

# Teil I

## Grundlagen



# Kapitel 1

## Einleitung und Aufgabenstellung

Die Röntgenstrukturanalyse hat sich seit dem ersten Röntgenbeugungsexperiment an  $\text{CuSO}_4$ , 1912 durch von Laue, zu einer der wichtigsten Untersuchungsmethoden zur Strukturbestimmung von Kristallen entwickelt. Durch methodische Entwicklungen, deren Umsetzung in Programmen und durch leistungsfähige Computer konnte die Aufklärung dreidimensionaler Strukturen chemischer Verbindungen zu einer Routineuntersuchung werden.

Während bei Messungen mit Einzelzählern der zeitliche Aufwand dafür im Bereich von mehreren Tagen liegt, kann, durch die Entwicklung von CCD-Flächendetektoren für Röntgenbeugungsexperimente in den 90er Jahren, die Messung nun innerhalb von wenigen Stunden durchgeführt werden. Noch deutlicher wird dieser Unterschied bei großen Zellkonstanten, da eine CCD-Messung nur wenig von der Anzahl der Reflexe abhängt. Auch die Messung von kurzlebigen Kristallen ist z.T. erst mit Flächendetektion möglich geworden. Darauf aufbauend arbeiten in den letzten Jahren nun einige Gruppen an vollautomatischen Systemen zur Kristallvermessung, um eine volle Auslastung eines CCD-Meßplatzes für die Servicekristallographie zu ermöglichen. Solche Systeme sollen dann bis zu 70 Messungen in einer Woche ermöglichen, was die Notwendigkeit der weiteren Automatisierung der Strukturbestimmung nach sich zieht.

Obwohl die experimentelle Elektronendichtebestimmung schon seit Ende der 60er Jahre möglich war, konnten ohne Flächendetektion in der Anfangszeit nur sehr wenige Experimente durchgeführt werden, da die dafür nötigen hochaufgelösten Experimente einen entsprechend höheren Zeitaufwand benötigten. So dauerten solche Experimente mit Punktzählern zum Teil mehrere Monate. Hier konnte man mit Hilfe von Flächendetektion den Aufwand so stark minimieren, daß mit Hilfe von Synchrotronstrahlung 1997 eine Messung innerhalb eines Tages möglich wurde[1].

Da die Trennung von thermischer Bewegung und Elektronendichte entscheidend ist, sind insbesondere für Molekülverbindungen tiefe Temperaturen nötig, wobei gleichzeitig die Streukraft der Probe zunimmt.

Um einen optimalen Meßplatz zu bekommen, sollten Meßtemperaturen um 20K mit CCD-Flächendetektion kombiniert werden. Aufgabe dieser Arbeit war es einen solchen Meßplatz für hochaufgelöste Röntgenbeugungsexperimente aufzubauen. Die damit möglichen Messungen sollten die experimentelle Elektronendichtebestimmung von ver-

schiedenen Substanzen ermöglichen. Es wurde die Kombination eines CCD-Flächendetektors der neuesten Generation mit einem geschlossenen Helium-Kryostaten favorisiert und umgesetzt. Mit Hilfe des so aufgebauten Meßplatzes sind nunmehr Messungen bis hin zu Auflösungen von  $\sin\theta/\lambda = 1.18\text{\AA}^{-1}$  innerhalb einer Woche möglich, sofern Kristalle von hervorragender Qualität und ausreichender Streukraft zugänglich sind. Eine weitere Optimierung des Meßplatzes war durch Verwendung eines fokussierenden Kollimators möglich, durch den vor allem der Anteil des Untergrundes deutlich minimiert werden konnte.

In den vergangenen zwei Jahren wurden Messungen zur experimentellen Elektronendichtebestimmung mit dem neu entwickeltem Meßplatz von zahlreichen Substanzen durchgeführt. Dabei wurden mehrere Aminosäure-Formiate, Tripeptide, Opioide, sowie Strychnin, Thymidin, Adenosinmonophosphat und ein Metallkomplex bei Temperaturen um 20 K gemessen. Außerdem wurden für DL-Serin Messungen bei drei verschiedenen Temperaturen (298, 100 und 25 K) durchgeführt.