der organischen Chemie, in der Biochemie, in den Materialwissenschaften und in der Mineralogie zu den Standardmethoden. Kaum ein wissenschaftlicher Artikel über wichtige neue Substanzen kommt ohne den Beleg durch eine Röntgenstrukturanalyse zur Veröffentlichung.

Zur Zeit der ersten Auflage dieses Buches 1994 waren Vierkreis-Diffraktometer Stand der Technik bei der Vermessung von Einkristallen, die Rechner waren langsam. Eine Strukturbestimmung dauerte mehrere Tage bis Wochen. Heute haben immer leistungsfähigere Flächendetektoren die Zählrohre ersetzt, die Rechenzeiten sind fast vernachlässigbar geworden. Zur Zeit setzen sich neue Mikro-Fokus-Röntgenquellen immer mehr durch, die mit Leistungen von 50–80 W brillantere Strahlung erzeugen als die klassischen Röntgengeneratoren mit mehreren Kilowatt Leistung. Dadurch ist es mittlerweile möglich, in günstigen Fällen eine Kristallstruktur in wenigen Stunden zu bestimmen. Das hat dazu geführt, dass in diesen letzten zwanzig Jahren mehr als fünf mal so viele Strukturen bestimmt wurden als in den ersten achtzig Jahren seit der Begründung der Röntgenbeugung durch Max v. Laue. Insgesamt sind heute die Kristallstrukturen von etwa einer Million Verbindungen veröffentlicht.

Die Anwendung der Methode findet heute überwiegend in den Chemischen Fachbereichen statt. Viele Studenten sind gehalten, im Rahmen ihrer Diplom- oder Doktorarbeiten Kristallstrukturbestimmungen zur Charakterisierung ihrer Verbindungen entweder selbst einzusetzen oder zumindest ihre Ergebnisse kompetent zu verwerten. Tatsächlich ist es dank immer raffinierterer Programmsysteme immer leichter möglich, die vielen und komplizierten Stufen einer Röntgenstrukturanalyse auch ohne vertiefte kristallographische Kenntnisse zu meistern. Da die Methode jedoch indirekt, über ein Strukturmodell, zum Ziel kommt, birgt eine Anwendung als „black-box“-Methode erhebliche Fehlerrisiken. Es liegt am Ende in der alleinigen Verantwortung des Anwenders, zu entscheiden, ob das erarbeitete Strukturmodell tatsächlich das einzige und das optimale ist, das mit den gemessenen Daten vereinbar ist. Inzwischen ist auch ein Diffraktometersystem auf dem

Markt, das verspricht, 80 % der Strukturen vollautomatisch zu lösen. Von den verbleibenden 20 % wird ein Teil ohne Ergebnis bleiben, für einen anderen Teil jedoch werden fehlerhafte „Pseudolösungen“ ausgegeben werden, die es zu erkennen gilt. Das vorliegende Buch richtet sich deshalb vorwiegend an fortgeschrittene Studenten der Chemie oder benachbarter Fächer, die einen Blick in den schwarzen Kasten tun wollen, bevor sie selbst auf diesem Gebiet tätig werden, oder die sich über Grundlagen, Leistungsfähigkeit und Risiken der Methode informieren wollen, wenn sie deren Ergebnisse verwenden wollen.

Da erfahrungsgemäß die Bereitschaft, ein Buch wirklich zu lesen, umgekehrt proportional zur Seitenzahl ist, wurde versucht, die Behandlung der methodischen Grundlagen möglichst kurz und anschaulich zu halten. Es erscheint wichtiger, daß ein Chemiker bei einer Rechnung das Grundprinzip und die Voraussetzungen für ihre sinnvolle Anwendung verstanden hat, als daß er in der Lage ist, den ohnehin von Programmen erledigten mathematischen Formalismus im Einzelnen nachzuvollziehen. Für die aktuelle Auflage wurde auf die Behandlung der inzwischen ausgestorbenen Filmmethoden und auch der kaum mehr benutzten Messtechniken mit Vierkreis-Diffraktometern verzichtet. Dafür wurden die Methoden der Auswertung und Interpretation von Flächendetektor-Messungen ausgeweitet. Am besten für das Verständnis der Methode ist es natürlich, sie selbst anzuwenden. Deshalb wurden Datensätze und Beispieldateien zusammen mit erläuternden Kommentaren im Internet hinterlegt. Sie können von den Lesern für eigene Rechnungen verwendet werden, wenn sie eines der gängigen Programmsysteme für Kristallstrukturanalysen installiert haben.

Besonderes Augenmerk wurde auf diejenigen Aspekte gelegt, die für die Qualität einer Strukturbestimmung von Bedeutung sind. Dazu gehört die Erörterung einer Reihe von verbreiteten Fehlermöglichkeiten und der Erkennung und Behandlung von Fehlordnungserscheinungen oder Verzwillingungen. Auch auf dem Gebiet der Röntgenstrukturanalyse ist die Fachliteratur überwiegend englischsprachig. Wichtige Fachausdrücke sind deshalb in Klammern auch auf englisch angegeben.

Allen Kollegen, die durch Anregungen und kritische Hinweise geholfen haben, Fehler oder Unklarheiten in früheren Auflagen zu beheben, sei herzlich gedankt.

Kristallstrukturbestimmung

Massa, W.

2015, XII, 243 S. 109 Abb.,

ISBN: 978-3-658-09412-6