

Seminararbeit

Titel der Arbeit:

*„Neutronendiffraktionsexperimente mit verschiedenen Zuckern an der
Forschungsneutronenquelle Heinz Maier-Leibnitz (FRM II)“*

Verfasser/in: Philipp Baur

Kursleiter/in: Stefan Mahnke

Abgabetermin:

16. Januar 2012

Für Peter Marie Und Dich
Luvikoney

EIDESSTATTLICHE ERKLÄRUNG

Hiermit erkläre ich, diese Studienarbeit selbst verfasst und nur die angegebenen Quellen und Hilfsmittel verwendet zu haben. Wörtlich oder dem Sinn nach aus anderen Werken entnommene Stellen sind unter Angabe der Quellen kenntlich gemacht.

Garching, den

Philipp Baur

Inhalt

1. Einleitung	5
2. Grundlegendes zur Neutronenstreuung	6
2.1 Warum Neutronen?	6
2.2 Was sind Neutronen	7
2.3 Die Bragg-Gleichung	9
2.4 Kristallografie.....	10
3. Grundlegendes über Saccharose und Glucose.....	11
3.1 Glucose	11
3.2 Saccharose.....	12
4. Funktionsweise der Geräte	14
4.1 Grundinformationen zur Neutronenquelle	14
4.2 Der Reaktor	14
4.3 Funktionsweise von Mira als Beispiel für ein Instrument	15
4.4 Funktionsweise des Biodiffraktometers BioDiff als Beispiel für ein Instrument.....	18
4.5 Datengewinnung mit BioDiff	19
5. Ergebnisse und Diskussion	23
5.1 Vorbereitung und Messung.....	23
5.1.1 Saccharose Einkristall	23
5.1.2 Saccharose Pulver	25
5.1.3 Glucose Pulver	26
5.1.4 Glucose Einkristall.....	27
5.2 Nutzung der Messdaten der Saccharose zur Bestimmung der Gitterparameter.....	28
5.2.1 Ergebnisse der Berechnung der Gitterparameter.....	28
5.2.2 Auswertung der Ergebnisse der Gitterparameterbestimmung	30
5.3 Problem der Messung von Zuckern.....	31
5.4 Berechnungen anhand der Messbilder	32
5.5 Zusammenfassung/Fazit.....	33
6. Quellen.....	34
6.1 Literaturverzeichnis	34
6.2 Internetquellenverzeichnis.....	34
6.3 Bildquellenverzeichnis.....	34
7. Danksagung.....	36
8. Anhang.....	37

1. Einleitung

Im Jahr 1932 entdeckte der englische Physiker James Chadwick die Neutronen als eine unbekannte Strahlung, die von Beryllium abgegeben wird, wenn es mit Alpha-Teilchen beschossen wird. Daraufhin wurden erste kleine Neutronenquellen errichtet, in welchen die Neutronen, wie in Chadwicks Experiment aus Beryllium aber - kombiniert mit einem Alphastrahler- gewonnen wurden. E.O. Wollan startete im November 1945 das erste Experiment mit Neutronenstreuung, wofür er ein umgebautes, ursprünglich für Röntgenstrahlung gebautes Instrument nutzte. Nachdem er und sein Kollege Professor Shull 1950 ein wesentlich besseres Instrument gebaut hatten, begannen die ersten ernstzunehmenden Messungen mit Neutronen.¹

Neutronenstreuungsexperimente sind meist Grundlagenforschung, jedoch haben sie auch oft einen direkten wissenschaftlichen Nutzen, beispielsweise wenn sie zur Durchleuchtung von meist metallischen Dingen genutzt werden. Die Hälfte aller Masse wird durch Neutronen ausgemacht.

Zu den wichtigsten Stoffen in der Natur gehören Zucker wie Glucose oder Saccharose. Beide dienen der Speicherung von Energie. So können beispielsweise Pflanzen durch die Fotosynthese Energie aus Sonnenlicht in Form von Glucose speichern oder Mitochondrien den Zucker bei der Zellatmung in die von jedem Organismus benötigte Energie umwandeln. In isolierter und fester Form sind die beiden Zucker wichtige Nährstoffe und Lebensmittelzusatzstoffe und es ist von Interesse möglichst viel über diese Stoffe herauszufinden. Auch deshalb habe ich während meiner Forschungsarbeit insbesondere diese beiden Stoffe an einem Biodiffraktometer in der Neutronenquelle FRM II untersucht und die Diffraktionsbilder des Pulvers beziehungsweise des Einkristalls erzeugt, untersucht und verglichen. Mein Ziel ist es genaue atomare Parameter herauszufinden, zu vergleichen und wenn möglich die visuellen Messergebnisse miteinander in Verbindung zu bringen.

¹ M. K. Wilkinson : Early history of neutron scattering at oak ridge

2. Grundlegendes zur Neutronenstreuung

2.1 Warum Neutronen?

Will man in der Wissenschaft mehr über den Aufbau von Strukturen wissen, ist es normalerweise der erste Ansatz, es mithilfe eines Mikroskops zu versuchen. Beim Erkennen von Strukturen mit Abständen von 10^{-3} bis 10^{-6} Metern, also größeren Strukturen wie Zellstrukturen, Bakterien, Viren oder bestimmten Polymeren ist das auch noch gut möglich, jedoch stößt man bei kleineren Abständen, wie dem zwischen zwei Atomen, die im Bereich von einem Ångström (10^{-10} m) liegen, mit einem normalen optischen Mikroskop an die Grenzen. Mikroskopierte man mit optisch sichtbarem Licht, ist man also an zahlreiche Beschränkungen gebunden, da man keine Details erkennen kann, die feiner sind als die Wellenlänge des Lichtes mit dem man arbeitet (Auflösungsbeschränkung). Wenn man durch etwas „hindurchsehen will“, ist das auch nur mit den wenigen Dingen möglich, die von Natur aus lichttransparent sind (Quelle II).

Röntgenstrahlen haben eine wesentlich kleinere Wellenlänge von 10^{-8} bis 10^{-12} Metern. Somit ist es grundsätzlich möglich damit feinere Strukturen, wie Atomgitter zu betrachten. Jedoch werden Röntgenstrahlen an den Elektronen der Atome gestreut. Somit kann man zwar die schwereren Elemente, wie Metallatome und ähnliche gut betrachten, jedoch bei leichten Atomen wie Wasserstoff oder Sauerstoff, werden die Röntgenstrahlen kaum dargestellt, da sie sehr schlecht streuen (daher rührt die gute Sichtbarkeit von Knochen auf Röntgenbildern).

Versucht man Atome mit Elektronen oder gar mit Protonen zu betrachten, hat man noch ein weiteres, schwerwiegenderes Problem, diese geladenen Teilchen werden schon sehr leicht durch elektromagnetische Interaktion abgelenkt und können somit nicht weit in die Probe eindringen. Zwar kann man die äußere Struktur einer Probe so gut erkennen (wie beim Rasterelektronenmikroskop), jedoch geht es über die Oberfläche nicht oder kaum hinaus.

Neutronen hingegen sind ungeladen und sind somit gut geeignet, um in eine Probe einzudringen, da sie nicht mit ihr elektromagnetisch wechselwirken. Überhaupt werden die

Neutronen lediglich an den Atomkernen gestreut, und da diese um ein Vielfaches weiter auseinander liegen als die Atome selbst (bzw. die Atomhüllen), wird nur ein Bruchteil der Neutronen gestreut. Dadurch können Neutronen sehr weit in eine Probe eindringen, und da es für sie keinen großen Unterschied macht, ob die Atome in der Probe leicht oder schwer sind, sind Neutronen nicht an eine bestimmte Art der Probe gebunden, wie dies bei der Röntgenstrahlung der Fall ist.

Zusammenfassend ergeben sich aufgrund der Teilcheneigenschaften, einige Vorteile aus der Bestrahlung mit Neutronen. Mit dieser Methode ist man in der Lage herauszufinden:

- wo Atome in einem Stoff sitzen,
- wie diese Atome sich bewegen
- woher ihr Magnetismus kommt

Außerdem dringen sie tief in Stoffe ein, wodurch sie Auskunft über die genaue Struktur im Inneren von großen Bauteilen wie beispielsweise Motoren geben können. (Quelle II)

2.2 Was sind Neutronen

Neutronen gehören mit den Protonen und Elektronen zu den drei bekanntesten und den am besten erforschten Elementarteilchen, die es gibt. Alle Atome, abgesehen von Wasserstoff, bestehen aus diesen drei Teilchen und während Protonen positiv und Elektronen negativ geladen sind, sind Neutronen neutral, woher auch der Name Neutron kommt. Die Ladungen von Protonen und Neutronen kommen daher, dass sie, wie fast alle Hadronen aus sogenannten *Quarks* zusammengesetzt sind. Es gibt zwei Arten von Quarks: Up-Quarks und Down-Quarks. Up-Quarks haben eine Ladung von $+2/3 e$, Down-Quarks von $-1/3 e$ und da Protonen aus zwei Up-Quarks und einem Down-Quark bestehen, sind sie genau $+1 e$ geladen und Neutronen mit einem Up-Quark und zwei Down-Quarks sind mit $0 e$ genau neutral geladen.

Sie haben eine Masse von $1.674\ 927\ 351 \times 10^{-27}$ kg und eine Ruheenergie von 939,6 MeV, während ein Proton nur $1.672\ 621\ 777 \times 10^{-27}$ kg wiegt und eine um 1,3 MeV kleinere

Ruheenergie von 938.3 MeV hat². Der Durchmesser eines Neutrons liegt bei $1,7 \cdot 10^{-15}$ m. Die mittlere Lebenszeit eines freien Neutrons liegt bei 881.5 ± 1.5 Sekunden.³

Freie Neutronen können nach ihrer Wellenlänge und den damit verbundenen Eigenschaften Temperatur, kinetische Energie und Geschwindigkeit unterschieden und klassifiziert werden:

Typ	Temperatur	kinetische Energie	Wellenlänge	Geschwindigkeit
ultrakalte Neutronen	< 1,5 K	< 0,2 meV	> 2000 Å	< 195 m/s
kalte Neutronen	< 15 K	< 2 meV	> 640 Å	< 620 m/s
Neutron unter Normbedingungen	273,16 K	35,31 meV	152 Å	2,60 km/s
thermische Neutronen	< 770 K	< 100 meV	> 90 Å	< 4,4 km/s
epithermische Neutronen	< 7700 K	< 1 eV	> 28 Å	< 13,8 km/s
mittelschnelle Neutronen	3900 K... 77×10^6 K	0,5 eV...10 MeV	40...0,28 Å	9,8 km/s-1380 km/s
schnelle Neutronen	77×10^6 K... 155×10^9 K	10 MeV...20 MeV	0,28...0,0064 Å	1380 km/s - 61000 km/s
relativistische Neutronen	> 155×10^9 K	> 20 MeV	< 0,0064 Å	> 61000 km/s

Abb. 1: Die Zusammenstellung zeigt die Eigenschaften der verschiedenen Klassen von freien Neutronen

Freie Neutronen werden bei Kernreaktionen erzeugt. Ein Beispiel für die Erzeugung von Neutronen sind die Vorgänge in Forschungsreaktoren wie der Forschungsneutronenquelle FRM II in Garching, wo sie durch Kernspaltung gewonnen werden. Ein bereits freies und langsames Neutron trifft auf das zur Gewinnung von Neutronen gedachte Uran 235, welches wiederum in Isotope von Elementen kleinerer Ordnungszahlen wie beispielsweise Krypton 94 und Barium 139 (dies ist die häufigste Variante) sowie 3 schnelle Neutronen zerfällt, wie in Abbildung 2 dargestellt.

