

Verwandte Themen

Charakteristische Röntgenstrahlung, Monochromatisierung von Röntgenstrahlung, Kristallstrukturen, Bravais-Gitter, Reziproke Gitter, Millersche-Indizes, Atomfaktor, Strukturfaktor, Bragg-Streuung, Bragg-Brentano Geometrie.

Prinzip

Eine polykristalline Pulverprobe aus Bleidioxid wird mit der Strahlung einer Röntgenröhre mit einer Kupferanode bestrahlt. Ein automatisch schwenkbares Geiger-Müller-Zählrohr detektiert die von den verschiedenen Netzebenen der Kristallite konstruktiv reflektierte Strahlung. Das Debye-Scherrer-Diagramm wird automatisch registriert. Die Auswertung des Diagramms liefert die Zuordnung der Bragg-Reflexe zu den einzelnen Netzebenen, deren Abstände, den Bravais-Gittertyp, sowie die Gitterkonstanten von Bleidioxid und die Anzahl der Atome in der Einheitszelle.

Material

1 XR 4.0 expert unit Röntgengerät	09057-99	1 Mikrospatellöffel, Stahl, l = 150 mm	33393-00
1 XR 4.0 Goniometer	09057-10	1 Vaseline, weiß, 100 g	30238-10
1 XR 4.0 Einschub mit Cu-Röntgenröhre	09057-50	1 Blei(IV)-oxid, 250 g	31122-25
1 Zählrohr Typ B	09005-00	1 XR measure 4.0 Software	14414-61
1 LiF-Kristall in Halter	09056-05	1 Datenkabel USB Steckertyp A/B	14608-00
1 Universal Kristallhalter für Röntgengerät	09058-02		
1 Probenhalter für Pulverproben	09058-09	<i>Zusätzlich erforderlich</i>	
1 Blendentubus mit Ni-Folie	09056-03	PC, Windows® XP oder höher	
1 Blendentubus d = 2 mm	09057-02		



Abb. 1: XR 4.0 expert unit 09057-99

Aufgaben

1. Registrieren Sie die Intensität der an einer Pulverprobe aus Bleidioxid rückgestreuten Cu-Röntgenstrahlung als Funktion des Rückstreuwinkels.
2. Bestimmen Sie aus der Winkelposition der einzelnen Bragg-Linien die Gitterkonstanten der Substanz.
3. Ordnen Sie die Bragg-Reflexe den jeweiligen Netzebenen des Bleidioxid-Gitters zu und ermitteln Sie dessen Bravais Gittertyp.
4. Bestimmen Sie die Anzahl der Atome in der Einheitszelle.

Aufbau

Schließen Sie das Goniometer und das Geiger-Müller-Zählrohr an die entsprechenden Buchsen im Experimentierraum an (siehe Kennzeichnung in Abb. 2). Der Goniometerblock mit eingesetztem Analysatorkristall soll sich in der linken Endposition befinden. Das Geiger-Müller-Zählrohr mit seiner Halterung wird am hinteren Anschlag der Führungsstangen arretiert. Vergessen Sie nicht, die Zählrohr-Blende vor dem Zählrohr zu montieren (Siehe Abb. 3). Der Blendentubus mit 2-mm-Durchmesser wird zur Kollimierung des Röntgenstrahls in den Strahlausgang des Röhreneinschubs eingesetzt.

Hinweis

Details zur Bedienung des Röntgengeräts und des Goniometers sowie zum Umgang mit den Einkristallen entnehmen Sie bitte den entsprechenden Bedienungsanleitungen.



Abb. 2: Anschlüsse im Experimentierraum

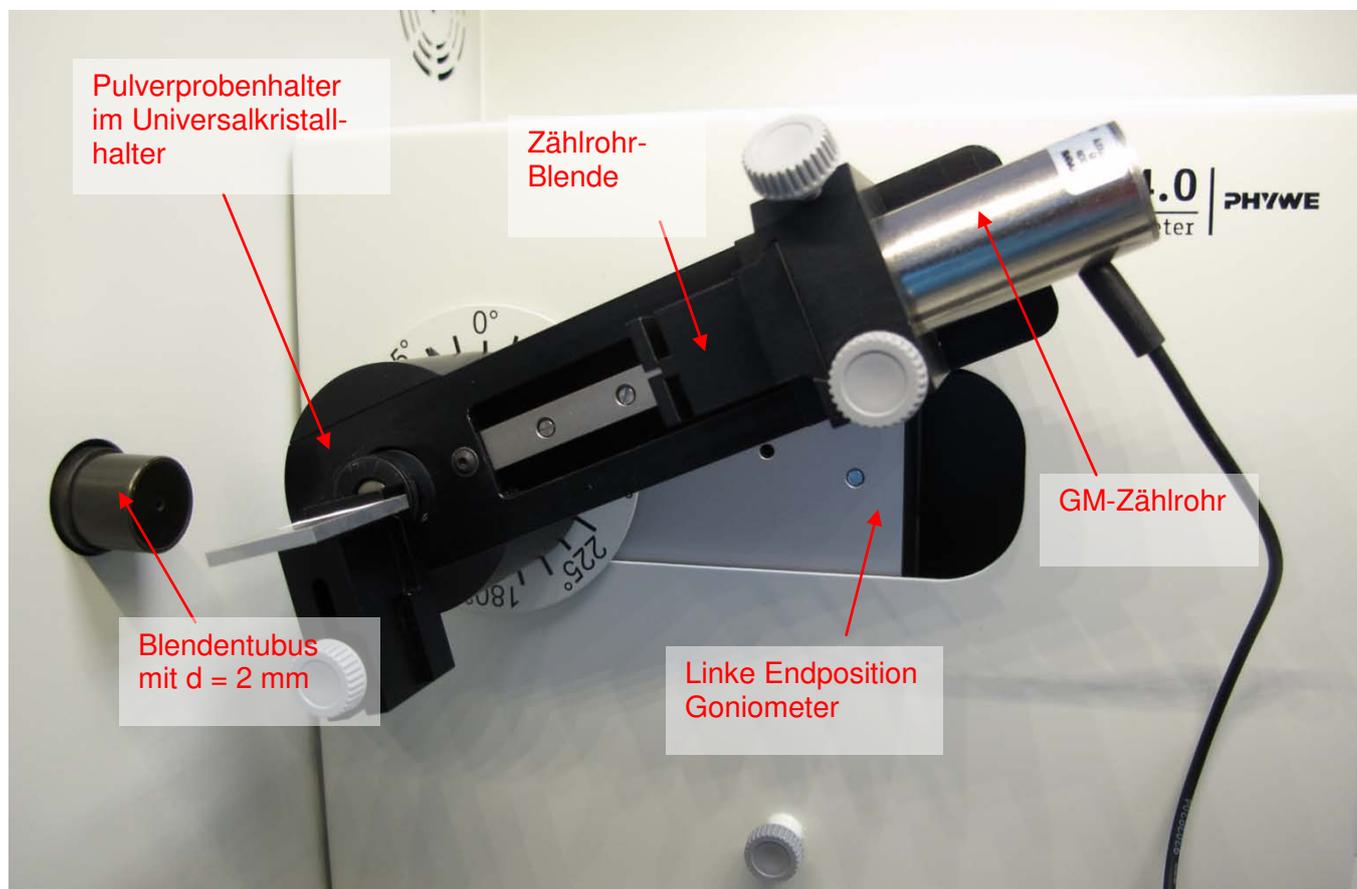


Abb. 3: Versuchsaufbau am Goniometer

Durchführung

- Der PC und das Röntgengerät werden mit Hilfe des Datenkabels über die USB Buchse verbunden (der entsprechende Anschluss am Röntgengerät ist in Abb. 4 gekennzeichnet).
- Starten Sie nun das „Measure“-Programm: das Röntgengerät erscheint auf dem Bildschirm.
- Indem Sie die verschiedenen Funktionen auf und unter dem abgebildeten Gerät anklicken, können Sie nun das Gerät vom Computer aus bedienen. Alternativ können die Parameter auch am Gerät geändert werden – das Programm übernimmt die entsprechenden Einstellungen automatisch.
- Wenn Sie auf den Experimentierraum klicken (siehe rote Kennzeichnung in Abb. 5), können Sie die Parameter für das Experiment verändern. Wählen Sie die Einstellungen wie in der Infobox angegeben.
- Wenn Sie auf die Röntgenröhre klicken (siehe rote Kennzeichnung in Abb. 5), können Sie Spannung und Strom der Röntgenröhre ändern. Wählen Sie die Einstellungen wie in der Übersicht angegeben.
- Starten Sie das Experiment, indem Sie auf den roten Kreis klicken:



- Nach der Messung erscheint die Abfrage:



Markieren Sie den ersten Punkt und bestätigen Sie mit OK. Die Messwerte werden nun direkt an die Software measure übertragen. Am Ende dieser Versuchsanleitung ist eine kurze Einführung in die Auswertung der erhaltenen Spektren angefügt.