² http://physics.nist.gov/cgi-bin/cuu/Value?mnc2mev|search_for=neutron

³ K. Nakamura et al. (Particle Data Group)

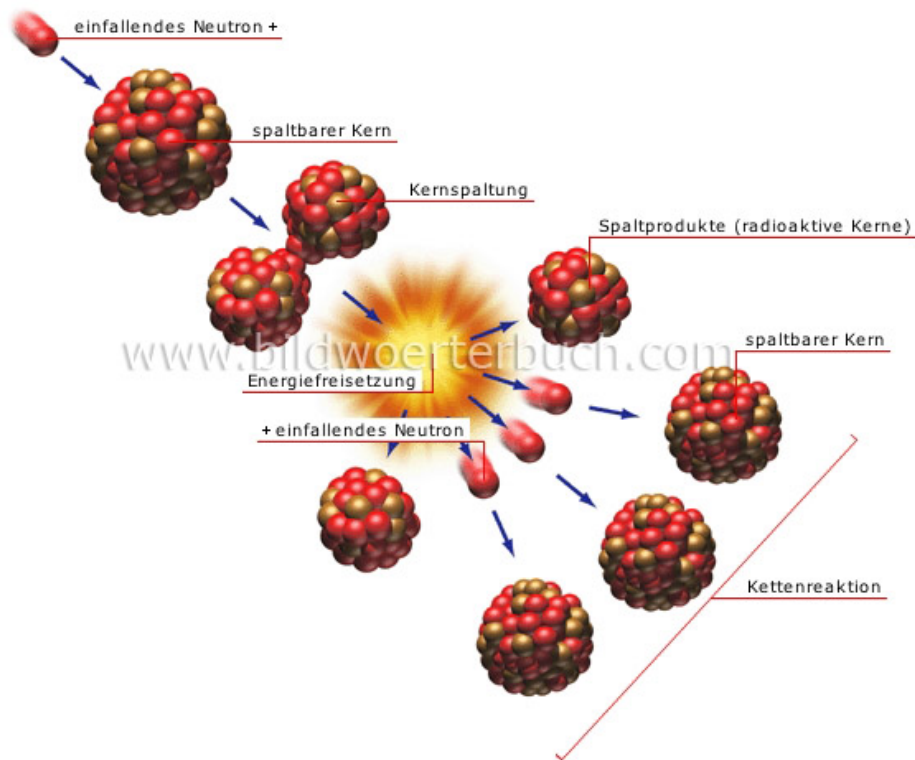


Abb. 2: Eine Skizze zur Kettenreaktion, die in Kernreaktionen stattfindet

2.3 Die Bragg-Gleichung

Die *Bragg*-Gleichung ist eine der wichtigsten Gleichungen in der Kristallografie. Sie wurde 1912 von William Lawrence Bragg aufgestellt und dient dazu, die Beobachtungen beim Bestrahlen von Atomen mit Neutronen oder Röntgenstrahlung zu erklären. Die *Bragg*-Gleichung lautet:

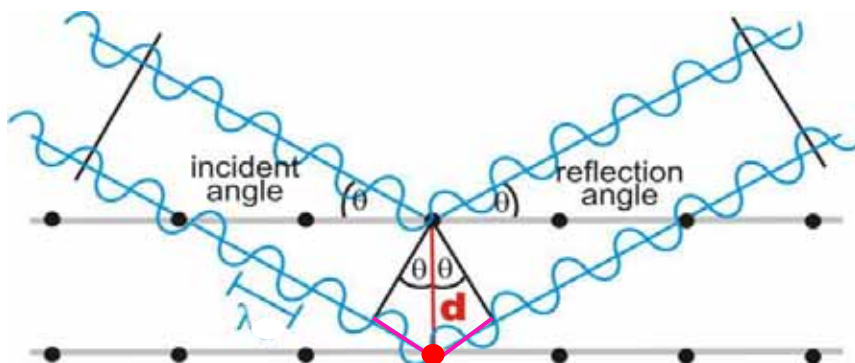
$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin \theta$$


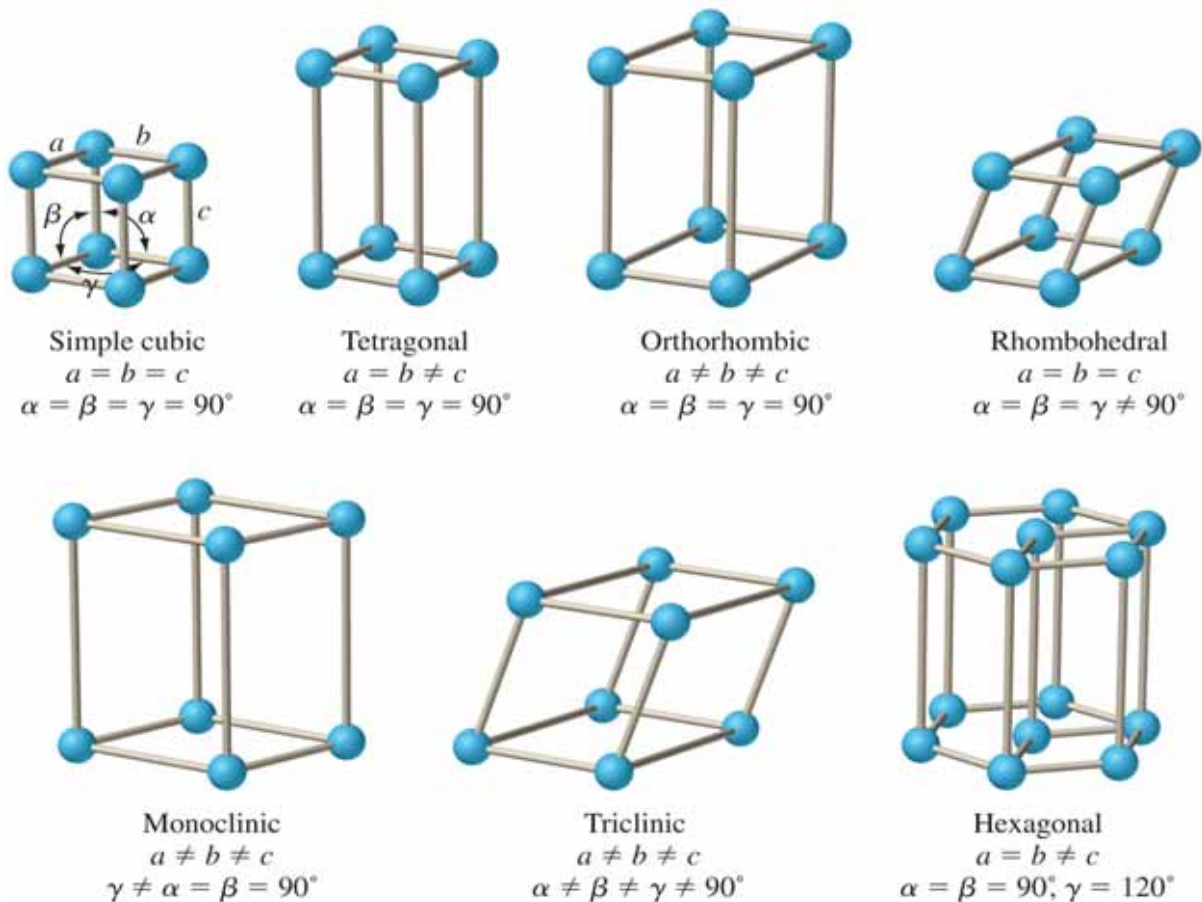
Abb. 3: Eine Veranschaulichung von Bragg's Law

In *Abb. 3* ergibt der Sinus des Winkels θ multipliziert mit dem Gitterabstand d jeweils die pink markierten Linien. Positive Interferenz (also ein Bragg-Peak) entsteht nun, nur wenn

zweimal dieser Weglängenunterschied einem ganzzahlig Vielfachen n der Wellenlänge λ des Neutrons entspricht.

2.4 Kristallografie

In diesem Kapitel wird im Wesentlichen auf die Bedeutungen der Strukturbezeichnungen in Kapitel 5.2 eingegangen. Alle natürlichen Kristalle lassen sich 7 Kristallsystemen zuordnen, (vergl. Abb. 4)⁴ von denen einige wiederum differenzierbare Unterarten haben (*primitive*, *C-centered*, *I-centered* und *F-centered*). Dadurch ergeben sich 14 sogenannte *Bravais-Gitter*. Diese *Bravais-Gitter*, zusammen mit den n Atomen der Einheitszelle (n kann im einfachsten Fall 1 sein), beschreiben dann die Struktur des Kristalls eindeutig. *Primitive* im ersten Teil des Namens der meisten Gitter bedeutet, dass lediglich die formbestimmenden Einheiten an den



Ecken vorhanden sind. Zum Beispiel sind bei NaCl jeweils ein Natrium- und ein Chlor-Atom um einen halben Gittervektor verschoben in einer simplen kubischen Struktur. Dies ist die vom Volumen her kleinste Form für diese Gitterstruktur. Bei den *F-* und *C-centered lattices* sitzen

⁴ chemistry.umeche.maine.edu/

zusätzliche Einheiten auf den Seitenflächen (*face centered lattices* → *C=1 face centered lattices*, *F=3 face centered lattices*). Bei den *I-centered lattice* handelt es sich um Gitter mit weiteren Einheiten im Inneren der Struktur (*body centered lattices*).

3. Grundlegendes über Saccharose und Glucose

Beide Zucker, Saccharose und Glucose, sind für die Menschheit wichtig als Lieferanten chemischer Energie. Sie werden in bestimmten Organellen der Körperzellen, in den Mitochondrien, unter Verbrauch von Sauerstoff abgebaut und in der Atmungskette zur Umwandlung von ADP (*Adenosindiphosphat*) zu ATP (*Adenosinriphosphat*) genutzt.

3.1 Glucose

Glucose (D-(+)-Glucose) ist einer der häufigsten und wichtigsten in der Natur vorkommenden Zucker (beispielsweise als Photosynthese-Endprodukt). Er ist allgemein auch unter dem Namen Traubenzucker bekannt. Der Name Glucose selbst kommt aus dem Griechischen, wo er *süß* bedeutet. Die Glucose ist ein Monosaccharid mit der Formel $C_6H_{12}O_6$.

D-(+)-Glucose ist nicht nur das Endprodukt des Calvin-Zyklus der Photosynthese, sie ist auch der Ausgangsstoff der Zellatmung, also wichtig für die Energieversorgung jeder Zelle jedes Mehrzellers. Sie kann entweder als Kette oder als Ring vorkommen, wobei sie normalerweise als Ring vorliegt, und in wässriger Lösung auch zu einem geringen Teil offen vorliegt.

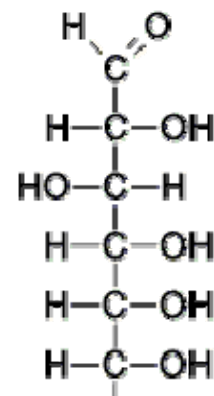


Abb. 5.1: Die offene Form der α -D-Glucose

Glucose kommt sehr häufig in verschiedensten natürlichen Mehrfachzuckern vor, wie pflanzlicher Stärke $(C_6H_{10}O_5)_n$, sie wird als Reservestoff und Kohlenhydratspeicher genutzt. Tierisches Glykogen $(C_6H_{12}O_6)_n$ ist ein schnell wieder umwandelbarer Kurzzeitspeicher für Glucose. Cellulose $(C_{12}H_{22}O_{11})_n$, wo sie ebenfalls vorkommt, ist der Hauptbestandteil der Zellwände der Pflanzen und somit der Hauptbaustoff aller pflanzlicher Biomasse. Ein Cellulose Molekül besteht aus mehreren hundert bis zehntausend β -D-Glucose Molekülen.

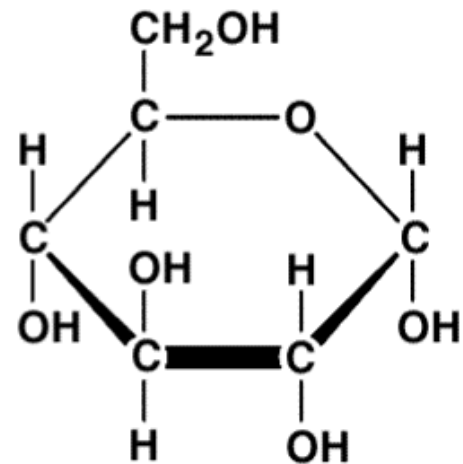


Abb. 5.2: Die Ring-Form der α -D-Glucose

Auch zahlreiche Zweifachzucker (oder *Disaccharide*) bestehen aus mindestens einer Glukose. Dazu gehören unter anderem der Milchzucker Laktose und der bekannteste Zucker Saccharose, der allgemein als *Zucker* oder *Kristallzucker* bekannt ist.

3.2 Saccharose

Die Saccharose ist der den meisten Menschen geläufigste Zucker, da dieser mit dem verallgemeinernden Wort *Zucker* und nach seiner Hauptquelle Rohrzucker bezeichnet wird (ähnlich wie der Sammelbegriff *Alkohol*, der im Volksmund mit dem bekanntesten Alkohol *Ethanol* gleichgesetzt wird). Er ist ein Zweifachzucker mit der Summenformel $C_{12}H_{22}O_{11}$, der zusammengesetzt ist aus der α -D-Glucose und der β -D-Fructose. Lange Zeit hatten die Menschen jedoch nur sehr wenig Saccharose in ihrem Nahrungsangebot. Lediglich der seit mehreren tausend Jahren bekannte Honig enthielt das heute jedem bekannte Süßungsmittel, welches als solches erst vor 200 Jahren entdeckt wurde.

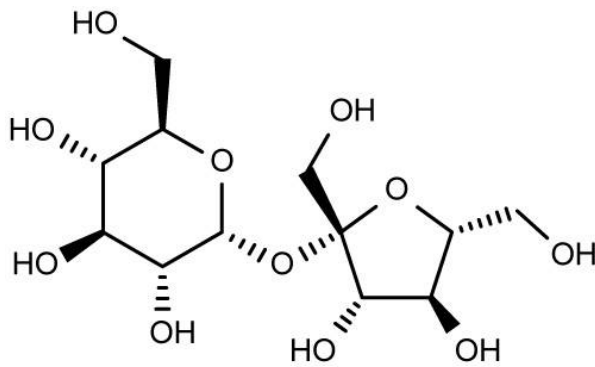


Abb. 6: Die Struktur von einem Saccharose-Molekül



Abb. 7: Eine Nahaufnahme von kristalliner Saccharose

Zahlreiche Pflanzen produzieren Saccharose, zum Beispiel im Nektar, um Tiere wie Bienen anzulocken und diese als Bestäuber zu nutzen. Für die industrielle Nutzung wird der Zucker oft aus Zuckerrüben oder Zuckerrohr raffiniert. Dieser Raffinadezucker ist heute in vielerlei Backwerk, Getränken oder anderen Nahrungsmitteln zu finden (wobei er dort aber mehr und mehr durch Zuckerersatzstoffe ersetzt wird).