Hinweis

Eine Bestrahlung des Geiger-Müller-Zählrohres durch den primären Röntgenstrahl sollte über einen längeren Zeitraum vermieden werden.



Abb. 4: Anschluss des Computers



Abb. 5: Teil der Bedienoberfläche in der Software

Übersicht Einstellungen am Goniometer und Röntgengerät:

- 2:1-Kopplungsmodus
- Winkelschrittweite $0,1^\circ$
- Winkelbereich: 10° - 45°
- Anodenspannung $U_A = 35 \text{ kV}$; Anodenstrom $I_A = 1 \text{ mA}$
- Schrittgeschwindigkeit: Wenn nur die intensitätsstarken Reflexlinien registriert werden sollen, kann relativ schnell mit $1^\circ/10 \text{ s}$ gescannt werden. Zur Identifizierung der schwächeren Linien ist zur Verbesserung des Signal-Rausch-Verhältnisses eine Scangeschwindigkeit von mindestens $1^\circ/40 \text{ s}$ erforderlich.

Probenherstellung:

Etwas Bleidioxidpulver wird auf ein Blatt Papier gegeben und mit Vaseline mit Hilfe eines Spatels mit zu einem festen Brei geknetet. Um eine möglichst hohe Probenkonzentration zu erhalten, sollte wenig Vaseline (etwa eine Spatelspitze) verwendet werden. Der relativ feste Probenbrei wird dann in den Halter für Pulverproben eingedrückt und bündig glattgestrichen. Zur Fixierung des Halters ist der Universalkristallhalter zu verwenden.

Kalibrieren des Goniometers mit Hilfe des LiF-Einkristalls:

Genau Winkelpositionen der Debye-Scherrer-Reflexe sind nur bei korrekter Justierung des Goniometers zu erwarten. Ist aus irgendeinem Grund das Goniometer dejustiert, so kann dieser Fehler entweder mit der Funktion Autokalibrierung oder manuell korrigiert werden:

- Autokalibrierung:
Das Anodenmaterial der Röntgenröhre wird automatisch erkannt, der Kristall muss manuell unter „Menü“, „Goniometer“, „Parameter“ eingestellt werden. Wählen Sie „Menü“, „Goniometer“, „Autokalibrierung“. Nun ermittelt das Gerät die optimale Stellung von Kristall und Goniometer zueinander und im Anschluss die Position des Peaks. Die entsprechenden Kalibrierkurven werden auf dem Display angezeigt. Die neukonfigurierte Nulllage des Goniometersystems bleibt auch nach Abschalten des Röntgengerätes erhalten.
- manuelle Kalibrierung:
Zur manuellen Kalibrierung ist der Analysatorkristall manuell in die theoretische Glanzwinkelposition ϑ zu bringen (entsprechend das Zählrohr auf 2ϑ). Durch iteratives Drehen von Kristall und Zählrohr um wenige $\pm 1/10^\circ$ um diese Winkellagen ist nun das Intensitätsmaximum der Linie aufzusuchen. Danach werden im gekoppelten Modus der Kristall und Detektor um den jeweiligen Fehlbetrag korrigiert in Nulllage gebracht, die anschließend mit „Menü“, „Goniometer“ und dann „Set to zero“ bestätigt werden muss.

Theorie und Auswertung

Treffen Röntgenstrahlen der Wellenlänge λ unter dem Glanzwinkel ϑ auf eine Netzebenenschar eines Kristalls mit den Abständen d , so werden die reflektierten Strahlen nur dann konstruktiv interferieren, wenn die Bragg-Bedingung

$$2d \sin \vartheta = n\lambda \quad ; \quad (n = 1, 2, 3, \dots) \quad (1)$$

erfüllt ist.

Enthält eine Elementarzelle eines Kristallgitters nur ein Atom, so treten alle Reflexe auf, die durch die Bragg-Bedingung gegeben sind. Sind dagegen in einer Elementarzelle N -Atome, so wird die durch die Zelle gestreute Gesamtintensität der Röntgenstrahlen durch den sog. Strukturfaktor F beschrieben, der durch Summierung der Atomfaktoren f der einzelnen N -Atome unter der Berücksichtigung ihrer Phasen berechnet wird.

Für F gilt allgemein:

$$F_{hkl} = \sum_1^N f_n \cdot e^{2\pi i(hu_n + kv_n + lw_n)} \quad (2)$$

(h, k, l = Miller-Indizes der reflektierenden Netzebene, u_n, v_n, w_n sind die Koordinaten der Atome/Moleküle in Bruchteilen der jeweiligen Kantenlängen der Elementarzelle. Da im allgemeinen F eine komplexe Zahl ist, wird die gesamte Streuintensität I durch $|F_{hkl}|^2$ beschrieben.