Seit 200 Jahren, als die Menschen angefangen haben den Zucker in großen Mengen zu nutzen, nicht zuletzt weil er in Massen aus Zuckerrohr produziert und raffiniert werden konnte, haben sich für die Menschheit zahlreiche Vor- und Nachteile ergeben. Zu den Vorteilen gehörtes unter anderem einen Stoff zu haben, der sich gut lagern, in Wasser lösen und vom Körper leicht in Energie verwandeln lässt. Da die Menschen, vor der Nutzung von großen Mengen Saccharose, diese nur aus Honig kannten, waren sie an diesen Stoff nicht gewöhnt. So können Menschen die über einen längeren Zeitraum zu viel Saccharose zu sich nehmen, an der Zuckerkrankheit Diabetes mellitus erkranken. Dies kann auch aus anderen Gründen, wie genetischer Veranlagung oder Alter eintreten. Auch Zahnerkrankungen treten vermehrt auf. Weil Saccharose aus der Ernährung nicht wegzudenken ist, sie jedoch auch zu Krankheiten führen kann, ist dies ein wichtiger Grund möglichst viel über sie herauszufinden.

4. Funktionsweise der Geräte

4.1 Grundinformationen zur Neutronenquelle

Die Forschungs-Neutronenquelle Heinz Maier-Leibnitz auch bekannt als Forschungsreaktor München 2 (FRM II) hat eine Nennleistung von 20MW und ist somit der leistungsfähigste deutsche Forschungsreaktor. Nachdem am 29. April 1996 die erste Teilbaugenehmigung erteilt wurde, begannen die Bauarbeiten für den Reaktor am 1. August noch im selben Jahr. Trotz einiger Bedenken durch Anwohner wurde er am 2. März 2004 in Betrieb genommen. Erbaut wurde er von der Siemens AG.

Die Forschungs-Neutronenquelle FRM II ist eine zentrale wissenschaftliche Einrichtung der TU München. An ihr werden heiße und kalte Neutronen gewonnen, um in verschiedenen Naturwissenschaften als Sonden zu dienen. Eine weitere Anwendung ist die Tumorbestrahlung. Am FRM II wird die Direktbestrahlung oberflächennaher Tumore praktiziert und die Reaktorneutronen in Garching weisen aufgrund ihres Energiespektrums die weltweit höchste relative biologische Wirksamkeit aller derzeit zur Krebsbehandlung eingesetzten Neutronenstrahlen auf.⁵

4.2 Der Reaktor



Abb. 8: Das Brennelement im Inneren des Reaktors

Die Neutronen in der Neutronenquelle entstehen bei der in Abschnitt 2.2 genannten Reaktion. Dies geschieht im Herzen der Neutronenquelle, dem Reaktor. Dieser besteht aus einem vom Volumen her kleinen, durch normales Leichtwasser H_2O gekühlten Reaktorkern, der im Zentrum eines mit Schwerwasser D_2O gefüllten Moderator tanks angeordnet ist. Das Wasser dient in FRM2 sowohl als Moderator als auch als Kühlmittel.

⁵ Siehe Internetquelle 1, frm2.tum.de

In der Mitte befindet sich ein zylindrisches Brennelement. Es besteht aus einer inneren Wand, welche direkt um das Uran verläuft und der äußeren Wand. Zwischen den beiden sind 113 identische Brennstoffplatten eingeschweißt. Diese sind 1,36mm dick und evolventenförmig gekrümmt, so dass die Abstände zwischen ihnen überall gleich groß sind. Zwischen diesen fließt das Kühlwasser, welches die erzeugte Wärme abführt.⁵

Neben Wärme entstehen bei der Kernspaltung die gesuchten sehr schnellen Spaltneutronen. Diese lösen nachdem sie durch Stöße mit dem schweren Wasser abgebremst (moderiert) werden, eine Kettenreaktion aus, bei der konstant in jedem Zyklus 3-4 neue Spaltneutronen gewonnen werden. Die überschüssigen Neutronen diffundieren aus dem Kern in die Strahlrohre, welche zu den Experimenten in der Experimentierhalle (für Experimente mit heißen Neutronen) oder der Neutronenleiterhalle (für Experimente mit kalten Neutronen) führen.

4.3 Funktionsweise von Mira als Beispiel für ein Instrument

Mira, das Instrument an dem ich im Zeitraum meiner Seminararbeit gearbeitet habe, ist ein Mehrzweckinstrument. Es besteht aus zwei „Burgen“ in welchen die Monochromatoren sitzen: Mira1 und Mira2. Zu den an diesem Instrument möglichen Messoptionen gehören:

- SANS (Kleinwinkelneutronenstreuung)
- MIEZE (Messung des Echos des Spins der Neutronen in einem hochfrequenten elektromagnetischen Feld),
- Reflektometrie (Messung zur Bestimmung der Oberfläche und Struktur einer Probe)
- 3D-Polarimetrie (Aufklärung komplizierter magnetischer Strukturen)

Mira besteht im Wesentlichen aus der *Burg*, dem Probenstisch und einem Detektor, sowie einem Motor, der die verschiedenen, von Luftfüßen getragenen Komponenten bewegen kann. Die Neutronen kommen durch das Strahlrohr und treffen auf den Monochromator in der Burg. Dieser filtert, je nach dem Winkel in dem er zum Neutronenstrahl steht alle Wellenlängen (Geschwindigkeiten) von Neutronen bis auf eine heraus, welche durch diesen

Winkel festgelegt ist und reflektiert die eine gewünschte Wellenlänge aus der Burg heraus. Die Neutronen werden durch mehrere Blenden auf einen feinen Strahl konzentriert. Der Aufbau der restlichen Bauteile ist von der Messoption (s. oben) abhängig. Ein beispielhafter Aufbau wäre, dass der Neutronenstrahl anschließend auf die Probe trifft, welche daraufhin die Neutronen in verschiedene Richtungen streut. Der Detektor fährt dann außen um die Probe in einem stets gleichen Abstand und deckt nahezu 280° ab. An dem, an den Detektor angeschlossenen Computer, kann man dann ablesen, wie viele Neutronen unter welchem Winkel des Detektors um die Probe gemessen wurden. Somit kann man Rückschlüsse auf den Aufbau der Probe im Årmstroeng-Bereich ziehen.

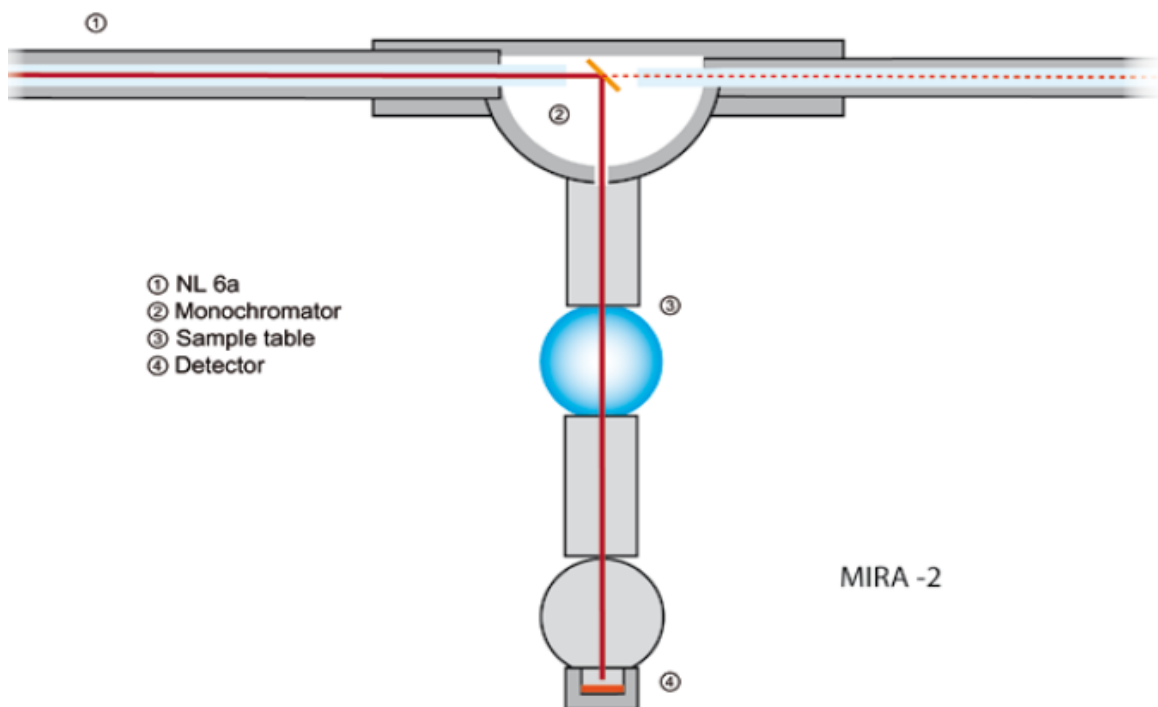
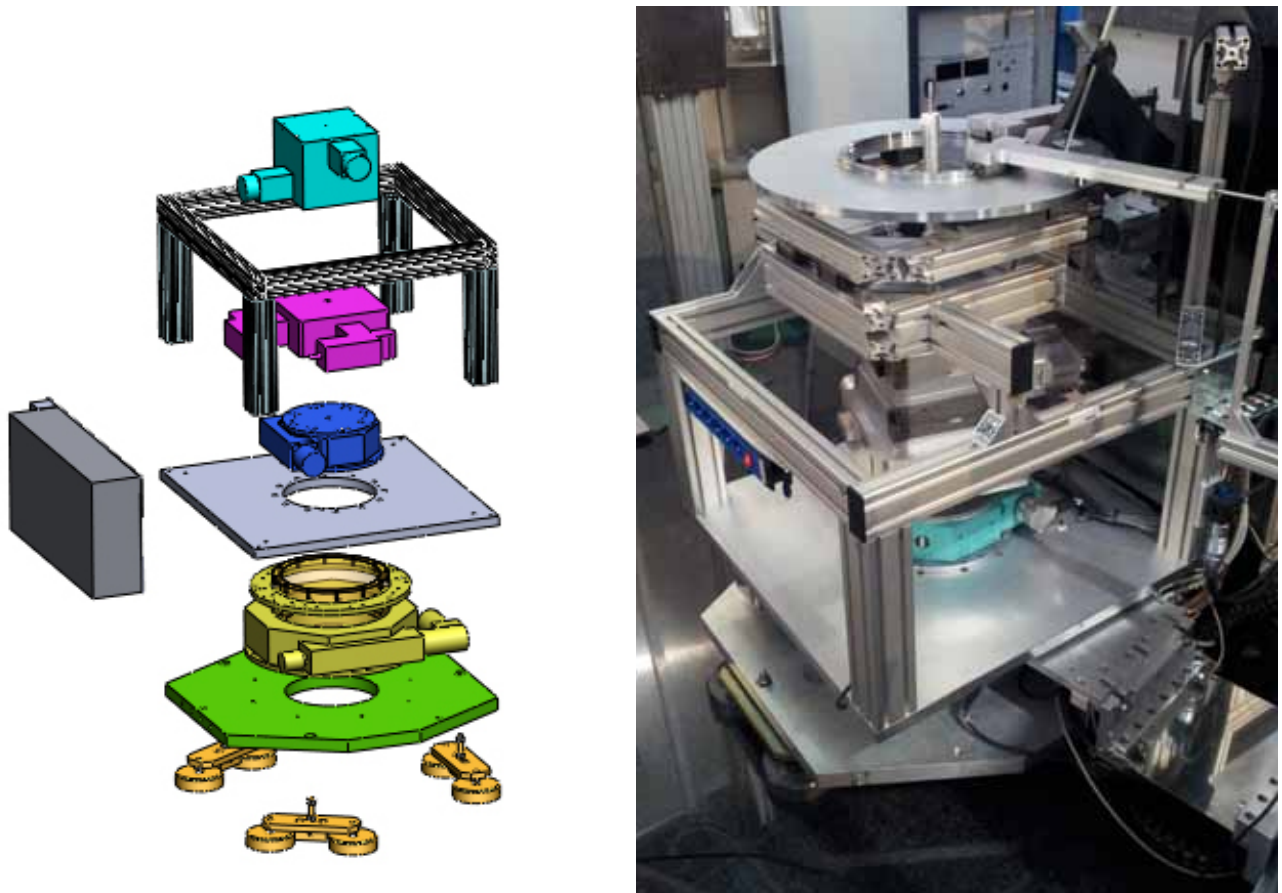


Abb. 9: Zeichnung einer der Funktionsweisen von Mira

Auf dem Bild von Mira 2 (Abb. 9) erkennt man einen der möglichen Aufbaumöglichkeiten des Experimentes Mira. Die dunkelrote Linie stellt den Weg des Neutronenstrahls dar. Im Bereich ② werden die Neutronen einer bestimmten Wellenlänge wie beschrieben durch den Monochromator aus der Burg reflektiert. Anschließend treffen sie in ③ auf die Probe, hier als blau gekennzeichnete runde Probestisch dargestellt. Nach der Probe kommt der Detektor

☐, der je nach Aufbau überprüft, wie sich der normale Strahlverlauf verändert hat.
(Informationen in Literaturquelle I)

Eine meiner Aufgaben im Verlauf der Forschungsarbeit war es, den Proben­tisch des Instrumentes MIRA mit dem CAD-Programm SolidWorks als 3-Dimensionales Modell nachzubauen:



Um dieses Modell

Abb. 10: Der Proben­tisch in möglichen Aufbauvarianten, links das während der Arbeit erstellte CAD-Modell, rechts in der Realität (in einem anderen Aufbau)

anzufertigen,

habe ich zunächst am originalen Bauteil Maß genommen und habe anschließend, nach den genauen Abständen und Winkeln in der Realität mit dem CAD-Programm SolidWorks Education Version 2011 ein komplettes CAD Modell erstellt. Dieses besteht im Wesentlichen aus den 12 wichtigsten Komponenten des Proben­­tisches, welche in der Regel aus 3-25 einzelnen Teilstücken zusammengesetzt sind. Miteinander verbunden sind alle Teile durch ca. 400 Beziehungen und Verknüpfungen.