Die Elementarzelle des tetragonalen Systems kann primitiv sein, d.h. nur ein Atom im Gitterursprung haben. Darüber hinaus können auch verschiedene flächenzentrierte Varianten oder auch eine innenzentrierte Einheitszelle auftreten. Hier soll nur die letztere betrachtet werden, die zwei Atome/Moleküle bei den Koordinaten $0,0,0$ und $\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, \frac{1}{2}$ enthält.

Somit gilt nach (2) für den Strukturfaktor F für diesen Gittertyp:

$$F = f(e^{2\pi i(0)} + e^{2\pi i(1/2h+1/2k+1/2l)}) \quad (3)$$

Daraus folgt: Ist $h + k + l = 2n + 1$; $n = 1, 2, 3, \dots$ (d. h., die Summe ist ungerade), so ist $F = 0$.
Ist dagegen $h + k + l = 2n$ (d. h., die Summe ist gerade), so ist $F = 2f$ und $|F_{hkl}|^2 = 4f^2$.

Für ein tetragonales Kristallsystem erhält man die Abstände d der einzelnen Netzebenen mit den Indizes (hkl) aus der quadratischen Form:

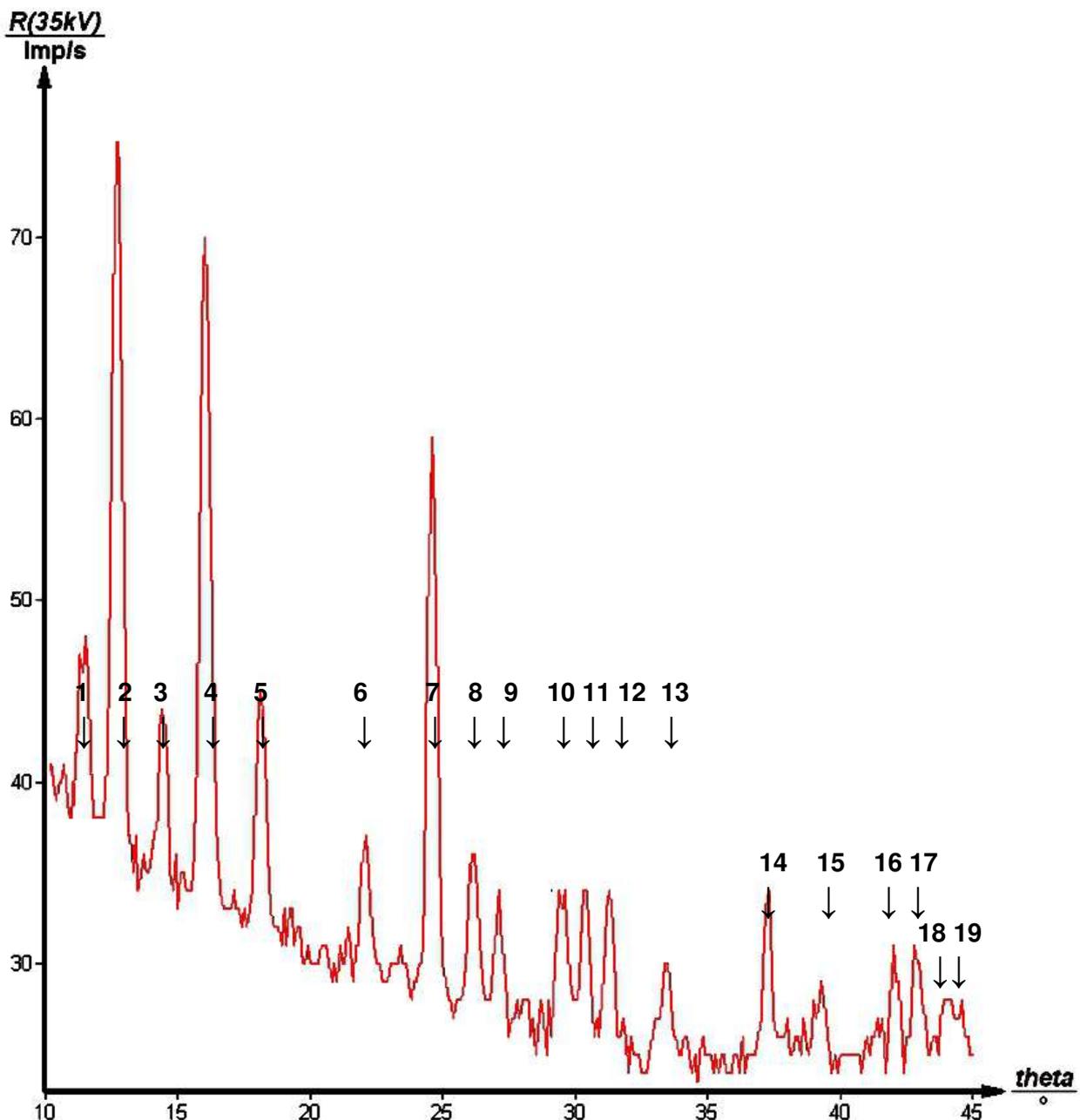


Abb. 6: Debye-Scherrer-Diagramm $8Cu-K_{\alpha}$ und $Cu-K_{\beta}$ -Linien) von Bleioxid (PbO₂)

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \left(\frac{h^2 + k^2}{a^2} \right) + \frac{l^2}{c^2} \quad (a, c = \text{Gitterkonstanten}) \quad (4)$$

Mit (1) erhält man daraus die quadratische Braggsche-Gleichung:

$$\sin^2 \vartheta = \frac{\lambda^2}{4} \left[\frac{(h^2 + k^2)}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} \right] \quad (5)$$

Aufgabe 1: Registrieren Sie die Intensität der an einer Pulverprobe aus Bleidioxid rückgestreuten Cu-Röntgenstrahlung als Funktion des Rückstreuwinkels.

Abb. 6 zeigt das Debye-Scherrer-Spektrum einer Pulverprobe aus Bleidioxid (PbO₂).

Da zur Monochromatisierung der Röntgenstrahlung in Abb. 6 kein Filter verwendet wurde, muss bei der Auswertung der einzelnen Linien bedacht werden, dass die intensitätsstarken Linien, die von der K_α-Strahlung herrühren, auch von Nebenlinien begleitet sind, die von der schwächeren K_β-Strahlung verursacht werden.

Unter zu Hilfenahme von (1) kann man diese Linienpaare identifizieren. Es gilt nämlich angenähert mit λ(K_α) = 154,18 pm und λ(K_β) = 139,22 pm:

$$\frac{\lambda(K_\alpha)}{\lambda(K_\beta)} = \frac{\sin \vartheta_\alpha}{\sin \vartheta_\beta} = \frac{154,18 \text{ pm}}{139,22 \text{ pm}} \approx 1,1$$

Diesem Wert entsprechen die Quotienten der sin²-Werte (Tabelle 3) der Linienpaare 2-1, 4-3, 7-6, so dass die Linien 1, 3 und 6 von der Cu-K_β-Strahlung herrühren.

Dass diese Folgerungen korrekt sind, zeigt eine Kontrollmessung (s. Abb. 7), bei der zur Reduzierung der Intensität der K_β-Strahlung der Blendentubus mit Ni-Folie verwendet worden ist. Die in Abb. 6 zuvor den K_β-Linien zugeordneten Reflexe sind nun verschwunden. Da durch die Ni-Folie auch die Intensität der K_α-Strahlung etwas geschwächt wird, ist der Nachweis der intensitätsschwachen Reflexe bei größeren Glanzwinkeln durch die Verwendung eines Ni-Filters erschwert.

Aufgabe 2 und 3:

Zur Auswertung des Spektrums aus Abb. 6 schreibt man (5) folgendermaßen um:

$$\sin^2 \vartheta = A(h^2 + k^2) + Bl^2 \quad \text{mit} \quad A = \frac{\lambda^2}{4a^2} \quad \text{und} \quad B = \frac{\lambda^2}{4c^2} \quad (7)$$

Der Wert für A wird allein durch die hk-Linien bestimmt. Mit l = 0 folgt aus (6)

$$\sin^2 \vartheta = A(h^2 + k^2) \quad (8)$$

Die möglichen Werte für (h² + k²) sind 1, 2, 4, 5, 8, 9, 10, (s. Tabelle 1).