4.4 Funktionsweise des Biodiffraktometers BioDiff als Beispiel für ein Instrument

Ein weiteres Instrument mit dem während der Forschungsarbeit gearbeitet wurde, war das Biodiffraktometer (BioDiff). Dieses ist sowohl das kleinste als auch das neueste aller Instrumente in der Neutronenleiterhalle. Es hat im Gegensatz zu MIRA nur eine Messoption, den Aufbau *Biodiffraktometer*, und ist das an diesen Messmodus am besten angepasste Instrument in der Neutronenleiterhalle. Es besteht im Wesentlichen aus einer Burg und einem Messturm mit den Maßen 80cm*80cm*150cm. Im oberen Bereich dieses Messturms ist eine runde Messtrommel (In Abb. 11, der schwarze Zylinder). Im inneren dieser Messtrommel sind 2 gebogene Detektorplatten, die Innen jeweils den halben Mantel abdecken. In die Mitte dieser

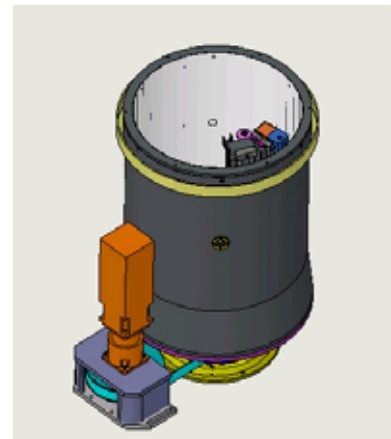


Abb. 11 : Die Messtrommel des BIODiff

Messtrommel kommt die am Deckel der Trommel befestigte Probe. Diese wird mit dem ebenfalls über einen Monochromator und mehrere Blenden gefilterten Neutronenstrahl bestrahlt. Je nachdem ob die Probe ein Einkristall oder ein Pulver ist, werden nun die Bragg-Reflexionen der Neutronen als Punkte (siehe Abb. XX) oder als Ringe (siehe Abb. XX) auf die Messtrommel reflektiert. Die reflektierten Neutronen heben die Atome der Detektorplatte auf ein höheres Energieniveau. Später fährt ein Laser über die Detektorplatte und bewirkt, dass die Atome in der Platte Photonen einer bestimmten, bestimmbarer Wellenlänge aussenden.

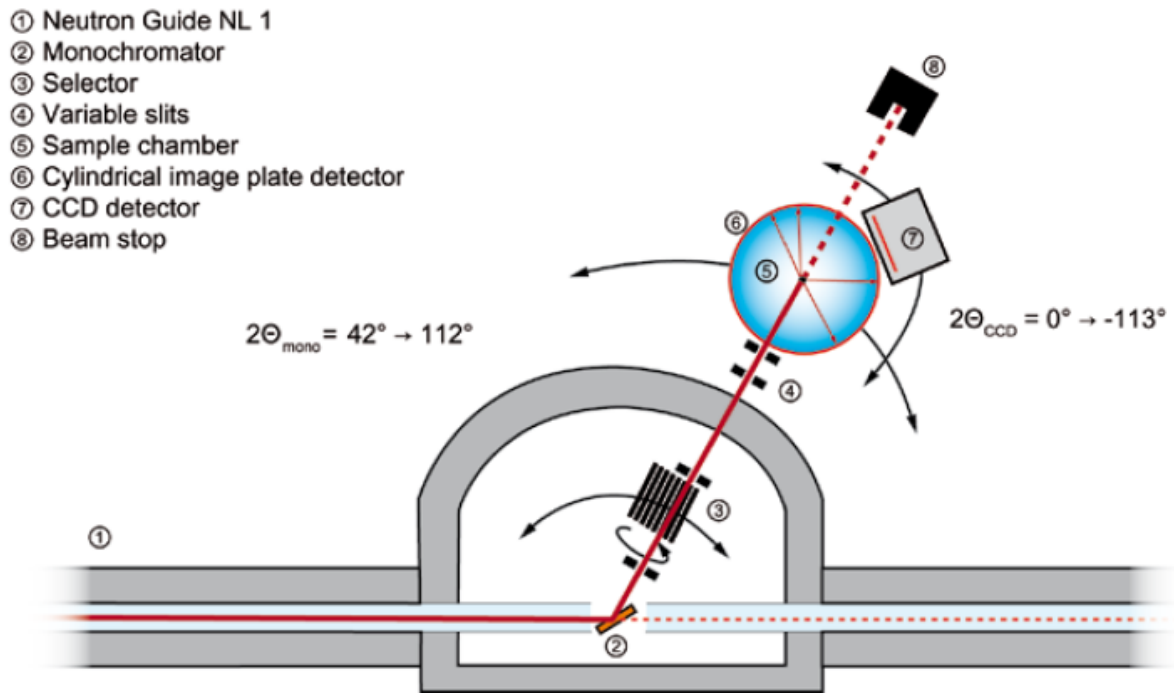


Abb. 12: Auf der Grafik ist die Funktionsweise des Biodiffraktometers skizziert.

Auf dem obigen Bild erkennt man die skizzierte Funktionsweise des Biodiffraktometers. Der dunkelrote Strahl kennzeichnet hier wieder die Neutronen. Diese Treffen auf den orange dargestellten Monochromator (2), wo alle Neutronen einer bestimmten Wellenlänge in Richtung der Probe reflektiert werden. Des Weiteren wird der Strahl durch den Selektor (3) gefiltert und trifft durch die variable Einfallsöffnung (4) auf die Probe (5). Wie oben beschrieben werden die Positionen der reflektierten Neutronen auf der Platte gespeichert (6) und von dem Laser/Detektor (7) ausgelesen. Die nicht reflektierten Neutronen werden von einem Strahlstopper (8) absorbiert.

4.5 Datengewinnung mit BioDiff

Die gefilterten Neutronen treffen im Biodiffraktometer wie unter 4.4 beschrieben auf die Probe, woraufhin Reflektionen, die *Bragg-Reflexe*, auf dem Schirm erkennbar werden. Aus diesen kann man die Variablen einer Einheitszelle bestimmen. Eine Einheitszelle ist die kleinste Einheit eines Kristalls, die sich komplett identisch im Kristall fortsetzt, also eine stets gleiche Gruppe von Atomen/Molekülen, deren Abstände zueinander stets exakt gleiche Vektoren hinsichtlich Länge und Richtung besitzen.

Wie das Bild zustande kommt, kann man sich mithilfe eines Modells vorstellen. Um die Probe befindet sich die gedachte *Ewaldkugel*, eine kugelförmige Fläche mit der Probe als Zentrum. Der Radius der *Ewaldkugel* ist proportional zur reziproken Wellenlänge. An der Stelle, an der der unabgelenkte Neutronenstrahl die Kugel verlässt, kann man sich ein Gitter vorstellen, dessen Aufbau von den genauen atomaren Konstanten der betrachteten Probe abhängen. Dieses Gitter ist gewissermaßen ein reziprokes Bild der Einheitszelle, je länger ein Abstand in der Realität, desto kürzer ist er im reziproken Raum. An der Stelle, an der die Ewaldkugel Punkte aus dem reziproken Gitter der Probe schneidet verläuft, ein Bragg-Reflex von der Probe durch diesen Punkt und

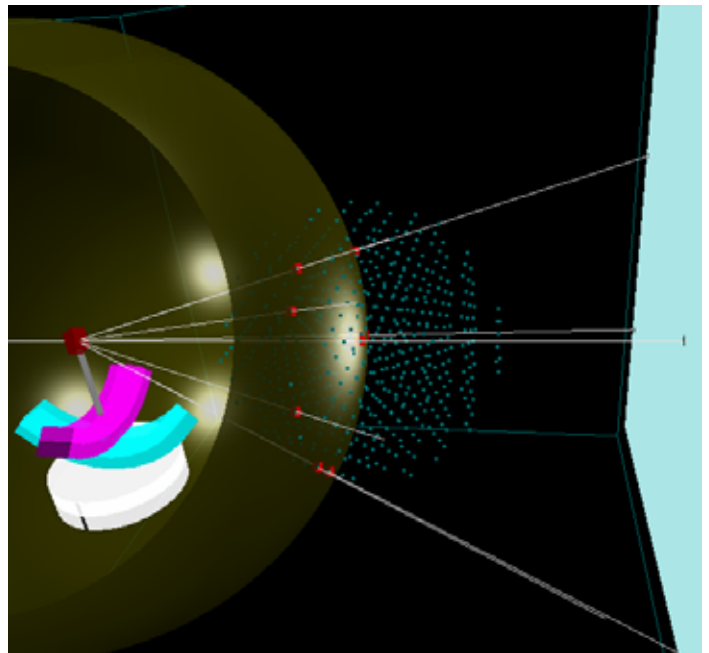
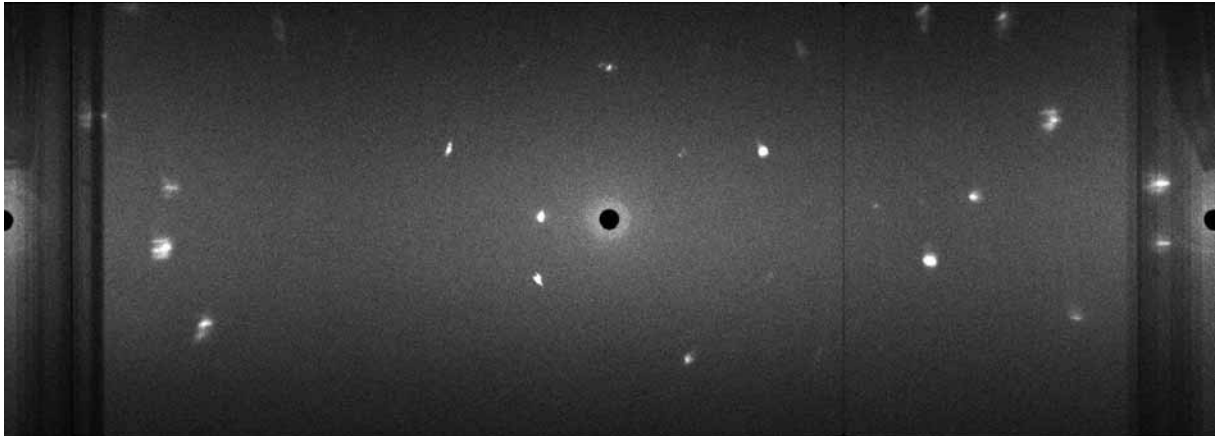


Abb. 13: Erklärung der Streuung mittels des Kugelmodells. Die Kugel mit der Probe als Zentrum ist gelb, das Reziproke Kugelgitter wird durch die blauen Punkte in der Mitte vom Bild dargestellt

trifft auf einen dahinter angebrachten Schirm. Somit ergeben sich für die Betrachtung eines Einkristalls einzelne Punkte oder bei Betrachtung eines Pulvers an einer jeweiligen Stelle Ringe (da die Punkte der einzelnen Einkristalle in nahezu jeder Ausrichtung vorhanden sind). In dem Bild des Einkristalls kann Denzo, ein spezielles Computerprogramm, wenn es einige der Konstanten wie die Wellenlänge gegeben hat, mittels der Bragg-Gleichung zurückrechnen, wie das zweidimensionale Bild auf dem Schirm im Dreidimensionalen aussehen würde, welche Kristallgittertypen sich in dieses dreidimensionale Bild reinlegen lassen würden und wie viel Abweichung vom Ideal dieser es gäbe.

Eine Messaufnahme des Biodiffraktometers sieht folgendermaßen aus:



*Abb. 14: Beispielaufnahme hier:
Saccharose*

Man kann sich das Bild vorstellen als eine abgerollte Aufnahme der Meßtrommel (bzw. der beiden Detektorplatten). An alle Stellen, an denen das Bild nicht schwarz ist, ist ein Neutron getroffen. Die deutlich erkennbaren weißen Punkte sind die an Gitteratomen gestreuten Neutronen, die gräuliche Färbung des gesamten Bildes ist die inkohärente Streuung von Neutronen an den Wasserstoffatomen der Saccharose. Um das Bildmaterial anschaulicher zu machen, wird es mit dem wissenschaftlichen Bildbearbeitungsprogramm „ImageJ“ (verwendete Version 1.44p) mit dessen Voreinstellung *Fire* eingefärbt:

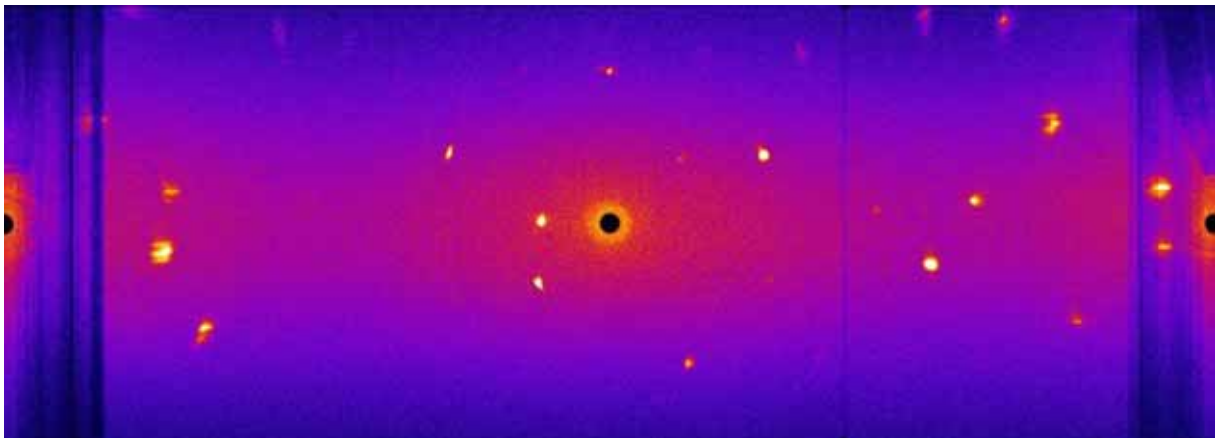


Abb. 15: Das Bild von Fig 14, eingefärbt.

Die ehemals weiß dargestellten Neutronen sind nun abhängig von der Anzahl der Neutronen auf dem Pixel (vom *Gray Value*) über Blau, Pink und Gelb dargestellt. Der Hauptvorteil dieser

Farbgebung ist die Möglichkeit, schnell die wichtigen Stellen erkennen zu können, da die wichtigen Punkte bei der gewählten Bestrahlungsdauer gelblich-weiß sind, Punkte mit hoher Störstreuung (von H-Atomen) pink und Punkte an denen sehr wenige oder gar keine Neutronen gemessen wurden sind blau bis schwarz.

5. Ergebnisse und Diskussion

5.1 Vorbereitung und Messung

Nachdem der 26. Messzyklus des Reaktors am 28. Oktober 2011 begonnen hatte, konnten die Messungen mit Neutronen beginnen. Zunächst mussten die Proben ausgewählt werden, in diesem Fall die bereits in Punkt 3 beschriebenen ausgewählten Substanzen Glucose und Saccharose. Da beide als Zucker organische Materialien sind, wurden sie am in Punkt 4 beschriebenen Biodiffraktometer gemessen. Diese mussten zunächst im Labor vorbereitet werden. Zunächst war geplant von Glucose und Saccharose jeweils eine Aufnahme als Einkristall und als Pulver zu machen. Die Pulverproben müssen ein reines, sehr fein gemahlenes Pulver sein, die Einkristalle, ein einzelner, reiner Kristall. Wie die jeweiligen Proben präpariert wurden wird in diesem Abschnitt erklärt.

5.1.1 Saccharose Einkristall

Für die Messungen am Biodiffraktometer wurden zwei verschiedene Einkristalle verwendet. Der erste war ein *Kandisstick* der Marke „Tea Friends“. Dies ist ein Holzstab, der in eine übersättigte Saccharoselösung getaucht wurde, sodass sich an ihm mehrere Einkristalle gebildet haben. Aus diesem wurde mit einem spitzen Skalpell ein einzelner Einkristall herausgebrochen. Dieser wurde dann mit Silikonkleber auf eine Stange aus Vanadium geklebt (Vanadium streut nur wenig und besitzt keine Bragg-Peaks). Diese Stange wurde in den Probenhalter des Biodiffraktometers gehalten und mit Neutronen bestrahlt.

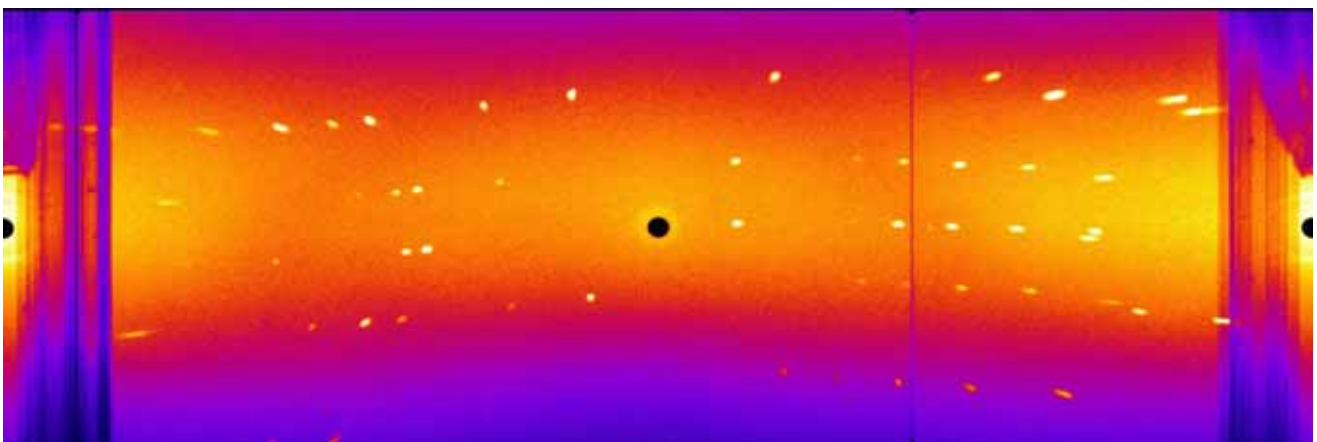
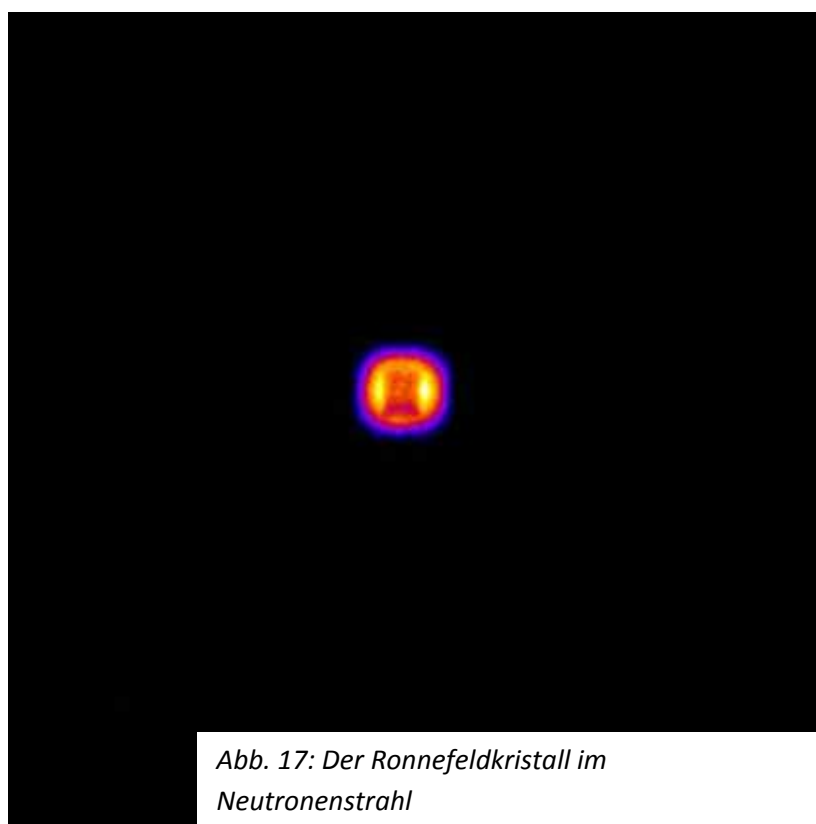


Abb. 16: Saccharose Einkristall-Kandisstick - 36°
Drehung Aufnahme November 2011

Die Aufnahme *Abb. 16* zeigt das Bild des Kristalls aus dem Kandisstick. Der Kristall wurde während der Messung gedreht, wodurch die hohe Anzahl der Punkte begründet ist.

Der zweite verwendete Einkristall war ein Kristallzuckerkristall aus einer Tüte Teezucker der Marke „Ronnefeld“. Dieser wurde direkt aus der Verpackung entnommen, gereinigt und auf einen sehr feinen Aluminiumstab geklebt. Anschließend wurde vor der Messung noch der Saccharosekristall manuell auf den Neutronenstrahl ausgerichtet, so dass der Kristall optimal im Strahl stand (dies war beim Ersten nicht nötig, da dieser so groß war, dass er den Strahl komplett ausfüllte).



Auf *Abbildung 17* ist eine CCD-Kamera-Aufnahme des Ronnefeld-Saccharosekristalls zu sehen. Anhand derartiger Bilder konnte man rückschließen, welche Befehle in den Computer eingegeben werden mussten, um den Kristall (die rötliche quaderförmige Fläche in Bildmitte), wie im Bild zu sehen, genau in der Mitte des Strahles (die gelbe, runde Fläche in Bildmitte) zu positionieren. Dies ist notwendig, um die bestmögliche Streuung zu erhalten.

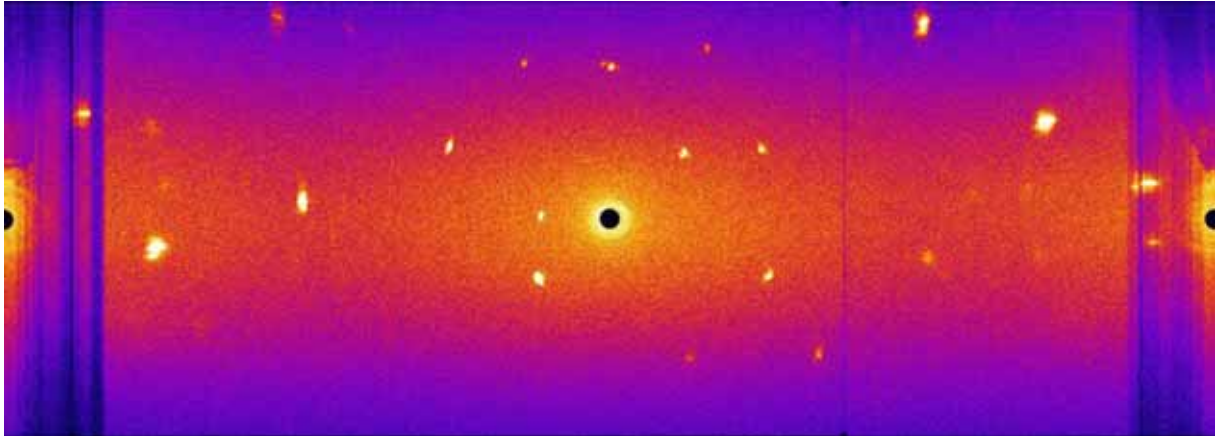


Abb. 18: Saccharose Einkristall-Ronnefeld-Aufnahme November 2011

In *Abb. 18* sieht man das Messbild des Ronnefeld-Saccharoseeinkristalls. Man erkennt schnell, dass viele der Punkte, nicht wie bei dem Einkristall aus dem Kandisstab, runde Formen haben, sondern teilweise inhomogen eckig oder schlecht zu sehen sind und auch teilweise größere Bereiche ausfüllen. Daran kann man erkennen, dass der Einkristall der Marke Ronnefeld im Inneren eher ein Mosaikkristall ist und keinen so klar definierten inneren Aufbau hat wie der erste Kristall aus dem Kandisstab der Marke „Tea Friends“.

5.1.2 Saccharose Pulver

Eine weitere Messung wurde mit einem Saccharose Pulver durchgeführt. Dazu wurden Ronnefeld Saccharosekristalle mit Mörser und Stößel zu einem feinen Pulver gemahlen. Dieses Pulver wurde in ein NMR-Röhrchen gefüllt, welches zuvor mit einem NMR-Röhrchenschneider auf eine Länge von 4-5cm gekürzt wurde. Dies ist notwendig, um eine optimale Ausrichtung auf den Neutronenstrahl zu haben. Anschließend wird das Röhrchen auf einem Probenhalter fixiert und dieser in das Biodiffraktometer eingeführt. Natürlich ist es mit manuell, mit Mörser und Stößel, gemahlener Saccharose nicht möglich so hochfeines Pulver erzeugen wie bei dem industriell gemahlenem Glucosepulver, weshalb man innerhalb der Ringe kleine Punkte erkennt, die heller sind als der Rest des Ringes. Diese Bragg-Reflexe kommen von winzigen Kristallen, die nicht so fein gemahlen sind wie der Rest des Pulvers.