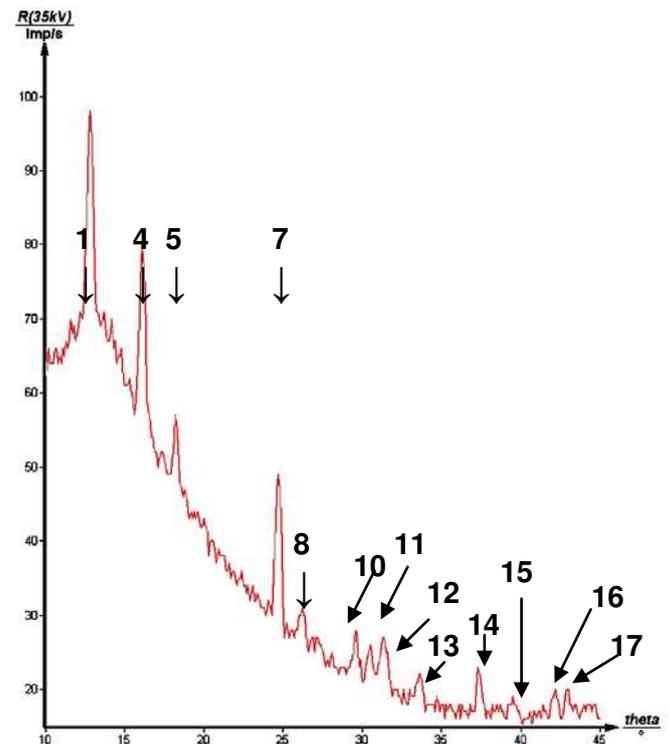


Abb. 7: Debye-Scherrer Diagramm von PbO₂ nur mit Cu-K_α-Strahlung (Monochromatisierung mit einem Ni-Filter)

Tabelle 1: Erlaubte h,k -Kombinationen

$h k$	1 0	1 1	2 0	2 1	2 2	3 0	3 1
$h^2 + k^2$	1	2	4	5	8	9	10

Dividiert man die $\sin^2\vartheta$ -Werte durch 2, 4, 5, 8, ... (Tabelle 2) und sucht nach den Quotienten, die untereinander oder mit einem $\sin^2\vartheta$ -Wert gleich sind, so kann man davon ausgehen, dass diese zu hk -Linien gehören.

Sinnvollerweise überprüft man zu diesem Zweck nur die ersten Linien, da diese immer zu niedrig indizierten Netzebenen gehören. Die Analyse der Werte aus Tabelle 2 offenbart eine Schwierigkeit. Es zeigt sich nämlich, dass zwei Zahlenpaare (kursiv gedruckt und fettgedruckt) für die weitere Analyse in Frage kämen. Da aber die Differenz zwischen den fettgedruckten Werten geringer ist, sollen diese die Basis für die weiteren Überlegungen sein.

Tabelle 2: Auswertung der K_α -Linien zur Bestimmung der Gitterkonstanten a

Line	$\vartheta/^\circ$	$\sin\vartheta$	$\sin^2\vartheta$	$\sin^2\vartheta/2$	$\sin^2\vartheta/4$	$\sin^2\vartheta/5$	$\sin^2\vartheta/8$	$h k l$
2	12,69	0,21968	0,04826	0,02413	0,01206	0,00965	0,00603	110
4	16,01	0,27580	0,07607	0,03803	0,01902	0,01521	0,00951	
5	18,11	0,31084	0,09662	0,04831	0,02416	0,03462	0,01208	200
7	24,59	0,41612	0,17316	0,08658	0,04329	0,03885	0,02165	

Bildet man aus den fett gedruckten Zahlen der Linien 2 und 5 den Mittelwert, so erhält man $A = 0,024145$. Mit diesem Wert für A und λ (Cu- K_α) = 154,18 pm folgt somit nach (7) für die 1. Gitterkonstante: $a = 496,1$ pm.

Ist die zuvor getroffene Annahme richtig, so folgt zwangsweise, dass die Linie 2 mit 110 und die Linie 5 mit 200 zu indizieren ist.

Nun subtrahiert man von den $\sin^2\vartheta$ -Werten $A, 2A, 4A, 5A, 8A$ etc. (s. Tabelle 3) und sucht nach den Bl^2 -Werten, die in einem Verhältnis zueinander von 1, 4, 9, etc. stehen.

Auf den ersten Blick ist dieses von den kursiv gedruckten Werten der Linien 2, 5, 8 und 10 der Tabelle 3 erfüllt.

Tabelle 3: Auswertung der K_α -Linien zur Bestimmung der Gitterkonstanten c und Zuordnung der Reflexe zu den Netzebenen.