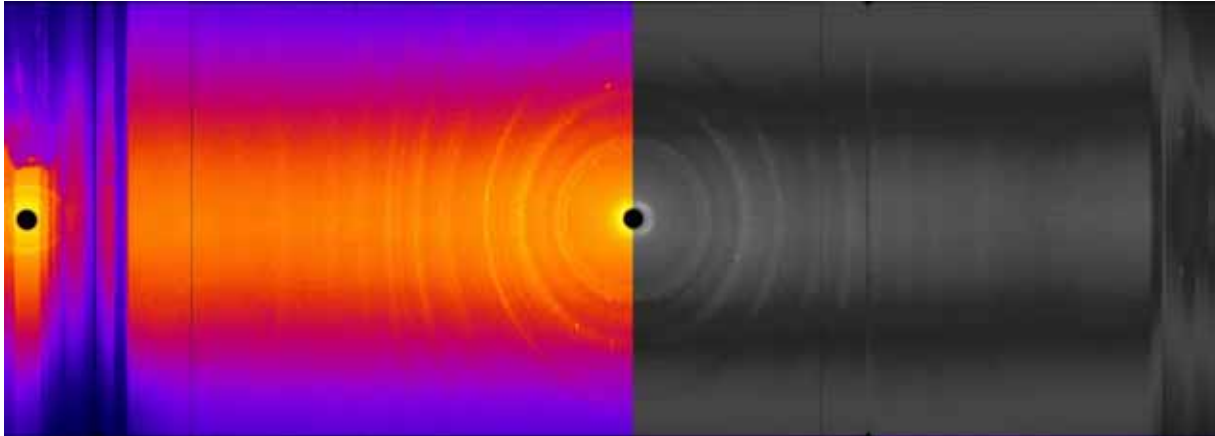


Abb. 19: Messung Saccharose-Pulver

Auf *Abb. 18* sieht man die Aufnahme des Saccharosepulvers im Strahl, wobei die rechte Seite original und die linke Seite nachträglich eingefärbt ist. Die senkrechten Linien am linken und rechten Rand des Bildes sind die in der Aufbaubeschreibung des Biodiffraktometers erwähnten Löschlampen. Da der Wasserstoff im Pulver sehr stark streut, sieht man die „durchleuchteten“ Lampen auf diesen Aufnahmen besonders klar (vgl. *Abb. 23*).

5.1.3 *Glucose Pulver*

Die Messungen mit Glucose wurden mit einem Glucose-Pulver mit Glucose aus der Chemikalienausgabe der Fakultät für Chemie in der TU München durchgeführt. Wie bereits bei der Saccharose wurde das Pulver in ein NMR-Röhrchen gefüllt und bestrahlt.

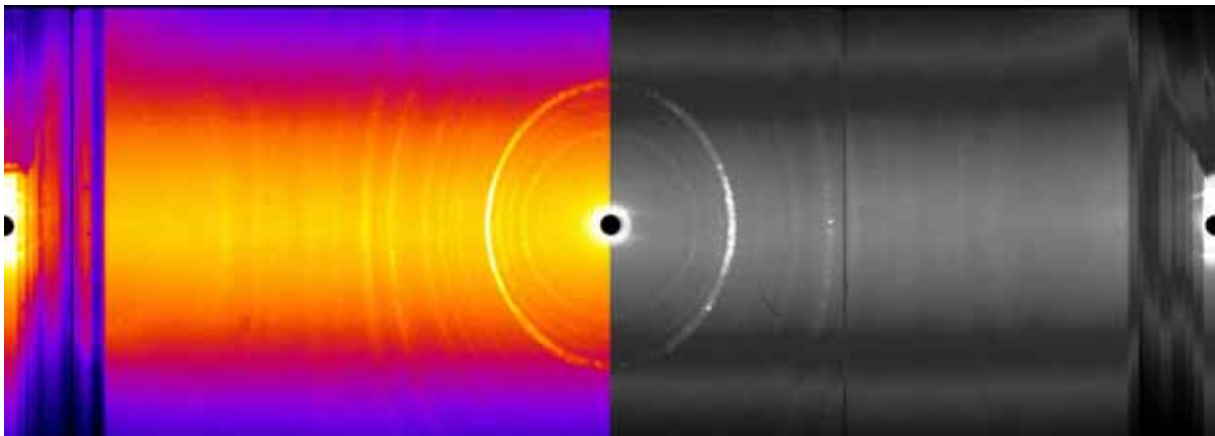


Abb. 20: Messung des Glucose Pulvers

Bereits durch das bloße betrachten der beiden Bilder, *Abb. 19* und *Abb. 20*, kann man einiges über die Proben aussagen. So erkennt man, dass bei der Saccharose in *Abb. 19* mehr und feinere Ringe sichtbar sind als bei der Glucose in *Abb. 20*, was daran liegt, dass das

Saccharose-Molekül schlichtweg größer ist als das der Glucose. Auch kann man erkennen, dass es bei Glucose einen Ring gibt, der wesentlich besser sichtbar ist als alle anderen. Dieser ist begründet durch die molekularen Eigenschaften der Glucose; an dieser Stelle wird besser gestreut als an den Restlichen

5.1.4 Glucose Einkristall

Wie bereits von Saccharose sollte auch von Glucose ein Einkristall gemessen werden. Dies war jedoch nicht möglich, da es nicht gelungen ist, einen solchen geeigneten Einkristall zu finden. Da weder in der Fakultät für Chemie, noch in einem Online-Versand ein Einkristall aus Glucose zu finden war, musste dieser selbst gezüchtet werden. Nach Rücksprache mit einem Spezialisten auf dem Gebiet der (Protein-)Einkristalle aus der Fakultät für Maschinenbau, M.Sc. Benjamin Smejkal, der mir geraten hatte die Kristalle in durch kontrolliertes Abkühlen einer übersättigten Lösung zu erhalten, wurde ein Thermostat „Huber Ministat 240-cc“ besorgt. Dies ist ein programmierbares Thermostat, welches mit Wasser gefüllt ist, dieses auf Temperaturen zwischen 10° und 75° C temperieren kann, und somit die im Wasserbad schwimmenden Gläser. So wurde zunächst in einem kleinen verschließbaren Gläschen ca. 200g Glucose in 30 ml Wasser gelöst, bei einer Temperatur von



Abb. 21: das verwendete Thermostat (bei dem Versuch als Badthermostat genutzt)

Es handelt sich um ein Huber Ministat 240-cc mit Komfort-eSoftware.

70°C. Das Glas wurde anschließend mit Paraffin versiegelt und dann im Thermostat mittels eines 72 Stunden dauernden Programms von 70° auf 13° C langsam abgekühlt.

Jedoch hatten sich, entgegen den Erwartungen keine Glucosekristalle gebildet. Bei einem parallel ablaufenden Zweitexperiment, bei welchem dieselbe übersättigte Glucoselösung in einem Uhrglas innerhalb von circa einer Woche verdunstet war, hatten sich kreisförmige, jedoch nicht reine, Glucose Polykristalle gebildet. Da diese jedoch als Polykristalle nicht zu Diffraktionsexperimenten nutzbar sind, war die versuchte Herstellung eines Glucoseeinkristalls nicht erfolgreich.

5.2 Nutzung der Messdaten der Saccharose zur Bestimmung der Gitterparameter

5.2.1 Ergebnisse der Berechnung der Gitterparameter

Einer der Hauptzwecke des Biodiffraktometers ist die Aufklärung der Gitterparameter der Probe. Dafür wurden zunächst die Graustufenwerte mehrerer Messaufnahmen der Saccharose auf ein Bild zusammenaddiert.

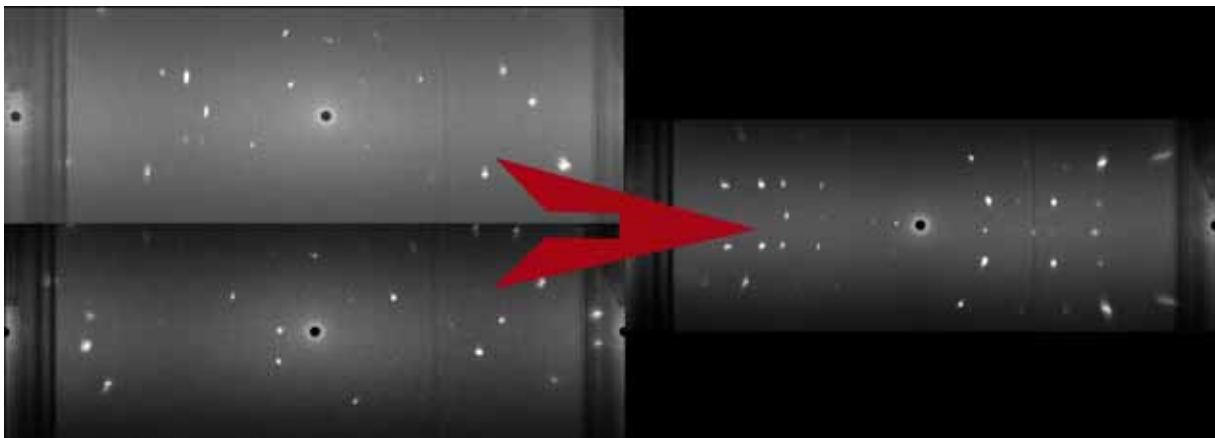


Abb. 22: links: einzelne Aufnahmen(vorher); rechts: Das Ergebnis der Addition der besten Ergebnisse verschiedener Bilder

Auf der obigen *Abb. 22* erkennt man links zwei der circa acht Messbilder der Saccharose, deren beste Braggreflexe auf eine Aufnahme addiert wurden (rechts). Dieses fertige Bild

wurde anschließend in das Programm Denzo importiert, welches virtuell verschiedene mögliche Gittermodelle in die Braggreflexe als dreidimensionales Modell hineinlegt.

Die wichtigsten Ergebnisse der Gitterberechnung (die in der Spalte *Best cell* sind die ersten

Lattice	Metric tensor distortion index	Best cell (symmetrized)					
		Best cell (without symmetry restrains)					
primitive cubic	9.87%	10.95 9.19	8.79 9.19	7.83 9.19	89.14 90.00	76.86 90.00	88.43 90.00
I centred cubic	19.62%	13.86 12.55	11.86 12.55	11.93 12.55	106.51 90.00	126.75 90.00	70.00 90.00
primitive rhombohedral	9.17%	10.95 9.19 12.89	8.79 9.19 12.89	7.83 9.19 17.46	89.14 84.81 90.00	76.86 84.81 90.00	88.43 84.81 120.00
primitive hexagonal	11.50%	11.93 9.88	7.83 9.88	8.79 8.79	90.86 90.00	90.88 90.00	116.59 120.00
primitive tetragonal	6.33%	7.83 8.31	8.79 8.31	10.95 10.95	88.43 90.00	103.14 90.00	90.86 90.00
I centred tetragonal	9.88%	8.79 8.31	7.83 8.31	23.07 23.07	97.43 90.00	111.11 90.00	89.14 90.00
primitive orthorhombic	5.54%	7.83 7.83	8.79 8.79	10.95 10.95	88.43 90.00	103.14 90.00	90.86 90.00
C centred orthorhombic	3.23%	7.83 7.83	21.53 21.53	8.79 8.79	88.72 90.00	89.14 90.00	97.61 90.00
I centred orthorhombic	9.70%	7.83 7.83	8.79 8.79	23.07 23.07	111.11 90.00	82.57 90.00	90.86 90.00
F centred orthorhombic	9.91%	11.69 11.69	11.86 11.86	23.07 23.07	110.63 90.00	100.63 90.00	83.37 90.00
primitive monoclinic	0.68%	7.83 7.83	8.79 8.79	10.95 10.95	88.43 90.00	103.14 103.14	90.86 90.00
C centred monoclinic	3.18%	21.53 21.53	7.83 7.83	8.79 8.79	89.14 90.00	91.28 91.28	82.39 90.00
primitive triclinic	0.00%	7.83	8.79	10.95	88.43	76.86	89.14

drei Werte in Å, die nächsten in Grad) waren:

Die Tabelle zeigt in der linken Spalte die für einen bestrahlten Einkristall möglichen Gitterkonstellationen (englisch: lattice). In der rechten Spalte sind für jede mögliche

Gitterstruktur einer oder mehrere mögliche Werte angegeben, die auf die Messung passen würden, wobei bei den Gitterstrukturen, bei denen mehr als ein Ergebnis angegeben sind, (bis auf primitiv rhombohedral) der erste Wert berechnet wurde mit und der zweite ohne Symmetrieeigenschaften (Best cell (symmetrized/without symmetry restrains)). Die zweite Spalte gibt die prozentuale Abweichung des in das Bild gelegten Gitters vom Idealgitter an.