Line	$\sin\vartheta$	$\sin^2\vartheta$	$\sin^2\vartheta - A$	$\sin^2\vartheta - 2A$	$\sin^2\vartheta - 4A$	$\sin^2\vartheta - 5A$	$\sin^2\vartheta - 8A$	$h k l$	$\sin^2\vartheta$	Δ
1(β)	11,44									
2	12,69	0,04826	0,02412					110	0,04829	0,00030
3(β)	14,41									
4	16,03	0,07625	0,05211					101/011	0,07641	0,00016
5	18,13	0,09683	0,07268	0,04854				200/020	0,09658	-0,00025
6(β)	22,07									
7	24,59	0,17316	0,14902	0,12487	0,07658	0,05243		211/121	0,17300	-0,00016
8	26,15	0,19424	0,17001	0,14595	0,09766	0,07252		220	0,19316	-0,00108
9	27,12	0,20780	0,17437	0,15022	0,10193	0,07778		002	0,20908	0,00128
10	29,49	0,24233	0,21819	0,19404	0,14575	0,12161	0,04917	310/130	0,24145	-0,00088
11	30,36	0,25546	0,23132	0,20717	0,15888	0,13444	0,06230	112	0,25737	0,00191
12	31,29	0,26975	0,24561	0,22146	0,17317	0,14093	0,07659	301/031	0,26958	-0,00017
13	33,45	0,30383	0,27968	0,25554	0,20725	0,18311	0,11003	202/022	0,30566	0,00183
14	37,27	0,36672	0,34256	0,31843	0,27014	0,24599	0,17356	321/231	0,36615	-0,00057
15	39,29	0,40100	0,37686	0,35271	0,30442	0,28027	0,20784	222	0,40224	0,00124
16	42,09	0,44493	0,42515	0,40101	0,35272	0,32858	0,24984	312/132	0,45053	0,00560
17	42,89	0,46321	0,43906	0,41492	0,36663	0,34248	0,27005	411/141	0,46273	-0,00048
18	44,06	0,48360	0,45946	0,43531	0,38702	0,36289	0,29044	420/240	0,48290	-0,00070
19	44,60	0,49302	0,46888	0,44473	0,39644	0,37230	0,29986	310/130	0,49457	0,00155

Denn es gilt:

$$\frac{1}{2}(0,19424+0,19404) / \frac{1}{2}(0,04826+0,04857) \approx 4.$$

Für B ergibt sich in diesem Fall: $B = 0,048431$ und nach (6) $c = 350,4$ pm. Mit den so ermittelten Werten für a und c berechnet sich nach (9) die Anzahl der Atome in der Einheitszelle zu $n \approx 2$.

Die Linien 2 und 5 hätten die Indizierung 111 bzw. 201, d.h. es treten ungerade und gemischt indizierte Reflexe auf. Dieses steht aber im Widerspruch zur Anzahl der Atome/Moleküle in der Einheitszelle. Zwei Atome/Moleküle pro Einheitszelle bedeuten ein innenzentriertes Gitter, bei dem nur Reflexe auftreten dürfen, für die $(h + k + l) = 2n$ gilt.

Somit ist obiger Ansatz zu verwerfen.

Nimmt man dagegen die fettgedruckten Zahlenwerte der Linien 4, 7, 11, 13 und 15, so ergibt sich folgendes:

$$\frac{1}{3}(0,20717+0,20725+0,20784) / \frac{1}{2}(0,05211+0,05243) = 3,97 \approx 4. \text{ Somit folgt als Mittelwert für } B = \frac{1}{2}(0,05211 + 0,05243) = 0,05227. \text{ Mit diesem } B\text{-Wert folgt für } c \text{ nach (7): } c = 337,2 \text{ pm. Für die Linien 4 und 7 ergibt sich mit gerundeten Zahlenwerten:}$$

Linie 4: $\sin^2\vartheta = 0,07625 \approx A \cdot (1^2) + B \cdot (1^2) = 0,02414 + 0,05227 = 0,07641 \rightarrow h = 1 \text{ oder } k = 1; l = 1$. Für diese Linie gilt dann die Indizierung: (101) oder (011)

Linie 7: $\sin^2\vartheta = 0,17316 \approx A(1^2+2^2) + B(1^2) = 0,1207 + 0,05227 = 0,1730 \rightarrow h = 1 \text{ und } k = 2 \text{ oder } h = 2 \text{ und } k = 1; l = 1$.

Diese Linie ist somit mit (211) oder (121) zu indizieren.

Entsprechend ergeben sich für die Linien 11, 13 und 15 folgende h,k,l -Tripel: 112, 202/022 und 222.

Zur Identifizierung aller übrigen Linien ist folgendes Verfahren hilfreich:

In Tabelle 4 sind separat die gerundeten \sin^2 -Werte aller denkbaren h,k - und l -Kombinationen aufgelistet, die man durch Multiplikation mit den Mittelwerten von $A = \sin^2(100)$ und $B = \sin^2(001)$ mit der Summe von Quadratzahlen erhält.

Um z.B. den \sin^2 -Wert des 231-Reflexes zu bestimmen, addiert man die entsprechenden \sin^2 -Werte der Reflexe 230 und 001.

$$\begin{array}{r} \sin^2\vartheta \quad (230) \quad 0,31395 \\ \sin^2\vartheta \quad (001) \quad 0,05218 \\ \hline \sin^2\vartheta \quad (231) \quad 0,36613 \end{array}$$

Auf analoge Weise können die $\sin^2\vartheta$ -Werte und damit die Indizierung jeder Reflexlinie, wie in Tabelle 3 dargestellt, bestimmt werden. Die $\sin^2\vartheta$ -Werte der vorletzten Spalte aus Tabelle 3 ergeben sich aus den Kombinationen der entsprechenden $\sin^2\vartheta$ -Werte aus Tabelle 4. Die letzte Spalte der Tabelle 3 zeigt zur Verdeutlichung der Richtigkeit der Indizierung die Differenz zwischen den Werten aus der vorletzten Spalte und Spalte 4.

Für die beiden Gitterkonstanten des tetragonalen PbO_2 - Gitters liefert das Experiment:

$$a = 496,1 \text{ pm und } c = 337,5 \text{ pm; Literaturwerte: } a = 495,0 \text{ pm und } c = 336,6 \text{ pm.}$$

Tabelle 4: Gerundete \sin^2 -Werte von PbO_2

$h k 0$	$h^2 + k^2$	$\sin^2 \vartheta$	$h k 0$	$h^2 + k^2$	$\sin^2 \vartheta$	$0 0 l$	l^2	$\sin^2 \vartheta$
1 0 0	1	0,02414	3 2 0	13	0,31388	0 0 1	1	0,05227
1 1 0	2	0,04829	4 0 0	16	0,38632	0 0 2	4	0,20908
2 0 0	4	0,09658	4 1 0	17	0,41046	0 0 3	9	0,47043
2 1 0	5	0,12073	3 3 0	18	0,43461			
2 2 0	8	0,19316	3 3 1	19	0,45876			
3 0 0	9	0,21731	4 2 0	20	0,48290			
3 1 0	10	0,24145						

Aufgabe 4:

Dividiert man die Gesamtmasse M einer Einheitszelle durch deren Volumen V , so ergibt sich die Dichte ρ . Es gilt:

$$\rho = \frac{M}{V} = n \cdot m \cdot \frac{1}{V} \quad \text{mit } m = \frac{m_A}{N} \rightarrow n = \frac{\rho \cdot N \cdot (a^2 \cdot c)}{m_A} \quad (9)$$

(n = Anzahl der Atome oder Moleküle in der Einheitszelle; m = Atom/Molekülmasse; m_A = Atom/Molekülgewicht; $N = 6,022 \cdot 10^{23}$ = Avogadrozahl). Für PbO_2 gelten folgende Tabellenwerte: $\rho = 9,375 \text{ gcm}^{-3}$ und $m_A = 239,19 \text{ g}$.

Mit diesen Werten und $a = 496,1 \text{ pm}$ und $c = 337,5 \text{ pm}$ liefert (9): $n = 1,96 \approx 2$, d.h., in der Elementarzelle des PbO_2 - Gitters befinden sich 2 Atome/Moleküle. Dieses Ergebnis und die Tatsache, dass nur Reflexe auftreten, für die $(h + k + l) = 2n$ gilt, zeigt, dass PbO_2 ein innenzentriertes tetragonales Gitter bildet.

Bei 2 Atomen/Molekülen pro Einheitszelle könnte noch ein paarweise flächenzentriertes Gitter mit den Bausteinkoordinaten $000, \frac{1}{2}\frac{1}{2}0$ oder $000, 0\frac{1}{2}\frac{1}{2}$ oder $000, \frac{1}{2}0\frac{1}{2}$ in Frage kommen. Für diesen Gittertyp gilt aber als Reflexionsbedingung: $(h + k) = 2n$, $(h + l) = 2n$ oder $(k + l) = 2n$ (s. (2)).

Demnach dürften keine gemischt indizierten $(h + k)$ -, $(h + l)$ - oder $(k + l)$ -Paare auftreten, was aber der Fall ist. Somit sind auch diese Gitteralternativen zu verwerfen.