5.2.2 Auswertung der Ergebnisse der Gitterparameterbestimmung

Aus der Tabelle kann man ablesen, dass die Gitterstruktur mit der geringsten Abweichung *primitive triclinic* ist. Diese ist jedoch nicht die wahrscheinlichste Struktur für das Saccharosegitter. Bei allen Messungen beträgt die Abweichung von einem perfekten *primitive tricline* Gitter 0,00%, da in einem primitiven triklinen Gitter alle Gitterkonstanten frei wählbar und nicht voneinander abhängig sind. Somit passen sie immer auf jedes Streubild. Der Wert mit der nächstniedrigsten Abweichung ist der, der rot markierten *primitive monoclinic* Struktur. Für diese würden sich die Raumvektoren $a=10.95$, $b=8.79$ und $c=7.83$ unter den Winkeln $\alpha=90.00$, $\beta=103.14$ und $\lambda=90.00$ ergeben. A , b und c sind die Ortsvektoren, also die Längen in die drei Raumrichtungen, die zueinander zwei 90° Winkel und einen nicht- 90° Winkel haben (hier: $103,14^\circ$ - der Winkel zwischen a und c). Eine mit Röntgenstrahlung durchgeführte Gitterparameterbestimmung aus der Publikation „**The crystal structure of sucrose**“ von C. A. Beevers⁶ ergab ebenfalls ein *primitive monoclinic* Gitter, mit den Werten $a=10.89$, $b=8.69$ und $c=7.77$ mit $\alpha=\lambda=90^\circ$ und $\beta=103^\circ$. Die am Biodiffraktometer gemessenen Werte sind denen von Beevers sehr ähnlich, was bestätigt, dass der Wert beider Messungen gut ist. Welche der Werte genauer sind, ist nicht mit Sicherheit zu sagen, da jedes Gerät über einen geringen Messfehler verfügt und es auch zahlreiche andere Faktoren geben kann, die abweichend sein können (zumal Beevers Messung 1952 mit Röntgenstrahlung stattfand). Die Einheitszelle ist in Anhang 4 abgebildet, und ist eine Aufnahme erzeugt mit der Simulationssoftware *Diamond*.

⁶ Siehe Literaturverzeichnis III

5.3 Problem der Messung von Zuckern

Eine Besonderheit bei Diffraktionsmessungen mit Zuckern ist die hohe Hintergrundstreuung. Während bei normalen anorganischen Pulvermessungen, beispielsweise der von YIG(=Yttrium Iron Garnet) einige klare, eindeutig erkennbare Ringe sichtbar sind (Abb. 23), gibt es bei der Glucose (Abb. 20) so hohe Streuung durch den Wasserstoff, dass nur die innersten Ringe erkennbar sind und die äußeren in der Wasserstoffstreuung untergehen.

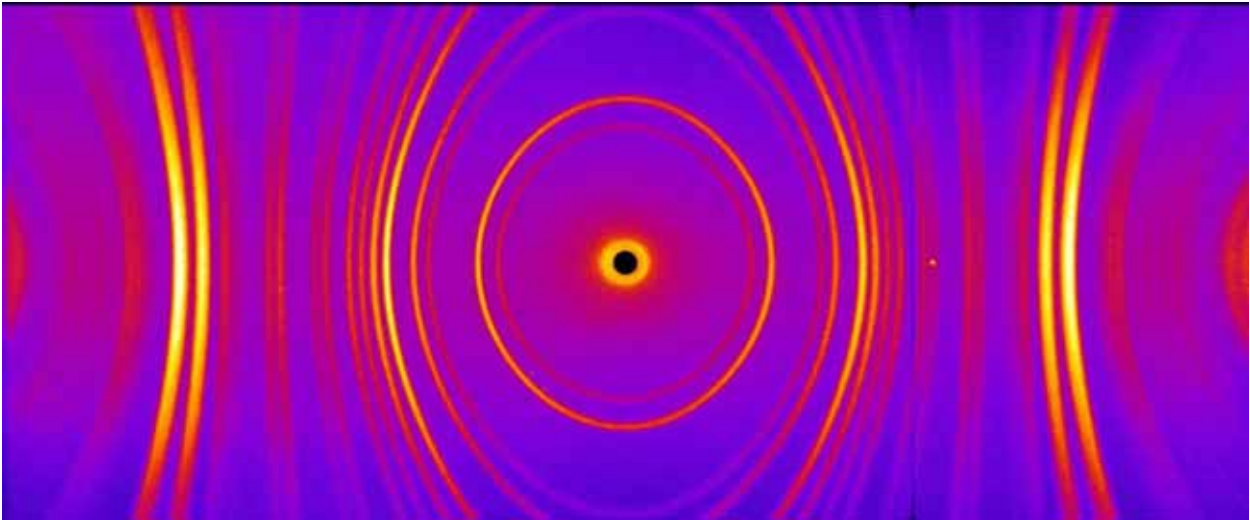


Abb. 23: Die Pulverdiffraktometermessung von einem Yttrium-Eisen-Granatkristall

Dies macht die Pulveraufnahmen von Zuckern generell schlechter verwendbar als die Pulveraufnahmen anderer Stoffe oder die von Zuckereinkristallen. Wasserstoff ist das Element, welches mit Neutronen am besten sichtbar ist, weshalb ein weiterer Anwendungsaspekt das Durchleuchten Elemente höherer Ordnungszahlen ist. Damit erkennt man ihren genauen Aufbau, der mit Röntgenstrahlung verborgen bleiben würde. So kann man beispielsweise Öl und Benzin in einem laufenden Motor genau erkennen⁷ oder eine für Röntgenstrahlung undurchdringbare und für Gammastrahlung transparente metallene Rohrbombe⁸.

⁷ <http://einrichtungen.ph.tum.de/antares/>

⁸ <http://einrichtungen.ph.tum.de/antares/>

5.4 Berechnungen anhand der Messbilder

Einer der Hauptzwecke vieler Messbilder, wie der mit dem Biodiffraktometer, ist es, die Abstände zwischen den einzelnen parallelen Gitterebenen zu berechnen (d in der Bragg-Formel). Jedoch ist es natürlich auch umgekehrt möglich, die Wellenlänge der Neutronen zu berechnen, wenn man weiß, welcher Abstand d zwischen zwei Gitterebenen am Winkel θ ist. Dies war eine der Arbeiten, die ich im Verlauf meiner Seminararbeit durchgeführt habe.

In Anhang 1 ist das Messbild des Saccharosepulvers zu sehen. Dieses wurde mit *ImageJ* verbessert, damit sich die Streuringe optimal von der kohärenten Streuung des Wasserstoffes abheben. Anhand von derartigen Bildern würden nun meist Abstände zwischen parallelen Kristallebenen d durch die Bragg-Gleichung, nach d aufgelöst, berechnet werden. In meinem Fall wurde jedoch die Wellenlänge der Neutronen berechnet (ebenfalls mit der Bragg Gleichung), mithilfe von gemessenen d Werten.

Um den Winkel eines Braggreflexes zu berechnen, wurde zunächst ein gut sichtbarer Streuring ausgewählt (Anhang 1, blau eingefärbter Ring). Von diesem wurde der Abstand in Pixeln vom Strahlausgang in Bildmitte, geteilt durch die Gesamtanzahl an Pixeln zwischen den Mittelpunkten des Eintrittes und des Austrittsloches (der Bereich innerhalb des rot umrandeten Rechteckes) bestimmt. Um jeweils exakte Werte zu erhalten, wurde mit *ImageJ* ein Diagramm erstellt, welches die Ausprägung des Weißanteils in Abhängigkeit zur Distanz vom Mittelpunkt des Ausgangsloches darstellt (Anhang 2). Daraus ergibt sich für den blau gekennzeichneten Ring (den äußersten Peak im Graphen *Anhang 2*) ein Pixelwert von 947 Pixel, bei einem Gesamtabstand von 1250 Pixeln. Da der Winkel θ vom Eintrittsloch aus gemessen wird, liegt der betrachtete Ring also bei $1250-947=303$ Pixeln. Um den Winkel θ nun zu berechnen, muss man bedenken, dass die Messbilder des Biodiffraktometers in der Realität den Mantel der zylinderförmigen Messtrommel darstellen und somit einen Bereich von 360° (um die Probe). Zwischen den Mittelpunkten der beiden Löcher liegen also auf dem Mantel 180° des Zylinders. Kennt man den Anteil am Gesamtwinkel, den der blaue Ring vom Mittelpunkt entfernt ist, kennt man auch den Winkel θ zwischen Mittelpunkt des Eintrittsloches und dem Ring. Daraus ergibt sich die Rechnung:

$$\frac{303 \text{ Pixel}}{1250 \text{ Pixel}} \cdot 180^\circ = 43,632^\circ = \theta$$

Mithilfe der bekannten Werte einer bereits durchgeführten Messung an der Saccharose (Prof. Dr. A.L. Spek, Utrecht University, 2005), kann man die Werte des Abstandes d für einen bestimmten Winkel 2θ anzeigen lassen. Dies geschah mithilfe des Programmes Diamond 3.1d. Das Ergebnis der simulierten Pulverdiffraktion für $2\theta=87,264$ ist ein Wert für d von 1,9375 (exakter Wert für 2θ in Diamond: 87,229).

Setzt man diese Werte jetzt in die Bragg-Gleichung ein, ergibt sich:

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin \theta$$

$$\lambda = 2 \cdot 1,9375 \text{ \AA} \cdot \sin 43,632^\circ$$

$$\lambda = 2,6738 \text{ \AA}$$

Der offizielle, geeichte Wert für die Wellenlänge des Biodiffraktometers ist $\lambda = 2,673 \text{ \AA}$. Somit wird dieser durch das Ergebnis meiner Rechnung genau bestätigt.

5.5 Zusammenfassung/Fazit

Da mit den ersten Messungen erst einige Monate gewartet werden musste, da der Reaktor nicht lief, wurde zunächst die Zeit dazu genutzt die grundlegenden Recherchen über Neutronen, Zucker und weitere Gebiete, durchzuführen. Nach Inbetriebnahme des Reaktors wurden die Messungen an den Zuckern durchgeführt und ausgewertet. Die Messergebnisse konnten zum einen die Kristallstruktur der Einheitszelle ermitteln (Anhang 4) und zum anderen die Wellenlänge der Neutronen bestimmen. Dies war das erste Experiment dieser Art in der Neutronenquelle Garching, bei dem Zucker mit Neutronen bestrahlt wurde. Jedoch war die Anzahl der möglichen Aufnahmen und die Messzeit generell stark eingeschränkt durch die hohen Messkosten. Nach der Aufklärung der exakten, räumlichen Struktur wäre es interessant Vergleiche mit anderen Stoffen durchzuführen, um eventuelle kompetitive Hemmungen von Enzymen, die mit diesen Zuckern zu tun haben, zu erkennen. Dies ist wichtig im Bereich der Medizin.

6. Quellen

6.1 Literaturverzeichnis

- I. Experimental Facilities Book. Informationsmaterial über FRM-II , München 2011
- II. Rogen Pynn: Neutron scattering – A primer, Los Alamos 2008
- III. Charles Kittel: Einführung in die Festkörperphysik, 1. Auflage, Oldenburg

6.2 Internetquellenverzeichnis

1. Zahlreiche Unterseiten in <http://www.frm2.tum.de/technik/index.html>
2. <http://www.britannica.com/EBchecked/topic/235853/glucose>
3. <http://www.britannica.com/EBchecked/topic/1386564/sucrose>
4. <http://www.crystallography.net/> (die .CIF Datei für die Simulation in 6.2)
5. <http://escher.epfl.ch/eCrystallography/>

6.3 Bildquellenverzeichnis

Abb. 01: Tabelle von <http://neutra.web.psi.ch/What/d/physic.html> ,
<http://de.wikipedia.org/Neutron> , und mündlichen Informationen

Abb. 02: Kernspaltung, mit freundlicher Genehmigung von www.bilderwörterbuch.com

Abb. 03: www.microscopy.ethz.ch/images/bragg_welle.jpg (bearbeitet)

Abb. 04: The MacGraw Hill Companies chemistry.umeche.maine.edu/

Abb. 5.1: <http://uni-ka.the-jens.de/html/chemieklasse12/glucose/glucose.htm>

Abb. 5.2: http://science.marshall.edu/murraye/alpha_amylase.htm

Abb. 06: <http://0.tqn.com/d/chemistry/1/0/2/P/1/sucrose.jpg>

Abb. 07: <http://www.lidsfitnessnetwork.com/wp-content/uploads/2011/02/Sugar.jpg>

Abb. 08: <http://www.frm2.tum.de/technik/reaktor/brennelement/index.html>

Abb. 09, 11, 12: [Experimental Facilities book](#)

Abb. 10: selbsterstellte Aufnahmen (CAD-Aufnahme mit SolidWorks)

Abb. 13: Selbsterstelltes 3D-Modell mit XRayView 4.0

Abb. 14,15,16,17,18,19,20,22: Messaufnahmen des Biodiffraktometers

Abb. 21: selbstgemachtes Foto

Abb. 23: Am Biodiffraktometer gemessenes Bild, zur Verfügung gestellt von Andreas Ostermann

6.4 Wichtige verwendende Abkürzungen

NMR-Röhrchen: Ein Röhrchen für NMR-Messungen: NMR steht für *nuclear magnetic resonance*. Im Deutschen wäre dies Kernspinresonanzspektroskopie.

Abb. : Abbildung (Grafik oder Tabelle)

7. Danksagung

Am Ende dieser Arbeit möchte ich noch einigen Leuten für ihre Unterstützung danken.

Zunächst den Lehrern Stefan Mahnke und Dr. Magdalena Kaden, von meiner Schule, dem Otto-von-Taube Gymnasium in Gauting, die mir wann immer nötig ihre Hilfe zur Verfügung stellten. Außerdem danke ich der Schulleitung für das problemlose Genehmigen von Schulbefreiungen während Experimenten.

Dann möchte ich auch Christian Fuchs, von FRM-II, danken, für seine Hilfe mit dem nervenraubenden Programm *Solid Works*. Ebenfalls danke ich Jürgen Pulz und seinem Team für ihre EDV-Unterstützung.

Besonders danke ich Dr. Tobias Schrader und Dr. Andreas Ostermann, ebenfalls von FRM-II, die Instrumentbeauftragten des Biodiffraktometers. Vielen vielen Dank für die investierte Zeit in die Messungen und Erklärungen während der Seminararbeit.

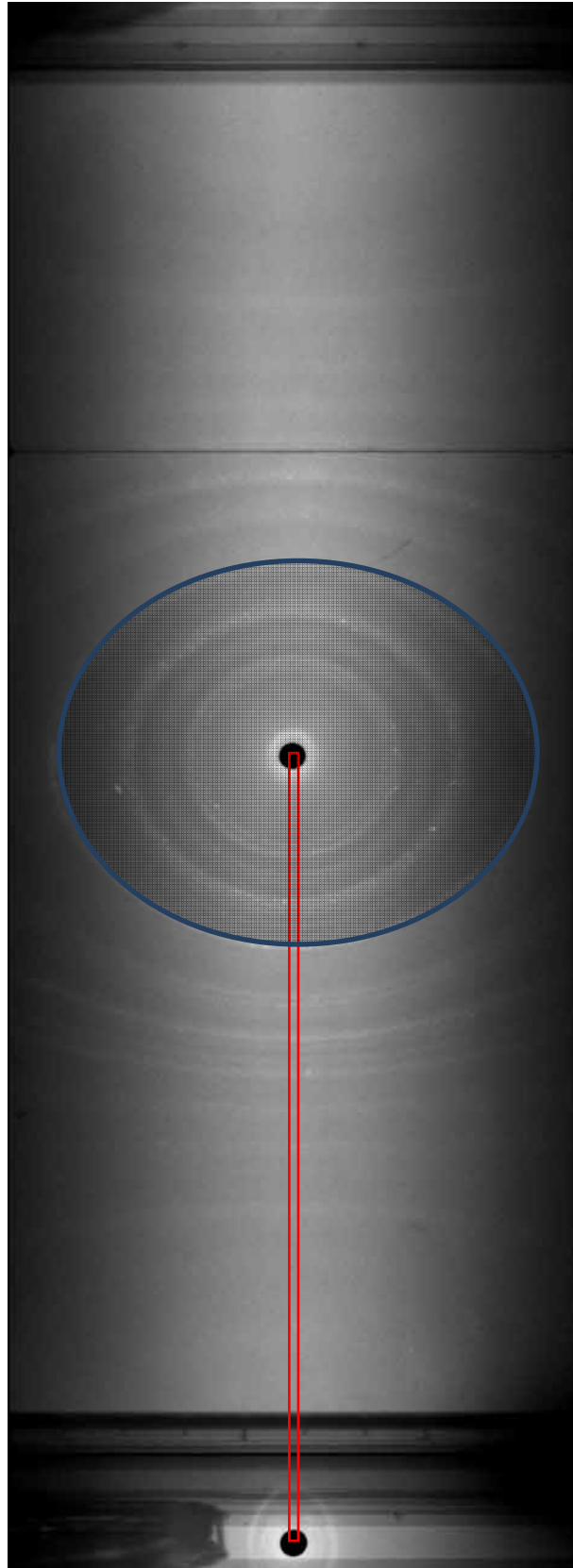
Vor allem jedoch bedanke ich mich bei meinem Betreuer Dr. Robert Georgii. Er hat mich vom Anfang bis zum Ende auf jede mögliche Art unterstützt, sei es fachlicher Rat oder das Korrekturlesen dieser Arbeit.

Auch meinen Eltern danke ich für ihre Unterstützung, von Beginn an, jedoch vor allem für die letzten zwei Jahre, wo elterliche Hilfe wichtiger war als je zuvor.

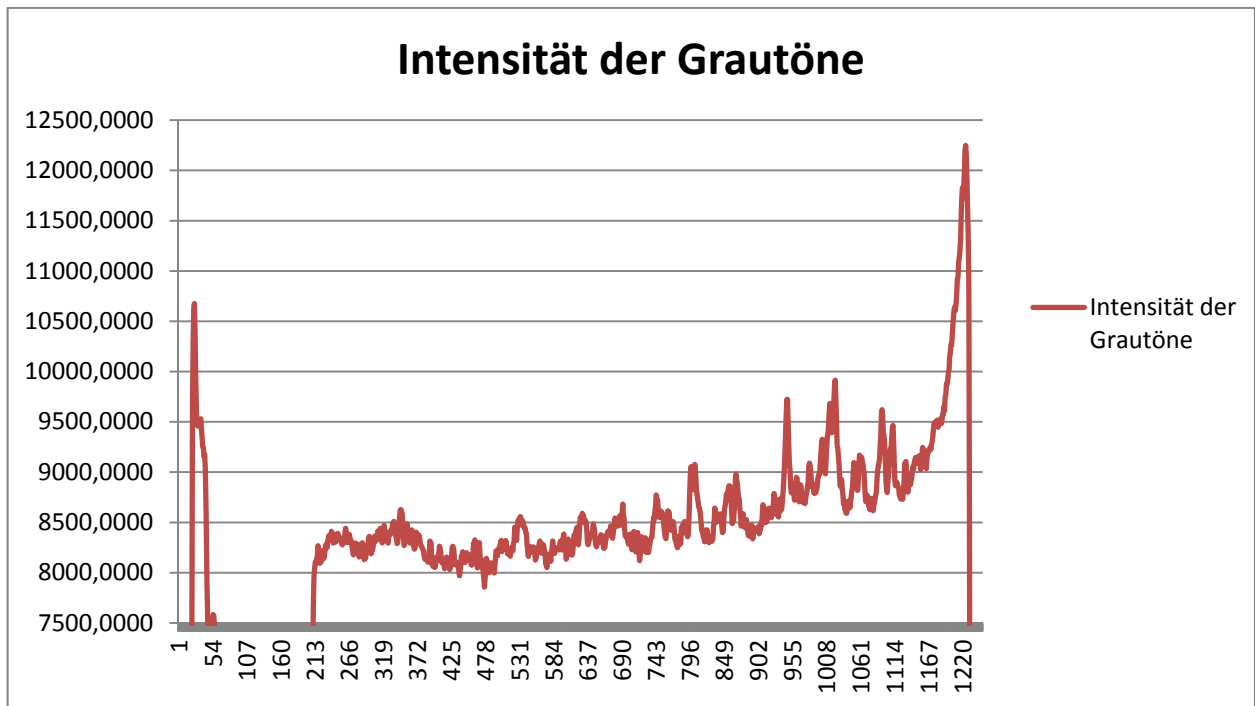
Ebenfalls danke ich allen anderen, die mir während der Arbeit auf irgendeine Weise geholfen haben.

8. Anhang

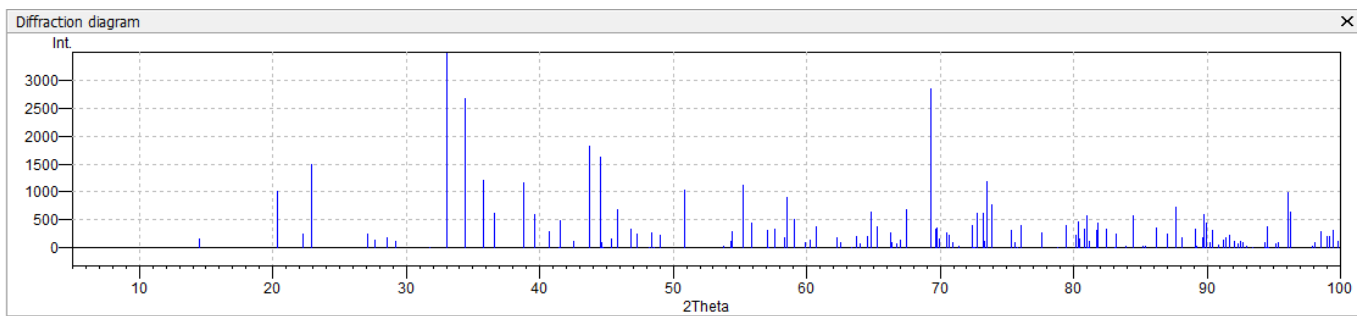
Anhang 1



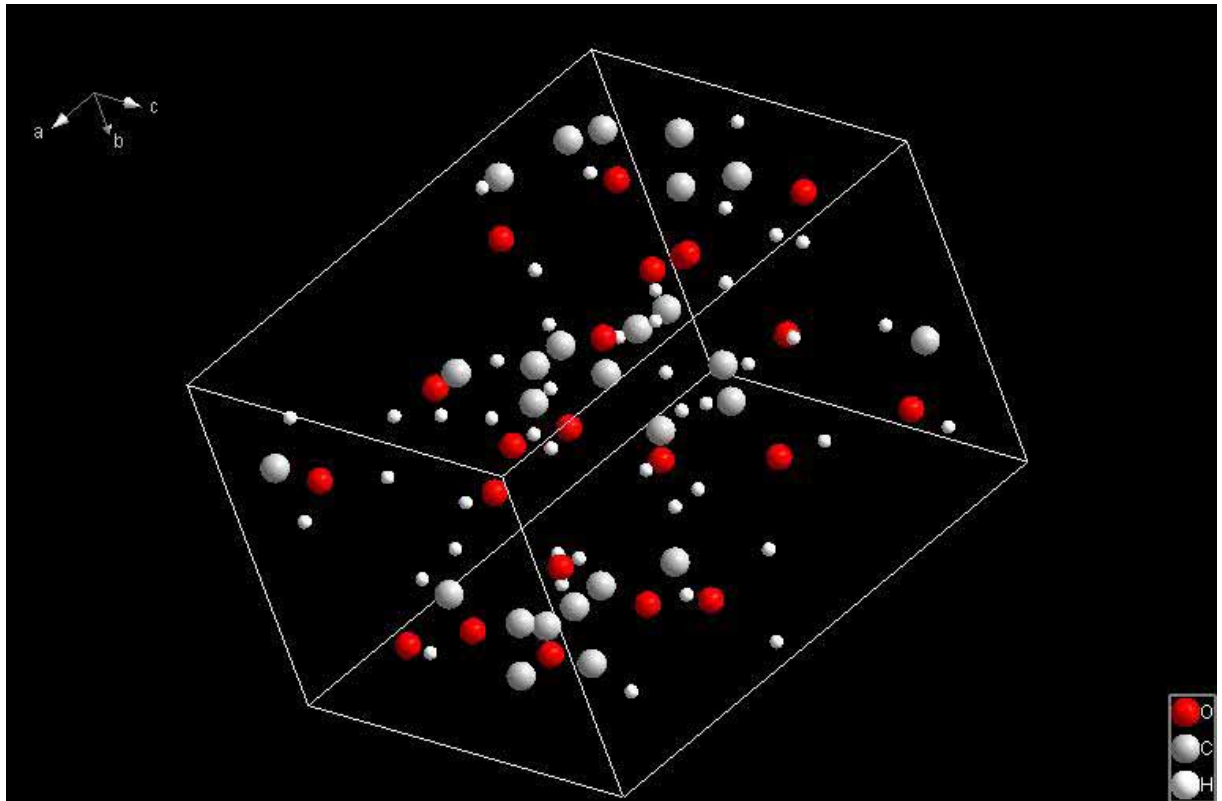
Anhang 2



Anhang 3



Anhang 4



Abstract:

Sugars are important substances in the food industry in our time. Solid glucose and sucrose are used as nutrients and food additives what makes it interesting to find out as much as possible about the structures of these sugars. One of the most precise ways to characterize the molecular structure of a substance is to do neutron scattering experiments. This also is what has been done in this seminary study. For the neutron scattering experiments, the sugars sucrose and glucose, representing the most important sugars, have been chosen. First, the two sugars were prepared, as single crystal and as powder, and then diffraction measurements have been made at the biodiffractometer at the Heinz-Maier-Leibnitz neutron research reactor FRM-II of the Technical University Munich in Garching. Before this was possible some preparation of the samples, instruments and of the experiments had to be done.

The diffraction data of the two sugars were compared to each other. Furthermore the single crystalline structure of the sucrose could be detected to be primitive monocline and with one image of sucrose the wavelength of the neutrons being filtered by the monochromator of the instrument was detected. Details about the experiments and their results are discussed in this paper.